

FICHES SITES ET SOLS POLLUÉS TECHNIQUES INNOVANTES ET ÉPROUVÉES

Un outil d'aide à la décision dans le choix
des techniques de caractérisation et de
suivi de dépollution dans le domaine de
sites et sols pollués



FICHES SITES ET SOLS POLLUÉS

TECHNIQUES INNOVANTES

ET ÉPROUVÉES



Le projet **Fiches Techniques Innovantes** a été initié en 2019 par le BRGM pour le Ministère en charge de l'environnement pour faire connaître aux acteurs du domaine des sites pollués des techniques innovantes et en développer l'usage. Les fiches ont été réalisées à partir d'une collaboration étroite entre les experts du BRGM, de l'Ineris et de l'Ademe.

Ces techniques innovantes utilisables pour le diagnostic des sites et/ou le suivi de travaux de dépollution sont présentées sous forme de fiches. Cela concerne les techniques issues de la recherche encore peu connues et peu utilisées par les acteurs du domaine des SSP.

Le rôle des fiches produites et publiées chaque année est de promouvoir le déploiement de ces techniques innovantes dans le domaine des SSP en apportant des informations opérationnelles à un large public (donneurs d'ordre, exploitants, administrations et prestataires). Les informations fournies apportent une aide dans le choix et la justification des différentes techniques selon le contexte rencontré.

Depuis 2025, le projet a franchi une nouvelle étape en publiant **une nouvelle série de fiches dédiées aux techniques éprouvées** en étroite collaboration avec le BRGM, l'Ademe, l'UCIE et l'UPDS. Ces fiches portent sur des techniques déjà testées et appliquées sur sites depuis plusieurs dizaines d'années, mais encore trop peu utilisées en raison d'une méconnaissance des contextes d'application, d'une mauvaise réputation liée à des usages inadaptés, ou encore d'un manque de clarté sur leurs conditions d'utilisation. Ces nouvelles fiches visent à lever ces freins pour réhabiliter ces solutions efficaces et favoriser leur adoption éclairée par les acteurs du secteur SSP.

L'ensemble de ces fiches, réunies dans ce même classeur, constituent un point d'entrée en référençant pour chaque technique les différents documents existants (fiches outils, guides détaillés, référentiels qualité, normes, projets phares) et proposent des informations techniques opérationnelles (méthodologie, matériel nécessaire, contexte d'utilisation, pollution concernée, avantages/inconvénients, points de vigilance, degré de maturité ou retours d'expérience).

VOUS ÊTES UN UTILISATEUR POTENTIEL ET VOUS SOUHAITEZ CONNAÎTRE LES TECHNIQUES INNOVANTES ET ÉPROUVÉES APPLICABLES SUR VOTRE SITE D'ÉTUDE ?

1. Retrouvez au dos de cette page le tableau de synthèse qui présente les techniques et les 3 "fiches étapes" (Diagnostic, Dépollution et Surveillance Environnementale).
2. Parcourez la fiche étape correspondant à votre besoin pour découvrir les points importants à éclaircir pour mener à bien votre projet et pour sélectionner les techniques adaptées actuellement disponibles.
3. Comparez les techniques grâce aux "fiches techniques innovantes et éprouvées" qui détaillent leur contexte d'utilisation, la méthodologie à suivre, les avantages et les limitations des méthodes et vous donnent les clés pour en savoir plus.
4. Choisissez la technique la plus adaptée à votre site et à votre besoin et lancez-vous !

Thématique	Technique	N° de fiche	Innovante (I) / Éprouvée (E)	Milieu concerné			Investigations				Réponse aux problématiques lors du diagnostic						Réponse aux problématiques lors de la dépollution				Réponse aux problématiques lors du suivi environnemental				
				Sol	Eau	Air	Ponctuelles	Surfaciques	Intrusives	Non-intrusives	Caractérisation du contexte environnemental		Caractérisation de la pollution			Caractérisation de l'impact de la pollution sur les milieux		Connaissance complémentaire du site et de la pollution pour évaluer la faisabilité de la technique de gestion		Gestion de la pollution		Définition du programme de surveillance	Suivi de la pollution et de son impact sur les milieux		
											Quelle est la géologie et l'hydrogéologie locale ?	Quels sont les microorganismes présents ou actifs dans le sol et le sous-sol (biodiversité) ?	Quels sont le type et l'état du polluant ?	Quelle est l'extension et la répartition de la pollution ?	Quelle est l'origine de la pollution ?	Quelle est la biodisponibilité/ bioaccessibilité des polluants et les transferts potentiels ?	Quelle est la toxicité des polluants ou de la matrice sur l'homme et l'environnement ?	Les caractéristiques du sol et des polluants permettent-elles d'envisager le recours à des techniques biologiques ?	Les essais de faisabilité des techniques sélectionnées donnent-ils des résultats satisfaisants ?	Comment gérer la pollution ?	Comment suivre la dépollution ?	Comment concevoir et optimiser le réseau de surveillance ?	Le polluant est-il encore présent et dans quel état ?	Quels sont la biodisponibilité/ bioaccessibilité des polluants et les transferts potentiels ?	Quelle est la toxicité des polluants ou de la matrice sur l'être humain et l'environnement ?
Géophysique	Résistivité électrique	GEOPHY-1	I	✓	✓			✓		✓			✓	✓						✓	✓	✓			
	Polarisation provoquée	GEOPHY-2	I	✓	✓			✓		✓			✓	✓						✓	✓	✓			
	Potentiel spontané	GEOPHY-3	I	✓	✓			✓		✓			✓	✓						✓	✓	✓			
Biologie moléculaire	qPCR	BIOMOL-1	I	✓	✓	✓	✓		✓			✓				✓	✓	✓	✓		✓				✓
	Séquençage	BIOMOL-2	I	✓	✓	✓	✓		✓			✓				✓	✓	✓	✓		✓				✓
Isotopie	CSIA	ISOTOP-1	I	✓	✓	✓	✓		✓			✓		✓	✓			✓	✓	✓	✓	✓			
	Isotopie du plomb	ISOTOP-2	I	✓		✓	✓		✓			✓		✓				✓	✓	✓	✓	✓			
Bio-indicateurs	Indice SET	BIOINDIC-1	I	✓	✓		✓			✓					✓					✓		✓			
	Indice PhytoAc	BIOINDIC-2	I	✓				✓		✓					✓					✓		✓			
Écotoxicologie	Biotests, bioessais	ECOTOX-1	I	✓	✓		✓			✓			✓			✓				✓			✓		✓
	Évaluation des risques environnementaux	ECOTOX-2	I	✓			✓		✓			✓			✓					✓		✓		✓	
Bioaccessibilité orale	Test UBM	BIOACC-1	I	✓			✓			✓					✓								✓		
	Analyse simplifiée par HCl	BIOACC-2	I	✓			✓			✓					✓								✓		
Recours aux végétaux	Dendrochimie	PHYTO-1	I	✓	✓		✓			✓				✓											
	Phytoscreening	PHYTO-2	I	✓	✓		✓			✓			✓									✓			
	Phytotechnologies	PHYTO-3	I	✓				✓		✓							✓		✓						
Spéciation	Séparation chimique	SPEC-1	I	✓	✓		✓		✓			✓			✓	✓			✓	✓		✓	✓	✓	✓
	Extractions uniques ou séquentielles	SPEC-2	I	✓	✓		✓		✓				✓							✓		✓	✓	✓	
	Techniques de caractérisation minéralogique	SPEC-3	I	✓			✓		✓		✓			✓					✓	✓			✓		
Géostatistique	Géostatistique	GEOSTAT-1	I	✓	✓		✓	✓	✓	✓	✓			✓						✓	✓	✓			
	Couplage de mesures de terrain et de la géostatistique	GEOSTAT-2	I	✓	✓		✓	✓	✓	✓				✓					✓	✓	✓	✓			
Mesures de terrain	pXRF	TERRAIN-1	I	✓			✓		✓	✓			✓	✓					✓	✓		✓			
	Extraction des gaz du sol	TERRAIN-2	I			✓		✓	✓			✓	✓	✓			✓			✓					
	MIP	TERRAIN-3	E	✓	✓		✓		✓				✓						✓	✓	✓	✓	✓		
	PID	TERRAIN-4	E			✓	✓			✓				✓						✓	✓	✓	✓		
Techniques aéroportées	Télédétection aéroportée pour reconstruction 3D	AERO-1	I	✓				✓		✓	✓									✓					
Échantillonneurs passifs	Les Échantillonneurs Passifs à l'équilibre	PASSIF-1	I		✓		✓		✓		✓			✓					✓	✓		✓			
	Les Echantillonneurs Intégratifs Passifs	PASSIF-2	I		✓		✓		✓		✓			✓					✓	✓		✓			
	Les Echantillonneurs Passifs Instantanés	PASSIF-3	I		✓		✓		✓		✓			✓					✓	✓		✓			
Caractérisation haute résolution de la nappe	Caractérisation hydrodynamique haute résolution	HRSC-1	I		✓		✓		✓		✓								✓						
	Caractérisation chimique haute résolution	HRSC-2	I		✓		✓		✓				✓						✓	✓		✓			
Dépollution physique	Balayage par fluides non newtoniens	PHYS-1	I	✓	✓			✓	✓										✓						
Dépollution chimique	Électroremédiation fenton optimisée	CHIM-1	I		✓			✓	✓										✓						
Caractérisation des pollutions	Caractérisation des microplastiques	CARAC-1	I	✓	✓	✓	✓		✓				✓	✓						✓		✓			

FICHES ETAPES



DIAGNOSTIC



DESCRIPTION DE L'ÉTAPE « DIAGNOSTIC »

Le diagnostic informe sur l'état des milieux et sur les enjeux associés avec l'objectif de pouvoir définir une stratégie de gestion propre au site et aux milieux environnants. Le diagnostic repose sur une série d'investigations progressives et itératives qui sont plus ou moins poussées selon les objectifs de l'étude et du contexte environnemental (toxicité des polluants, vulnérabilité des milieux, cibles à protéger, contexte économique...). Il aboutit à la construction ou à la consolidation du schéma conceptuel du site au fur et à mesure de l'acquisition, de l'organisation et de l'interprétation des données spécifiques au site et représentatives du contexte local.

Le diagnostic apporte des éléments de compréhension du contexte environnemental (géologie, hydrogéologie...) et permet de caractériser les milieux étudiés (sols, eaux, air, denrées alimentaires...) qui peuvent constituer une source de pollution, être des milieux de transfert (selon le contexte environnemental) et/ou des milieux d'exposition (selon l'usage de ces milieux). **Une source de pollution est la zone du sol ou sous-sol**

qui renferme des substances polluantes qui sont émises vers des milieux de transfert et/ou d'exposition.

Une fois les milieux caractérisés, le diagnostic permet d'identifier certains impacts de la pollution au regard du référentiel retenu pour chaque milieu (valeurs réglementaires, environnement local témoin...) voire, de réaliser une première appréciation des risques pour la santé et l'environnement. **L'impact est la conséquence de l'émission de substances par une source de pollution dans les différents milieux que sont l'air, le sol, l'eau, ou les aliments.** Un impact est identifié lorsqu'il remet en cause l'usage d'un milieu ou qu'une dégradation de la qualité du milieu est constatée.

En cas de renaturation ou d'une gestion écologique d'un chantier, c'est l'état global du site qui est défini à partir d'indicateurs pour informer de la dégradation du milieu.

Ce chapitre présente différents outils qui permettent de préciser le contexte environnemental (géologie, hydrogéologie), de rechercher l'origine et les caractéristiques d'une source de pollution ou d'identifier les impacts d'une pollution sur les milieux.

TECHNIQUES UTILISABLES ET RÉPONSES APPORTÉES PAR L'ÉTAPE « DIAGNOSTIC »

LE DIAGNOSTIC PERMET DE PRÉCISER LE CONTEXTE ENVIRONNEMENTAL

Quelle est la géologie et l'hydrogéologie locale ?

- Les **méthodes géophysiques** permettent de décrire le sol (géologie et hydrogéologie locale) à partir des variations de propriétés physiques entre les différentes couches, sous réserve d'avoir un contraste suffisant entre les couches géologiques. Les investigations sont non-intrusives et leur rendement est optimal sur de grandes surfaces. Dans ce contexte, ces méthodes géophysiques sont indirectes, elles caractérisent le milieu et pas la pollution.
- Les **méthodes de télédétection aéroportée** permettent d'obtenir des fonds de plan reconstituant précisément le relief et l'occupation en surface du site. Ces données peuvent être utilisées pour une étude hydrographique, pour identifier des zones d'érosion et des voies de transfert préférentielles de matériaux. Ces investigations sont non-intrusives et leur rendement est optimal sur des sites complexes de grandes surfaces. Ces méthodes indirectes caractérisent le milieu et pas la pollution.
- Les **techniques de caractérisation minéralogique** sont des techniques d'imagerie ou d'analyse globale qui déterminent la composition minéralogique d'un sol. Les résultats d'analyse sur les échantillons de sol donnent une information qualitative sur la nature des différents minéraux et/ou quantitative (proportion de chaque minéral).

- Les **outils géostatistiques** sont un moyen d'interprétation rapide et poussée de l'ensemble des données disponibles obtenues par une ou plusieurs techniques, sous réserve qu'elles soient suffisamment nombreuses. Ils permettent de produire des cartes d'incertitudes sur la connaissance de la géologie et ainsi aider dans le choix d'implantation de sondages ou piézomètres complémentaires. Les données d'entrées peuvent être ponctuelles, ou bi (log géologique), voire tridimensionnelles (résultats d'investigations géophysiques).

- Les **outils de caractérisation haute résolution de la nappe** et les **échantillonneurs passifs** permettent des mesures ou des analyses sur une plage de profondeur donnée pour une meilleure caractérisation hydrodynamique de la nappe. Ce type de technique met en évidence des flux hétérogènes sur la profondeur ou verticaux. Les investigations sont ponctuelles et intrusives et informent sur la présence d'horizons plus ou moins perméables ou productifs et sur la vulnérabilité de la nappe.

Quels sont les microorganismes présents ou actifs dans le sol et le sous-sol (biodiversité) ?

- Les **techniques de biologie moléculaire** permettent de connaître les populations de microorganismes présentes ou actives à partir de l'extraction et de l'analyse des composants moléculaires d'une cellule (ADN, ARN, protéines). Elles étudient des échantillons de sol, d'eau, d'air ou de déchets

prélevés sur site. Les résultats interprétés fournissent des informations sur la biodiversité en place à travers la diversité et l'abondance des microorganismes qui ne sont pas étudiés avec les techniques de microbiologie classique, car difficilement isolables pour être cultivés.

- Les **essais d'extraction des gaz du sol** renseignent, grâce aux mesures physiques et chimiques effectuées sur site ($T^{\circ}\text{C}$, O_2 , CO_2 , CH_4 , H_2S , etc.), sur l'existence ou non d'une activité biologique associée aux pollutions organiques au sein de la zone non saturée. L'interprétation des résultats des essais de prélèvement de gaz du sol donne une information indirecte sur la présence et l'activité des microorganismes (consommation d'oxygène, augmentation de la température).

LE DIAGNOSTIC PERMET DE CARACTÉRISER LA POLLUTION

Quel est le type et l'état du polluant ?

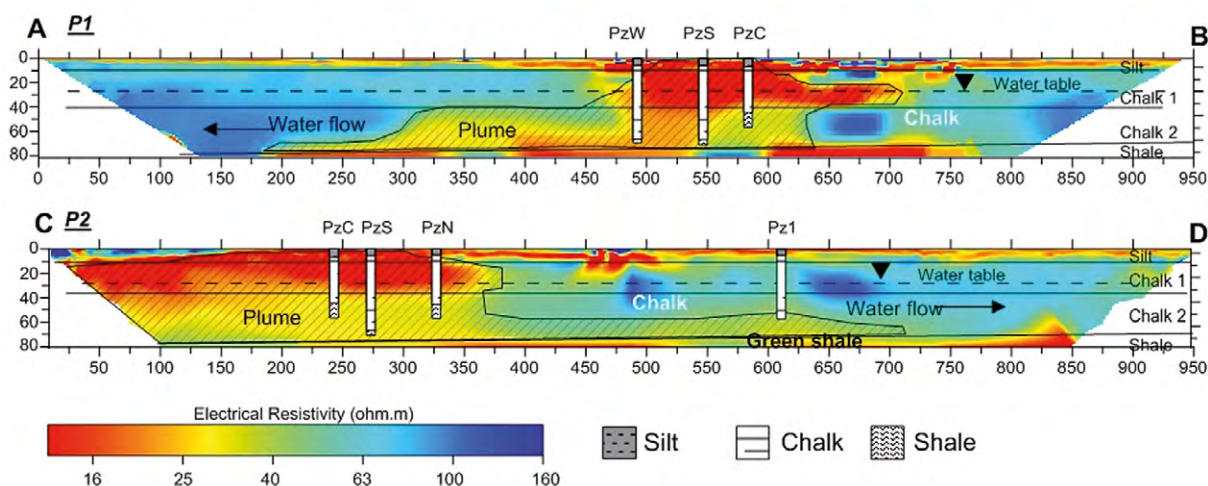
- Les **techniques de biologie moléculaire** permettent de déterminer les processus de biodégradation de la pollution lorsqu'elles mettent en évidence une activité de biodégradation par des microorganismes spécifique. Les investigations sont réalisées à partir d'échantillons de sol ou d'eau prélevés sur site sur lesquels sont réalisés l'extraction et l'analyse des composants moléculaires d'une cellule (ADN, ARN ou protéines). Les résultats interprétés fournissent des informations sur l'activité des microorganismes responsable de la biodégradation du polluant.
- Les **outils isotopiques** mettent en évidence ou estiment les phénomènes de dégradation des composés organiques. Ils déterminent à travers un prélèvement de sol, d'eau ou d'air les rapports entre les différents isotopes des polluants. Ils permettent également de distinguer différents phénomènes (dilution, volatilisation, dispersion, transformation abiotique ou biodégradation). Ces outils complètent les analyses chimiques classiques en donnant des informations supplémentaires sur le polluant et son état.
- Les **techniques de séparation chimique** caractérisent la spéciation chimique (état de valence et/ou complexation) des éléments traces métalliques qui peuvent présenter des formes différentes. Les résultats des analyses sur des prélèvements de sol ou d'eau donnent une réponse quantitative complémentaire aux analyses chimiques classiques. Ces techniques informent de manière directe sur les concentrations des différentes formes chimiques des éléments.

- Les **techniques d'analyse ou de mesure de terrain**, comme la pXRF, ou les essais d'extraction de gaz du sol, permettent d'obtenir des informations sur la présence (résultats qualitatifs) et la quantité (résultats semi-quantitatifs à quantitatifs) de certains polluants pendant la phase de terrain. Certaines investigations peuvent être non intrusives ou être réalisées sur des prélèvements de sol, d'eau ou d'air à l'issue de la phase d'échantillonnage. D'autres sont intrusives et nécessitent l'insertion d'une sonde dans le sol à l'aide d'un système de forage direct. Le recours à un laboratoire d'analyses pour analyses chimiques classiques accréditées permet de valider les résultats sur certains échantillons.

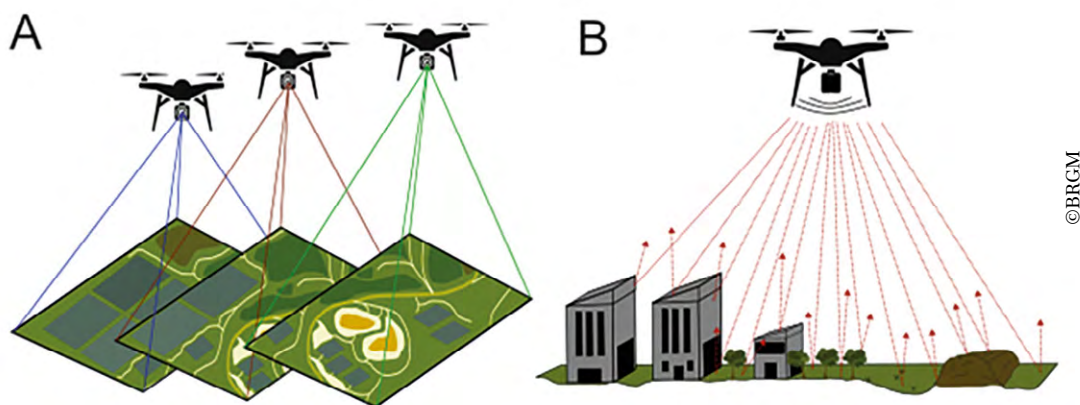
- Certaines **méthodes de caractérisation des microplastiques** peuvent être combinées comme la FTIR, le μRAMAN et la Pyrolyse GC-MS sur les sites où une pollution par les microplastiques est avérée ou suspectée afin d'identifier la nature chimique, la quantité et l'état de vieillissement des microplastiques présents.

Quelles sont l'extension et la répartition de la pollution ?

- Les **techniques géophysiques** permettent de déterminer l'extension latérale et verticale des polluants dans le sol et dans la nappe à partir des variations de propriétés physiques, sous réserve d'avoir un contraste suffisant entre la pollution et l'encaissant. Les investigations physiques classiques avec l'échantillonnage des milieux considérés complètent les informations fournies par la géophysique.
- Les **méthodes de télédétection aéroportée** permettent de modéliser finement le relief du terrain, révélant les zones favorables à l'accumulation ou au transfert de polluants. L'observation indirecte de l'évolution de la végétation et des mouvements de terrain peut aussi fournir des indices indirects sur la présence de pollution pouvant offrir une vision globale de l'extension de la contamination en complément de l'échantillonnage.
- Les **biotests** ou **bioessais** dits de court-terme c'est-à-dire identifiant une exposition aiguë permettent d'identifier sur une grande surface les zones qui méritent le plus d'attention pour le diagnostic. Ces techniques de laboratoire standardisées exposent des organismes à des sols ou eaux prélevées sur site. La différence de réaction des organismes selon les zones prélevées aide à la localisation des investigations pour des analyses chimiques classiques.



Tomographie de résistivité électrique 3D pour localiser une contamination par des DNAPL autour d'un lotissement.



Principe de fonctionnement des techniques de télédétection aéroportée (A : Photogrammétrie, B : LiDAR).

- Le **phytoscreening** détermine l'extension de la pollution dans le sol et dans la nappe à partir d'échantillons de bois prélevés sur des arbres ou arbustes. Les investigations sont rapides, peu coûteuses et non-invasives. Les résultats donnent une mesure semi-quantitative de la pollution, sur la profondeur des racines. Cette technique est un outil d'aide dans le choix d'implantation de sondages et piézomètres.
 - Les **extractions uniques et séquentielles** caractérisent la spéciation des éléments traces métalliques en regardant leur association avec les différentes phases porteuses du sol. À travers une ou plusieurs mises en solution de fractions solides spécifiques. Ces techniques, complémentaires aux analyses chimiques classiques, informent sur la répartition des éléments traces métalliques dans les différentes phases du sol et donc sur leur mobilité dans les conditions du milieu (disponibilité environnementale) et leur potentiel de mobilité si les conditions varient.
 - Les **techniques de caractérisation minéralogique** sont des techniques d'imagerie ou d'analyse globale qui peuvent indiquer la répartition des éléments traces dans les minéraux présents. Les résultats obtenus peuvent être utilisés comme données d'entrée à la modélisation géochimique pour prédire la mobilité de certains éléments.
 - Les **outils géostatistiques** sont un outil d'interprétation rapide et poussé de l'ensemble des données disponibles obtenues par une ou plusieurs techniques, sous réserve qu'elles soient suffisamment nombreuses. Ils permettent de produire des cartes d'incertitudes sur la connaissance d'une pollution étudiée dans le sol ou dans la nappe et ainsi aider dans le choix d'implantation de sondages ou piézomètres complémentaires. Les données d'entrées peuvent être ponctuelles (résultats d'analyses) ou bi voire tridimensionnelles (résultats d'investigations géophysiques).
 - Les **techniques d'analyse ou de mesure de terrain** permettent d'obtenir des informations sur la présence (résultats qualitatifs) et la quantité (résultats semi-quantitatifs à quantitatifs) de polluants pendant la phase de terrain. Les investigations peuvent être non intrusives ou être réalisées sur des prélèvements de sol, d'eau ou d'air à l'issue de la phase d'échantillonnage. Le recours à un laboratoire d'analyses pour analyses chimiques classiques accréditées permet de valider les résultats sur certains échantillons. Parmi les techniques innovantes, la **pXRF** quantifie les polluants inorganiques à partir d'un prélèvement de sol et les **essais d'extraction des gaz du sol** permettent de localiser les pollutions organiques au sein de la zone non saturée à partir d'une extraction des gaz du sol pilotée en temps réel. Parmi les techniques éprouvées, la **MIP** permet de caractériser en temps réel l'extension verticale et horizontale d'une pollution par des COV et hydrocarbures dans les sols et gaz du sol. Le **PID** détecte principalement les COV dans l'air ambiant ou les gaz du sol, permettant d'identifier en temps réel les zones impactées en surface ou en sous-sol peu profond.
 - Les **outils de caractérisation haute résolution de la nappe et les échantillonneurs passifs** permettent de tirer le meilleur parti des forages existants en réalisant un ou des prélèvements ponctuels sur une plage de profondeur donnée qui informent sur l'extension verticale du panache de pollution dans la nappe et permettent une meilleure caractérisation chimique verticale.
 - Certaines **méthodes de caractérisation des microplastiques** peuvent être combinées comme la FTIR, le μ RAMAN et la Pyrolyse GC-MS sur les sites où une pollution par les microplastiques est avérée ou suspectée afin d'identifier la nature chimique, la quantité et l'état de vieillissement des microplastiques présents sur un site et ainsi déterminer l'ampleur et l'extension de la pollution.
- Quelle est l'origine de la pollution ?**
- Les **techniques géophysiques** permettent d'identifier, à partir des variations de propriétés physiques des objets enfouis (cuves, réseaux, déchets) qui peuvent être à l'origine de source de pollution (sous réserve d'avoir un contraste suffisant entre la cible et son encaissant). Les investigations sont non-intrusives et leur rendement est optimal sur de grandes surfaces.
 - Les **outils isotopiques** permettent d'identifier la source de polluants dans les sols ou les eaux souterraines. Grâce aux différences de rapports isotopiques, ils permettent de distinguer les sources naturelles des sources anthropiques ou différentes sources industrielles mais aussi d'identifier l'origine d'une molécule organique (produit initial ou métabolite de dégradation). Ces outils interviennent en complément des analyses chimiques en forensie.
 - La **dendrochimie** apporte des informations sur l'historique de la pollution à partir de carottes de bois prélevées sur des arbres. Les investigations sont rapides, peu invasives et donnent une mesure semi-quantitative de la pollution. Cette technique complète les techniques chimiques classiques en

analysant des marqueurs chimiques de certains polluants dans les cernes du bois pour dater des pics de pollution.

- Les **essais d'extraction des gaz du sol** permettent de localiser une ou plusieurs sources de pollutions organiques volatiles ou de mercure (Hg^0) au sein de la zone non saturée grâce à une extraction des gaz du sol pilotée en temps réel. L'interprétation des résultats donne une information spatiale sur la source de pollution, potentiellement en zone inaccessible.

LE DIAGNOSTIC PERMET DE CARACTÉRISER CERTAINS IMPACTS DE LA POLLUTION SUR LES MILIEUX

Quelle est la biodisponibilité/bioaccessibilité des polluants et les transferts potentiels ?

- Les **outils isotopiques** sont un indicateur pour la biodisponibilité. Ils étudient à travers un prélèvement de sol, d'eau ou d'air le phénomène de dégradation des polluants par les microorganismes. Ces outils interviennent en complément des analyses chimiques et donnent une information indirecte via l'état de dégradation des polluants.
- Les **bioindicateurs d'accumulation** sont des outils de terrain qui visent à évaluer la biodisponibilité et l'accumulation des polluants du sol dans les organismes vivants (animaux ou végétaux). La mesure de ces bioindicateurs se fait en laboratoire ou *in situ* et les résultats des investigations renseignent de manière qualitative sur l'état du sol en place et de manière quantitative sur les risques de transfert des contaminants vers l'écosystème. Ils permettent de cibler les zones où le risque de transfert et de bioaccumulation est le plus important.
- La **bioaccessibilité orale** dans les sols est une méthode analytique en laboratoire permettant d'évaluer la biodisponibilité des polluants pour l'être humain. Elle permet de quantifier la fraction de polluant capable d'être réellement assimilée par l'organisme. L'évaluation des expositions et des risques est ainsi affinée et permet une optimisation de la gestion des sites. Une méthode d'analyse simplifiée avec acide chlorhydrique (HCl) permet d'estimer la bioaccessibilité orale en tant que démarche exploratoire à moindre coût afin de choisir les échantillons de sol à valider par une méthode normalisée dite « UBM » plus proche des conditions physiologiques mais plus longue et plus coûteuse.

- Les **techniques de séparation chimique** caractérisent la spéciation chimique (état de valence et/ou complexation) des éléments traces métalliques qui peuvent présenter des formes différentes. Ces techniques, en complément de l'analyse de la teneur totale, informent sur les interactions et l'affinité du polluant pour les autres constituants du sol et donc sur sa biodisponibilité et la bioaccessibilité mais aussi sur l'accumulation du polluant dans les denrées alimentaires.

- Les **techniques de caractérisation minéralogique** sont des techniques d'imagerie ou d'analyse globale qui peuvent indiquer la répartition des éléments traces métalliques dans les minéraux présents. Les résultats obtenus peuvent être utilisés comme données d'entrée à la modélisation géochimique pour expliquer des variations de bioaccessibilité orale des éléments traces métalliques dans les sols et appréhender des gammes faibles ou fortes de bioaccessibilité.

Quelle est la toxicité des polluants ou de la matrice sur l'être humain et l'environnement ?

- Les **techniques de biologie moléculaire** permettent de connaître les populations de microorganismes naturellement présentes. La diversité et l'abondance des microorganismes fournissent ainsi des informations sur l'impact de la pollution sur la biodiversité. Les prélèvements sur site de sol, d'eau, d'air ou de déchets sont complémentaires aux prélèvements pour analyse microbiologique classique.
- Les **biotests ou bioessais** permettent de quantifier les effets écotoxicologiques d'une pollution sur une population d'organismes. Ces essais en laboratoire sur des prélèvements de sol sont standardisés et peuvent être qualitatifs ou quantitatifs.
- Les **techniques de séparation chimique** caractérisent la spéciation chimique (état de valence et/ou complexation) des éléments traces métalliques qui peuvent présenter des formes différentes. Ces techniques, complémentaires aux analyses chimiques classiques, informent sur les concentrations des différentes formes chimiques et donc sur la toxicité et le choix de la VTR (valeur toxicologique de référence spécifique à la forme chimique) à utiliser et permettent de mieux appréhender les risques sanitaires. De même, ces techniques permettent de choisir les données écotoxicologiques spécifiques et les concentrations sans effet prévisible pour l'environnement associées à la forme chimique en présence.



Les bioindicateurs évaluent la biodisponibilité et l'accumulation des polluants du sol dans les organismes vivants.

GESTION DE LA POLLUTION (DÉPOLLUTION)



DESCRIPTION DE L'ÉTAPE « DÉPOLLUTION »

L'étude de différents scénarios de gestion d'une pollution est réalisée dans le cadre du plan de gestion (PG). Ce document définit plusieurs stratégies de réhabilitation à appliquer, adaptées aux spécificités de la pollution et du site (localisation, forme chimique et distribution des polluants, contraintes techniques et économiques). Ces scénarios de gestion peuvent intégrer plusieurs actions : dépollution, mesures constructives, restrictions d'usage milieux, ou encore adaptation du projet d'aménagement. Ils sont comparés dans un Bilan Coût-Avantage sur la base de différents critères (technique, sanitaire, environnemental, économique, socio-politique...).

Le Plan de Conception des Travaux (PCT) permet de valider techniquement le ou les scénarios retenus au plan de gestion pour traiter la ou les sources de pollution. Cette phase repose sur la mise en œuvre d'essais de faisabilité des techniques de dépollution envisagées (mesures en laboratoire, mesures sur le terrain, essais pilote...).

Ce chapitre présente différents outils permettant d'orienter le choix de la technique de dépollution lors de l'élaboration du plan de gestion ou du plan de conception des travaux, de gérer une pollution ou de suivre ces opérations de dépollution.

TECHNIQUES UTILISABLES ET RÉPONSES APPORTÉES LORS DE L'ÉTAPE « DÉPOLLUTION »

CERTAINES TECHNIQUES PERMETTENT DE COMPLÉTER LA CONNAISSANCE DU SITE ET DE LA POLLUTION EN VUE D'ORIENTER ET DE VALIDER LE CHOIX DE LA TECHNIQUE DE DÉPOLLUTION

Des techniques permettent de compléter le diagnostic du site et de la pollution. Elles sont présentées dans la fiche étape 1.

Les caractéristiques du sol et des polluants permettent-elles d'envisager le recours à des techniques biologiques ?

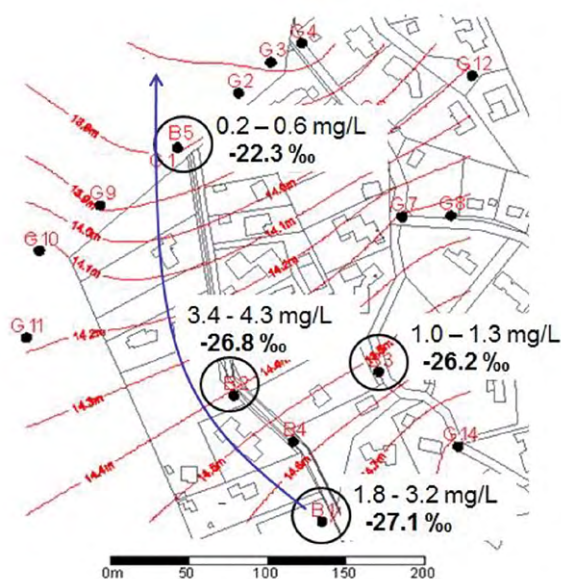
- Les **méthodes de biologie moléculaire** permettent d'identifier et quantifier la présence et l'activité de microorganismes impliqués dans des processus de biodégradation, sous réserve de connaître ces processus. Les investigations sont réalisées à partir d'échantillons de sol ou d'eau prélevés sur site sur lesquels sont réalisés l'extraction et l'analyse des composants moléculaires d'une cellule (ADN, ARN ou protéines). Les résultats interprétés donnent une information complémentaire aux analyses chimiques en permettant d'adapter la technique de dépollution au processus réel de biodégradation.
- Les **phytotechnologies** étudient la possibilité de phytomanagement par les plantes en place ou par des plantes d'apport. Le phytomanagement peut consister à stabiliser le sol pour éviter l'envol de poussières ou l'érosion hydrique (phytostabilisation), à extraire le polluant pour le détruire ou le réutiliser (phytoextraction et phytomining) ou à limiter le transfert des polluants vers les plantes pour produire de la biomasse à vocation non-alimentaire sur des sols pollués. Ces phytotechnologies sont basées sur la phytodisponibilité de la pollution c'est-à-dire le transfert effectif des polluants vers les végétaux. Les résultats d'analyses réalisées sur des feuilles prélevées sur site estiment l'accumulation des polluants dans les plantes. Ces techniques rapides, peu coûteuses et

non-intrusives permettent d'évaluer l'efficacité *a priori* d'une technique par phytomanagement (par phytoextraction ou phytostabilisation).

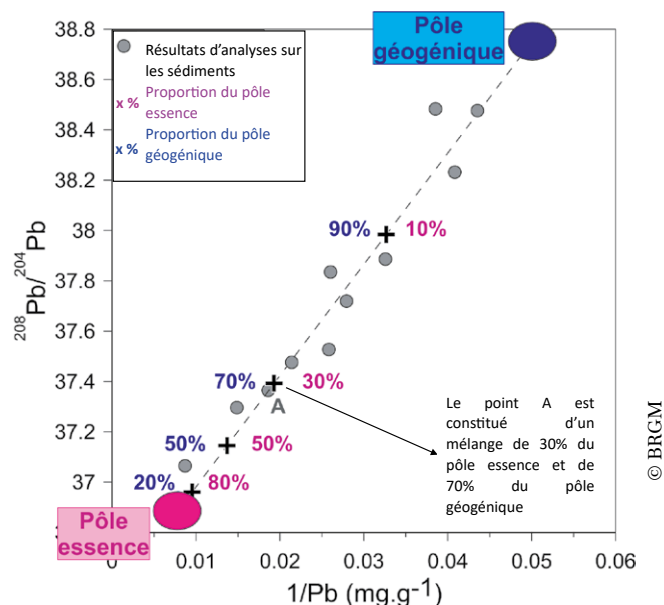
- Les **essais d'extraction des gaz du sol** renseignent, grâce aux mesures physiques et chimiques effectuées sur site ($T^{\circ}C$, O_2 , CO_2 , CH_4 , H_2S , etc.), sur l'existence ou non d'une activité biologique associée aux pollutions organiques au sein de la zone non saturée. L'interprétation des résultats des essais de prélèvement de gaz du sol donne une information indirecte du potentiel de biodégradation des microorganismes (consommation d'oxygène, augmentation de la température).

Les essais de faisabilité des techniques sélectionnées donnent-ils des résultats satisfaisants ?

- Les **techniques de biologie moléculaire** permettent de quantifier l'activité des microorganismes impliqués dans des processus de biodégradation, lors d'essais de faisabilité. Les investigations sont réalisées à partir d'échantillons de sol ou d'eau prélevés lors des essais sur site ou en laboratoire. Les composants moléculaires d'une cellule (ADN, ARN ou protéines) sont extraits et analysés. Les résultats interprétés donnent une information complémentaire aux analyses chimiques qui informent sur les concentrations en polluants et en métabolites. Ces méthodes permettent d'adapter la technique de dépollution au processus réel de biodégradation et de valider la faisabilité de la technique choisie.
- Les **outils isotopiques** déterminent les rapports entre différents isotopes des composés organiques ou des éléments traces métalliques. Ils étudient à travers un prélèvement d'eau ou de sol le phénomène de dégradation des polluants



© Blessing (2008) - ATTENA



© BRGM

Les outils isotopiques orientent les techniques de dépollution en informant sur le processus de dégradation du polluant : sur le site présenté, a) la diminution de la concentration en PCE dans le panache est accompagnée b) d'un enrichissement isotopique.

organiques. Ces outils interviennent en complément des analyses chimiques et donnent une information sur l'état de dégradation des polluants ce qui permet d'améliorer la connaissance sur le processus de dégradation et d'adapter voire valider la technique de dépollution. De plus, une approche multi-isotopique permet d'identifier la voie de biodegradation d'un composé organique.

- Les **biotests ou bioessais** sont des techniques de laboratoire standardisées exposant des organismes à des sols ou eaux prélevés sur site. Les résultats des essais quantifient les effets toxicologiques de la pollution sur ces organismes et permettent d'évaluer l'efficacité du traitement de manière complémentaire à des résultats d'analyses chimiques.
- Les **techniques de séparation chimique** caractérisent la spéciation chimique (état de valence et/ou complexation) des éléments traces métalliques qui peuvent présenter des formes différentes. Ces outils, complémentaires aux analyses chimiques classiques, donnent une information sur les concentrations des différentes formes chimiques des éléments ce qui permet d'évaluer si les éléments traces métalliques ont évolué vers des formes plus stables et/ou moins toxiques et d'adapter voire valider la technique de dépollution.
- Les **techniques de caractérisation minéralogique** sont des techniques d'imagerie ou d'analyse globale qui peuvent indiquer la répartition des éléments traces métalliques dans les minéraux présents. Leur utilisation sur des prélèvements de sol permet d'observer une modification de la répartition des éléments traces métalliques vers des formes plus stables ou la stabilisation ou l'élimination des minéraux réactifs et

ainsi d'évaluer l'efficacité des solutions de traitement mises en œuvre.

- Les **techniques d'analyse ou de mesure de terrain** comme la **pXRF** ou les essais d'extraction de gaz du sol, le **PID** ou la **MIP** permettent d'obtenir des informations sur la présence (résultats qualitatifs) et la quantité (résultats semi-quantitatifs à quantitatifs) de certains polluants et ainsi de suivre en temps réel l'évolution des essais pilotes. Les investigations peuvent être non intrusives ou être réalisées sur des prélèvements de sol, d'eau ou d'air à l'issue de la phase d'échantillonnage. Le recours à un laboratoire d'analyses pour analyses chimiques classiques accréditées permet de valider les résultats sur certains échantillons. La **pXRF** quantifie les polluants inorganiques à partir d'un prélèvement de sol. La **MIP** permet de caractériser en temps réel l'extension verticale et horizontale d'une pollution par des COV dans les sols et gaz du sol. Le **PID** détecte principalement les COV dans l'air ambiant ou les gaz du sol. Le **couplage des mesures de terrains avec des outils géostatistiques** permet l'obtention très rapide de cartographies ou d'estimation de quantités et apporte un indice de fiabilité important à ces résultats.
- Les **outils de caractérisation haute résolution de la nappe et les échantillonneurs passifs** permettent de tirer le meilleur parti des forages existants en mesurant un paramètre physico-chimique ou en réalisant un prélèvement ponctuel sur une plage de profondeur donnée. Les informations fournies aident au choix des zones à traiter en priorité (localisation de la pollution, flux d'eau et perméabilité) et donc sur le type de traitement à réaliser et permet un suivi de l'essai de faisabilité précis verticalement.

DES TECHNIQUES INNOVANTES ET ÉPROUVÉES PERMETTENT LA GESTION D'UNE POLLUTION

Comment gérer la pollution ?

- Les **phytotechnologies** étudient la possibilité de phytomanagement par les plantes en place ou par des plantes d'apport. Le phytomanagement peut consister à stabiliser le sol pour éviter l'envol de poussières ou l'érosion hydrique (phytostabilisation), à extraire le polluant pour le détruire ou le réutiliser (phytoextraction et phytomining) ou à limiter le transfert des polluants vers les plantes pour produire de la biomasse à vocation non-alimentaire sur des sols pollués. Des essais pilotes de ces techniques peu coûteuses et non-intrusives sont nécessaires pour évaluer l'efficacité d'une réhabilitation par phytomanagement (par phytoextraction ou par phytostabilisation).
- Le **balayage par fluides non-newtoniens** est une technique de dépollution *in situ* qui concerne les eaux souterraines et les sols, en zone saturée ou non saturée. Cette technique vise à extraire les polluants organiques en phase liquide du sol de manière homogène en utilisant des fluides non-newtoniens rhéofluidifiants comme des mousses ou des gels pour lesquels la viscosité varie avec la lithologie. Ces fluides non-newtoniens ne sont pas toxiques pour l'être humain ni pour l'environnement dans les conditions dans lesquelles ils sont utilisés. Le mécanisme de dépollution est physique et consiste à accéder à toute la pollution, la désorber et à déplacer mécaniquement et de manière homogène le polluant pur et les eaux contaminées vers un point d'extraction.
- L'**électro-biorémediation (EBR)** est une méthode de dépollution *in situ* des nappes phréatiques (zones sources ou panaches de pollution), combinant électrochimie et réaction de Fenton. Elle utilise des électrodes spéciales pour générer *in situ* des oxydants puissants (radicaux hydroxyles $\cdot\text{OH}$), capables de dégrader de nombreux polluants organiques jusqu'à leur minéralisation complète. Elle est utilisable uniquement en zone saturée, sans limite de profondeur.

Comment suivre la dépollution ?

- Certaines **méthodes géophysiques** permettent de suivre l'extension et les concentrations des polluants du panache de pollution à travers l'évolution de paramètres physiques. Ces techniques sont utilisables à condition d'avoir un contraste suffisant et de connaître les processus de dégradation impliqués et leur influence sur le milieu. Les investigations sont non-intrusives et il est possible de réaliser le suivi à distance. L'information fournie est continue spatialement et semi-quantitative. Elle est à coupler avec des analyses chimiques des eaux du panache qui donnent des informations ponctuelles et quantitatives.
- Les **méthodes de télédétection aéroportée** permettent de suivre la dépollution sur site en cartographiant précisément les zones excavées ou traitées et en quantifiant les volumes de terre déplacés. Le **LiDAR** détecte les variations topographiques liées aux terrassements ou aux travaux de confinement. La **photogrammétrie** aide à observer l'évolution du couvert végétal, révélateur d'une reprise de l'activité biologique ou de rémanence de pollution. Enfin, leur usage répété dans le temps offre un suivi visuel comparatif de l'évolution du site.
- Les **techniques de biologie moléculaire** permettent de suivre les processus de biodégradation en quantifiant l'activité des microorganismes impliqués, sous réserve de connaître ces processus. Les investigations sont réalisées à partir d'échantillons ponctuels de sol ou d'eau prélevés sur site sur lesquels sont réalisés l'extraction et l'analyse des composants moléculaires d'une cellule (ADN, ARN ou protéines). Les résultats interprétés donnent une information complémentaire aux analyses chimiques en permettant de suivre l'activité de biodégradation. Il est ainsi possible de connaître la surface impactée par la dépollution mais également de surveiller les métabolismes en place.
- Les **outils isotopiques** déterminent les rapports entre différents isotopes des composés organiques. Ils étudient à travers un prélèvement d'eau ou de sol le phénomène de dégradation des polluants organiques. De manière complémentaire aux analyses chimiques qui regardent l'évolution des teneurs et concentrations, ces outils donnent une information sur l'état de dégradation des polluants ce qui permet d'adapter voire valider la technique de dépollution.
- Les **biotests ou bioessais** sont des techniques de laboratoire standardisées exposant des organismes à des sols ou eaux prélevés sur site. Les résultats des essais quantifient les effets toxicologiques de la pollution sur ces organismes et permettent d'évaluer l'efficacité du traitement de manière complémentaire à des résultats d'analyses chimiques.
- Les **techniques de séparation chimique** caractérisent la spéciation chimique (état de valence et/ou complexation) des éléments traces métalliques qui peuvent présenter des formes différentes. À l'aide de mises en solution de fractions solides, les analyses sur des prélèvements de sol ou d'eau donnent une réponse quantitative complémentaire aux analyses chimiques classiques. Ces techniques informent de manière directe sur les concentrations des différentes formes chimiques des éléments et permettent d'évaluer s'ils ont évolué vers des formes plus stables (forme chimique) dans l'environnement.
- Les **extractions uniques et séquentielles** caractérisent la spéciation des éléments traces métalliques en regardant leur association avec les différentes phases porteuses du sol. À travers une ou plusieurs mises en solution de fractions solides spécifiques, ces techniques, complémentaires aux analyses chimiques classiques, permettent d'évaluer si les éléments traces métalliques ont évolué vers des formes plus stables (mobilité) dans l'environnement.
- Les **techniques de caractérisation minéralogique** sont des techniques d'imagerie ou d'analyse globale qui peuvent indiquer la répartition des éléments traces métalliques dans les minéraux présents. Leur utilisation permet d'observer une modification de la répartition des éléments traces métalliques vers des formes plus stables ou la stabilisation ou l'élimination des minéraux réactifs et ainsi d'évaluer l'efficacité des solutions de traitement mises en œuvre.
- Les **techniques d'analyse ou de mesure de terrain** permettent d'obtenir des informations sur l'évolution des teneurs ou concentrations en polluants (résultats semi-quantitatifs à quantitatifs) pendant la phase de terrain. Les investigations permettent d'affiner la précision de maillage pour le choix de



Matériel nécessaire au prélèvement, tamisage et mesure sur site avec la technique pXRF.

la filière d'élimination, d'optimiser le volume de déblais/terres à traiter en attendant les résultats d'analyses en laboratoire ou de contrôler les objectifs de réhabilitation à l'avancement pour limiter les coûts d'immobilisation du matériel de chantier. Parmi les techniques de terrain, la **pXRF** quantifie les polluants inorganiques à partir d'un prélèvement de sol et les **essais d'extraction des gaz du sol** permettent d'évaluer l'efficacité du traitement avec les mesures pré-traitement et post-traitement de paramètres physiques et chimiques (pollutions organiques volatiles et Hg^0). La **MIP** permet de caractériser en temps réel l'extension verticale et horizontale d'une pollution par des COV dans les sols et gaz du sol. Le **PID** détecte principalement les COV dans l'air ambiant ou les gaz du sol. Le **couplage des mesures de terrains avec des outils géostatistiques** permet l'obtention très rapide de cartographies ou d'estimation de quantités et apporte un indice de fiabilité important à ces résultats.

- Les **outils géostatistiques** sont un outil d'interprétation rapide et poussé de l'ensemble des données disponibles obtenues par une ou plusieurs techniques, sous réserve qu'elles soient suffisamment nombreuses. Ils permettent de produire des cartes d'incertitudes sur la connaissance d'une pollution étudiée dans le sol ou dans la nappe et ainsi aider dans le

choix d'implantation de sondages ou piézomètres complémentaires. Les données d'entrées peuvent être ponctuelles (résultats d'analyses) ou bi voire tridimensionnelles (résultats d'investigations géophysiques).

- Les **outils de caractérisation haute résolution de la nappe et les échantillonneurs passifs** permettent de tirer le meilleur parti des forages existants en réalisant un ou des prélèvements ponctuels sur une plage de profondeur donnée qui informent sur l'extension verticale du panache de pollution dans la nappe et permettent une meilleure caractérisation chimique verticale. La mesure ou le prélèvement sur une plage de profondeur donnée permet également une aide à l'injection de produit réactif ou permet de vérifier l'efficacité du traitement en 3D.
- Concernant les **pollutions aux microplastiques**, certaines **méthodes de caractérisation des microplastiques** comme la spectroscopie FTIR et la pyrolyse GC-MS permettent de quantifier et d'identifier la nature des microplastiques présents avant, pendant et après les opérations de dépollution et ainsi de mesurer l'efficacité des actions de dépollution menées.



Exemple d'échantillonneurs intégratifs passifs de type A) POCIS, B) Chemcatcher®, C) DGT et D) SMPD avec leurs boîtiers et supports de fixation.

SURVEILLANCE ENVIRONNEMENTALE (SUIVI)



DESCRIPTION DE L'ÉTAPE « SURVEILLANCE ENVIRONNEMENTALE »

Une surveillance environnementale peut être mise en œuvre de manière préventive, en contexte post-accidentel, à l'issue des deux démarches de gestion (interprétation de l'état des milieux ou plan de gestion) ou à l'issue d'une cessation d'activité.

Cette surveillance intègre une analyse globale de la situation à travers des prélèvements, mesures, observations et/ou analyses des milieux et conclut sur l'existence d'un éventuel impact ou, le cas échéant, sur l'évolution d'une pollution, préalablement identifiée et en cours de gestion depuis la précédente campagne ou non. L'efficacité des mesures de gestion est évaluée à l'issue des constats.

Les résultats de la surveillance sont interprétés après chaque

campagne de suivi et des actions appropriées sont recommandées en cas de constats d'anomalies (vérification des résultats d'analyse, analyse de doublons d'échantillons, nouvelle campagne de prélèvements et d'analyses, extension du périmètre de surveillance, traitement du milieu concerné).

Cette surveillance permet de vérifier sur le long terme l'efficacité des mesures de gestion mises en œuvre (gestion du risque pour l'environnement, dépollution, dispositions constructives...) et de s'assurer, dans la durée, de la compatibilité effective entre l'état des milieux et leurs usages.

Ce chapitre présente différents outils permettant de concevoir, optimiser et réaliser une surveillance environnementale.

TECHNIQUES UTILISABLES ET RÉPONSES APPORTÉES LORS DE L'ÉTAPE « SURVEILLANCE ENVIRONNEMENTALE »

CERTAINES TECHNIQUES INNOVANTES AIDENT À DÉFINIR LE PROGRAMME DE SURVEILLANCE

Comment concevoir et optimiser le réseau de surveillance ?

- Les **méthodes géophysiques** permettent de décrire le sol (géologie et hydrogéologie locale) à partir des variations de propriétés physiques entre les différentes couches, sous réserve d'avoir un contraste suffisant entre les couches géologiques. Les investigations sont non-intrusives et leur rendement est optimal sur de grandes surfaces. Grâce à une meilleure connaissance du milieu sur des surfaces importantes, les méthodes géophysiques permettent d'optimiser les zones à surveiller. Certaines méthodes permettent également de délimiter l'extension du panache de pollution à travers l'évolution de paramètres physiques s'il existe un contraste suffisant et que les processus de dégradation impliqués et leur influence sur le milieu sont connus. Les investigations sont non-intrusives et il est possible de réaliser le suivi à distance. L'information fournie est continue spatialement et semi-quantitative. Elle est à coupler avec des analyses chimiques des eaux du panache qui donnent des informations ponctuelles et quantitatives.
- Les **méthodes de télédétection aéroportée** permettent de cartographier finement et de manière non-intrusives le relief du terrain, et d'identifier les zones les plus favorables à l'accumulation ou au transfert de polluants. Ces techniques aident à prioriser les zones sensibles ou à risque, permettant d'optimiser le positionnement stratégique des points de mesure et le suivi du site. Leur rendement est optimal sur des sites complexes de grandes surfaces. Ces méthodes sont indirectes et caractérisent le milieu et pas la pollution.
- Les **outils isotopiques** déterminent les rapports entre différents isotopes des composés organiques. Ils étudient à travers un prélèvement d'eau ou de sol le phénomène de dégradation *in situ* des polluants. Ils permettent de prendre des décisions sur la base d'informations tangibles et indépendantes des concentrations en polluants et ainsi d'optimiser le positionnement des piézomètres ou de réduire le nombre et la durée des campagnes de prélèvements et donc le coût de la surveillance.
- Les **bioindicateurs d'accumulation** sont des outils de terrain qui visent à évaluer la biodisponibilité et l'accumulation des polluants du sol dans les organismes vivants (animaux ou végétaux). La mesure de ces bioindicateurs se fait en laboratoire ou *in situ* et les résultats des investigations renseignent de manière qualitative sur l'état du sol en place et de manière quantitative sur les risques de transfert des polluants vers l'écosystème. Ils permettent de cibler les zones où le risque de transfert et de bioaccumulation est le plus important.
- Les **biotests ou bioessais** dits de court-terme c'est-à-dire identifiant une exposition aiguë sont des techniques de laboratoire standardisées exposant des organismes à des sols ou eaux prélevées sur site. Les résultats des essais quantifient les effets toxicologiques de la pollution sur ces organismes. La différence de réaction des organismes selon les zones prélevées permet d'identifier sur une grande surface les zones qui méritent le plus d'attention pour la surveillance environnementale.

- Les **techniques géostatistiques** sont un outil d'interprétation rapide et poussée de l'ensemble des données disponibles obtenues par une ou plusieurs techniques, sous réserve qu'elles soient suffisamment nombreuses. Ils permettent de produire des cartes d'incertitudes sur la connaissance d'un paramètre physique étudié dans le sol ou dans la nappe et ainsi aider dans le choix d'implantation de forages ou piézomètres complémentaires. Le paramètre physique étudié peut être une concentration en polluant, une donnée géologique, ou encore un sens d'écoulement. Les données d'entrées peuvent être ponctuelles (résultats d'analyses) ou bi voire tridimensionnelles (résultats d'investigations géophysiques). **Couplés à des mesures de terrain**, les outils géostatistiques permettent de conduire et de rationaliser une campagne d'investigations (réduction de l'incertitude).

- Les **outils de caractérisation haute résolution de la nappe et les échantillonneurs passifs** permettent de réaliser un prélèvement ou de mesurer un paramètre physico-chimique à une profondeur particulière. La mesure ou le prélèvement sur une plage de profondeur donnée permet de mieux concevoir le réseau et le protocole de surveillance.

LES CAMPAGNES DE SURVEILLANCE CONTRÔLENT L'ÉVOLUTION DE LA POLLUTION DANS LE TEMPS ET L'ESPACE ET SON IMPACT SUR LES MILIEUX

Le polluant est-il encore présent et dans quel état ?

- Les **techniques géophysiques** peuvent être utilisées pour observer l'évolution de panaches de pollution. Elles permettent de suivre l'extension et les concentrations des polluants dans le sol et dans la nappe à partir des variations de propriétés physiques, sous réserve d'avoir un contraste suffisant entre la cible et son encaissant et d'avoir un état de référence acquis lors du diagnostic ou du suivi de dépollution. Les investigations sont non-intrusives et leur rendement est optimal sur de grandes surfaces. L'information fournie est continue spatialement et semi-quantitative. Elle est à coupler avec des analyses chimiques qui donnent des informations ponctuelles et quantitatives.

- Les **techniques de biologie moléculaire** permettent de déterminer les processus de biodégradation de la pollution lorsqu'elles mettent en évidence une activité spécifique de dépollution par des microorganismes. Les investigations sont réalisées à partir d'échantillons de sol ou d'eau prélevés sur site sur lesquels sont réalisés l'extraction et l'analyse des composants moléculaires d'une cellule (ADN, ARN ou protéines). Les résultats interprétés fournissent des informations sur l'activité de ces microorganismes responsable de la biodégradation du polluant.

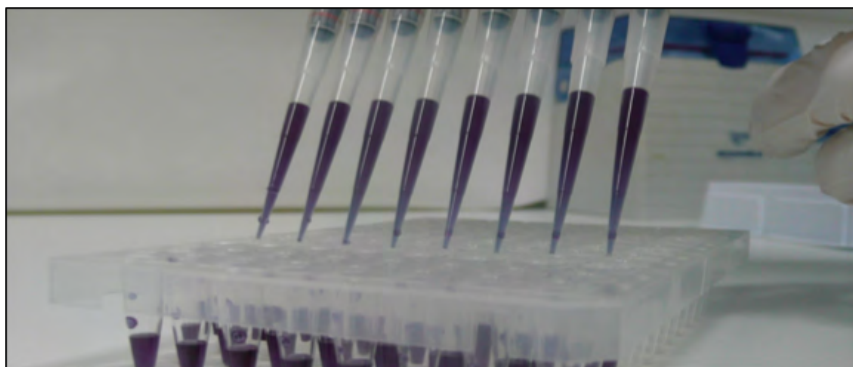
- Les **outils isotopiques** déterminent les rapports entre différents isotopes des composés organiques ou des éléments traces métalliques. Ils étudient à travers un prélèvement d'eau ou de sol le phénomène de dégradation des polluants. Ces outils interviennent en complément des analyses chimiques et donnent une information sur l'état de dégradation des polluants. Une approche multi-isotopique permet d'identifier la voie de biodégradation d'un composé organique.

- Les **techniques de séparation chimique** caractérisent la spéciation chimique (état de valence et/ou complexation) des éléments traces métalliques qui peuvent présenter des formes différentes. Ces outils, complémentaires aux analyses chimiques classiques, donnent une information sur les concentrations des différentes formes chimiques ce qui permet d'évaluer si les éléments traces métalliques ont évolué vers des formes plus ou moins toxiques et/ou plus ou moins stables (forme chimique) dans l'environnement.

- Les **extractions uniques et séquentielles** caractérisent la spéciation des éléments traces métalliques en regardant leur association avec les différentes phases porteuses du sol. À travers une ou plusieurs mises en solution de fractions solides spécifiques, ces techniques, complémentaires aux analyses chimiques classiques, permettent d'évaluer si les éléments traces métalliques ont évolué vers des formes plus stables (mobilité) dans l'environnement.

- Les **outils géostatistiques** sont un outil d'interprétation rapide et poussé de l'ensemble des données disponibles obtenus par une ou plusieurs techniques, sous réserve qu'elles soient suffisamment nombreuses. Ils permettent de produire des cartes d'incertitudes sur la connaissance d'une pollution étudiée dans le sol ou dans la nappe. Les données d'entrées peuvent être ponctuelles (résultats d'analyses) ou bi voire tridimensionnelles (résultats d'investigations géophysiques). Le **couplage des mesures de terrains avec des outils géostatistiques** permet l'obtention très rapide de cartographies ou d'estimation de quantités et apporte un indice de fiabilité important à ces résultats.

- Les **techniques d'analyse ou de mesure de terrain** comme la **pXRF**, le **PID** ou la **MIP** permettent d'obtenir des informations sur la présence (résultats qualitatifs) et la quantité (résultats semi-quantitatifs à quantitatifs) de certains polluants pendant la phase de terrain, et donc sur l'efficacité à long terme des mesures de gestion. Les investigations peuvent être non intrusives ou être réalisées sur des prélèvements de sol, d'eau ou d'air à l'issue de la phase d'échantillonnage.



© Genosol

Les techniques de biologie moléculaire peuvent mettre en évidence une activité spécifique de dépollution par des microorganismes.

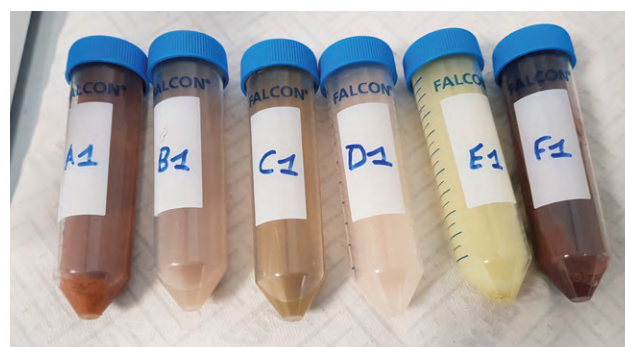
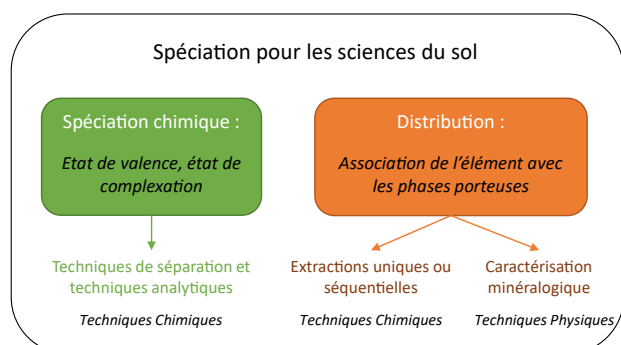
- Les **outils de caractérisation haute résolution de la nappe** et les **échantillonneurs passifs** permettent de réaliser un ou des prélèvements ponctuels sur une plage de profondeur donnée qui informent sur l'extension verticale du panache de pollution dans la nappe et permettent une meilleure caractérisation chimique verticale.
- Concernant les pollutions aux microplastiques, certaines **méthodes de caractérisation des microplastiques** comme la spectroscopie FTIR et la pyrolyse GC-MS permettent d'identifier et quantifier les microplastiques présents dans différents milieux, et ainsi assurent un suivi temporel et spatial de la pollution pour détecter les zones critiques et l'évolution des concentrations.

Quels sont la biodisponibilité/bioaccessibilité des polluants et les transferts potentiels ?

- Les **bioindicateurs d'accumulation** sont des outils de terrain qui visent à évaluer la biodisponibilité et l'accumulation des polluants du sol dans les organismes vivants (animaux ou végétaux). La mesure de ces bioindicateurs se fait en laboratoire ou *in situ* et les résultats des investigations renseignent de manière qualitative sur l'état du sol en place et de manière quantitative sur les risques de transfert des contaminants vers l'écosystème. Ils permettent de cibler les zones où le risque de transfert et de bioaccumulation est le plus important.
- La **bioaccessibilité orale** dans les sols est une méthode analytique en laboratoire permettant d'évaluer la biodisponibilité des polluants pour l'être humain. Elle permet de quantifier la fraction de polluant capable d'être réellement assimilée par l'organisme. L'évaluation des expositions et des risques est ainsi affinée et permet une optimisation de la gestion des sites. Une méthode d'analyse simplifiée avec acide chlorhydrique (HCl) permet d'estimer la bioaccessibilité orale en tant que démarche exploratoire à moindre coût afin de choisir les échantillons de sol à valider par une méthode normalisée dite « UBM » plus proche des conditions physiologiques mais plus longue et plus coûteuse.
- Les **techniques de séparation chimique** caractérisent la spéciation chimique (état de valence et/ou complexation) des éléments traces métalliques qui peuvent présenter des formes différentes. Les résultats des analyses sur des prélèvements de sol ou d'eau donnent une réponse quantitative complémentaire aux analyses chimiques classiques. Ces techniques permettent d'évaluer si les éléments traces métalliques ont évolué vers des formes plus biodisponibles et bioaccessibles aux organismes présents, la biodisponibilité et la bioaccessibilité d'un métal dans les sols dépendant également de sa spéciation.
- Les **extractions uniques et séquentielles** caractérisent la spéciation des éléments traces métalliques en regardant leur association avec les différentes phases porteuses du sol. À travers une ou plusieurs mises en solution de fractions solides spécifiques, ces techniques, complémentaires aux analyses chimiques classiques, informent sur la répartition des éléments traces métalliques dans les différentes phases du sol et donc éventuellement sur la variabilité de biodisponibilité/bioaccessibilité de ces éléments.
- Les **techniques de caractérisation minéralogique** sont des techniques d'imagerie ou d'analyse globale qui peuvent indiquer la répartition des éléments traces métalliques dans les minéraux présents. Leur utilisation permet d'observer une éventuelle modification de la répartition des éléments traces métalliques vers des formes plus stables ou la stabilisation ou l'élimination des minéraux réactifs.

Quelle est la toxicité des polluants ou de la matrice sur l'être humain et l'environnement ?

- Les **techniques de biologie moléculaire** permettent de connaître les populations de microorganismes naturellement présentes. La diversité et l'abondance des microorganismes fournissent ainsi des informations sur l'impact de la pollution sur la biodiversité. Les prélèvements sur site de sol, d'eau, d'air ou de déchets sont complémentaires aux prélèvements pour analyse microbiologique classique.
- Les **biotests ou bioessais** sont des techniques de laboratoire exposant des organismes à des sols pollués prélevés sur site. Les résultats de ces essais quantifient les effets toxicologiques de la pollution sur ces organismes. Ces essais en laboratoire sur des prélèvements de sol sont standardisés et peuvent être qualitatifs ou quantitatifs.
- Les **techniques de séparation chimique** caractérisent la spéciation chimique (état de valence et/ou complexation) des éléments traces métalliques qui peuvent présenter des formes différentes. Les prélèvements de sol ou d'eau donnent une réponse quantitative complémentaire aux analyses chimiques classiques. Ces techniques permettent d'évaluer si les éléments traces métalliques ont évolué vers des formes plus ou moins toxiques et donc de valider l'efficacité ou non des mesures de gestion.



La séparation chimique permet d'évaluer si les éléments traces métalliques ont évolué vers les formes plus ou moins toxiques, ici pour l'arsenic (As) et le chrome (Cr).

FICHES TECHNIQUES INNOVANTES





LA RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE

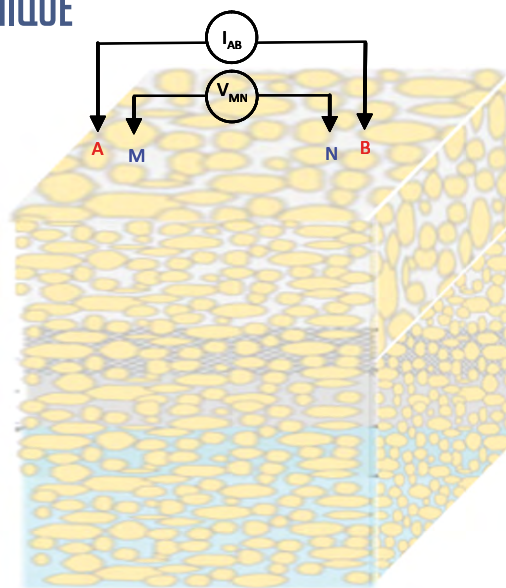
LES MÉTHODES ÉLECTRIQUES À COURANT CONTINU APPLIQUÉES À LA RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE

DESCRIPTION THÉORIQUE DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

La résistivité électrique est un paramètre géophysique qui permet d'apporter des connaissances sur la géologie mais également des informations en 2D ou 3D sur la pollution présente : localisation de source de pollution, délimitation et évolution d'un panache de polluants.

La résistivité électrique peut être mesurée par les méthodes électriques à courant continu. Elle est la propriété d'un matériau à résister au déplacement des charges électriques libres (électrons, ions) sous l'effet d'un champ électrique. Elle se mesure en ohm.m et est fonction de la lithologie (porosité, connectivité des pores) mais également des propriétés des fluides présents.

La méthode électrique à courant continu consiste à injecter dans le sol un courant d'intensité connue entre deux électrodes (A et B) et à mesurer la différence de potentiels électriques entre deux autres électrodes (M et N). Ce dispositif est un quadripôle. La différence de potentiel mesurée reflète les variations spatiales ou temporelles de résistivité électrique du sol. Ces variations de la résistivité sont ensuite traitées et interprétées.



© BRGM

Principe d'acquisition de données de résistivité électrique sur le terrain par méthode électrique à courant continu.

CONTEXTE D'UTILISATION

Les méthodes électriques sont à la fois adaptées pour la connaissance du sous-sol, pour la recherche des pollutions et pour le suivi des opérations de dépollution. De manière générale, elles sont peu adaptées à un contexte urbain et à la présence d'infrastructures enterrées qui perturbent le signal électrique.

La sensibilité de ces méthodes dépend à la fois des concentrations de polluant dans les sols ou les eaux et du volume investigué.

La profondeur maximale d'auscultation dépend de l'espacement entre les électrodes, de la longueur totale du dispositif, de la géologie et du contraste de résistivité entre la cible (polluant ou couche géologique) et son milieu environnant. Plus le dispositif de mesure est étendu en surface, plus la profondeur auscultée est grande mais plus la résolution diminue. La profondeur maximale investiguée peut aller de quelques mètres à plusieurs centaines de mètres.

L'information fournie est continue spatialement et semi-quantitative et doit être complétée par des investigations physiques (fouilles, forages) qui donnent des informations ponctuelles et permettent l'échantillonnage des milieux pour des analyses chimiques quantitatives.

Une étude au cas par cas pour chaque site est nécessaire afin de comprendre le fonctionnement de la dégradation du polluant et pouvoir interpréter les résultats géophysiques.

À quelle étape ?

Les méthodes électriques à courant continu appliquées à la résistivité électrique sont répandues car utilisables à toutes les étapes de gestion d'un site pollué.

Caractérisation du site et de la pollution

Les méthodes de mesure de la résistivité électrique permettent d'améliorer les connaissances du modèle géologique (profondeur des interfaces, hétérogénéité, écoulements préférentiels, fracturation, présence de vides naturels ou artificiels) et hydrogéologique (perméabilité, écoulements). Ce sont les variations de porosité et de nature des grains minéraux qui permettent de distinguer des couches de lithologie contrastée. Les variations de saturation en eau et de composition de l'eau dans le sol permettent de distinguer l'interface entre zone saturée et zone non saturée si elle est assez nette. La zone non saturée apparaît moins conductrice électriquement que la zone saturée (diminution de la saturation en eau).

Les méthodes de mesure de la résistivité électrique sont également adaptées à la recherche d'objets enfouis.

Enfin, les polluants peuvent avoir une influence directe sur la conductivité du fluide interstitiel (concentration ionique) ou sur la porosité connectée des pores. Ainsi, un polluant

LA RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE

pur non miscible et non dégradé se comporte comme un isolant électrique : sa présence dans l'espace poral influe directement sur la conductivité des sols. De part leurs propriétés électriques modifiant la conductivité des sols, ils permettent de localiser des fuites, des sources de pollution ou de définir l'extension de panaches.

Dépollution et suivi environnemental

Les méthodes électriques à courant continu permettent de surveiller l'évolution de la géométrie d'un panache à travers

la modification des propriétés du fluide interstitiel (évolution de la conductivité avec la production de métabolites ioniques, composition du fluide) et de la porosité (précipitations de métabolites, présence de bactéries), témoins de la dégradation des polluants. La comparaison des résultats à un état initial couplée à des analyses chimiques permet d'évaluer la performance du traitement et sa zone d'influence au cours du temps.

POLLUANTS CONCERNÉS

Les méthodes électriques à courant continu appliquées à la résistivité électrique permettent de repérer et suivre les polluants qui modifient les propriétés du fluide interstitiel. Elles sont notamment adaptées pour des sites pollués par des BTEX, HAP, organochlorés, phénols et métaux.

Quelques soient les polluants, ces méthodes s'appliquent pour apporter des connaissances géologiques ou hydrogéologiques sur le sous-sol du site.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel minimum est composé d'une batterie (source d'énergie électrique), d'un résistivimètre (générateur de courant continu et récepteur qui mesure les différences de potentiels électriques), et de quatre électrodes.

Dans la pratique, on recourt à un grand nombre d'électrodes reliées entre elles par un ensemble de flûtes (câbles multiconducteurs) ; l'opérateur choisit les couples d'électrodes d'injection et les couples d'électrodes de mesure.

Matériel pour une campagne de mesure de résistivité électrique : a) Résistivimètre connecté à une flûte de mesure, b) Connexion entre la flûte et l'électrode de mesure, c) Flûte de mesure repliée.



MÉTHODOLOGIE

Le programme de mesures et des zones à investiguer se justifie à partir des données historiques sur le site et sur la pollution et des bases géologiques et hydrogéologiques connues. La réalisation de tests préliminaires est recommandée pour établir les contrastes de résistivité de la cible (polluant ou couche géologique) recherchée. Le programme de mesure est enfin cadré par l'ensemble des objets parasites (infrastructure aérienne ou enterrée, béton armé, rail et tuyau parallèle au profil, cuve métallique, grillage métallique, barbelé mis à la terre, clôture électrique), du contexte urbain ou industriel et de l'accessibilité des lieux. Il détaille la(les) zone(s) étudiée(s), les paramètres d'acquisition (géométrie, échelle et profondeur) et l'implantation des points/profils de mesure. Il peut contenir une modélisation préalable, un mode opératoire et les résultats du test préliminaire ou des mesures préalables s'ils ont été réalisés.

L'acquisition des données sur le terrain doit être effectuée par du personnel compétent (un superviseur géophysicien et un opérateur qualifié). La mesure requiert un

levé topographique dans un système national de coordonnées des profils et des points de mesure. Tout évènement, physique ou temporel, susceptible de perturber la mesure doit être noté et localisé précisément. Il est également important de réaliser certains contrôles lors de l'acquisition comme le bon contact entre les électrodes et le terrain et une mesure de la dérive de la chaîne de mesure dans le temps.

Différentes méthodes d'acquisition existent selon les objectifs :

- Avec la méthode de la tomographie de résistivité électrique (TRE), appelée également panneau électrique, les électrodes sont implantées suivant une ligne droite et peuvent servir alternativement d'électrode d'injection ou de mesure (en configurations dipôle-dipôle, Schlumberger, Wenner α ou Wenner-Schlumberger). C'est la méthode la plus utilisée en surface. Plusieurs tomographies peuvent être réalisées pour couvrir l'ensemble de la zone investiguée.
- Avec la méthode rectangle ou gradient, les électrodes d'injection sont situées à l'extérieur de la zone étudiée, le reste du réseau d'électrodes étant uniquement des électrodes



de mesure. Cette configuration est particulièrement adaptée pour un suivi temporel.

- On utilise la méthode de mise-à-la-masse lorsqu'une électrode d'injection est placée dans la zone conductrice préalablement repérée et la seconde à l'infini (configuration Pôle-Pôle ou Pôle-dipôle). Cette configuration convient particulièrement pour le suivi et la caractérisation du fluide interstitiel.

- Enfin, on utilise la méthode de l'électrode enterrée lorsqu'une électrode d'injection est placée dans un forage repéré et la seconde à l'infini (configuration Pôle-Pôle ou Pôle-dipôle). Cette configuration permet une utilisation plus dirigée du courant électrique si une zone particulière est localisée ou si une zone particulièrement résistante est présente en surface.

Les différentes configurations de mesure classiques sont répertoriées dans le tableau suivant.

Technique d'acquisition	Caractéristiques	Figure
Wenner	Utile pour un environnement électromagnétique bruité, Adapté pour la détection d'objets horizontaux mais peu pour les objets verticaux, Profondeur d'investigation modérée (0.5 x espacement électrodes M et N)	
Dipôle-dipôle	Sensible au bruit électromagnétique environnemental, Bonne résolution horizontale, très sensible aux structures verticales, Profondeur d'investigation inférieure à Wenner	
Wenner-Schlumberger	Adapté aux structures verticales et horizontales, Résolution en sub-surface moyenne, Profondeur d'investigation supérieure à Wenner (80 m pour un dispositif de 500 m de long)	
Pôle-pôle	Très sensible au bruit électromagnétique environnemental, Résolution spatiale la plus basse, Profondeur d'investigation importante	
Pôle-dipôle	Sensibilité moyenne au bruit électromagnétique environnemental, Adapté aux objets verticaux, Profondeur d'investigation supérieure à Wenner, Assez difficile à mettre en œuvre (grande distance entre les électrodes)	

La mise en œuvre et l'interprétation seront différentes selon qu'il s'agit de la caractérisation de la pollution ou bien de la surveillance du phénomène étudié par évolution de la résistivité électrique.

Pour la recherche de source ou de panache, une première étude est réalisée à grande échelle selon un quadrillage pour définir les caractéristiques de l'encaissant non pollué et l'identification de secteurs anormaux. Il est préconisé de cerner les anomalies conductrices ou résistantes observées, ce qui peut conduire à augmenter la surface investiguée. Il existe plusieurs configurations de mesure qui seront choisies en **concertation avec le géophysicien, le spécialiste en environnement et le donneur d'ordre**. Une seconde étude détaillée à petite échelle est ensuite réalisée si besoin. Ces études permettent de donner une description en profondeur en 2D ou en 3D de la résistivité électrique.

Pour la surveillance ou le suivi d'opérations de dépollution, l'installation des équipements géophysiques peut être pérenne avec le lancement des mesures à distance et une télétransmission des données ou bien partielle avec un retour sur site pour réaliser les mesures. Il est conseillé de laisser en place les électrodes de mesure tout au long de la surveillance car le repositionnement est générateur d'erreurs de mesure. Dans le cas où cela n'est pas possible, les précautions nécessaires seront prises pour pouvoir repositionner les électrodes au cm près.

L'analyse des données acquises doit être réalisée au bureau par un géophysicien confirmé. Elle consiste en un prétraitement, un traitement et une interprétation des données. Le prétraitement vise à éliminer les valeurs aberrantes et le traitement consiste à estimer la résistivité électrique vraie du sous-sol par inversion. L'interprétation des données traitées est réalisée en analysant les contrastes de résistivité mesurés ou estimés entre la zone polluée et une partie non polluée connue du site (ou proche du site d'étude) ; dans le cadre d'une surveillance, elle sera menée par rapport à un état de référence. Cette interprétation comprend la confirmation et l'étalonnage des données traitées par des investigations complémentaires permettant une observation directe et quantitative (analyse de sols ou des eaux). En fonction des contrastes, elle peut comprendre une correction de l'influence de la température, de la hauteur de niveau d'eau ainsi que de l'état hydrique du sol, ces paramètres influant sur les résultats de mesure.

Enfin, la **restitution des résultats** varie selon la méthode d'acquisition (modèle 2D ou 3D).



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Investigations

- Technique non destructive et non intrusive,
- Rapidité d'acquisition,
- Mise en œuvre simple,
- Pilotage à distance pour le suivi de dépollution,
- Surfaces importantes à moindre coût.

Résultats d'interprétation

- Technique intégratrice (une valeur en chaque point de l'espace).

INCONVÉNIENTS

Investigations

- Perturbation par la présence d'objets conducteurs enterrés ou proches (béton armé, rails et tuyaux parallèles au profils, cuve métallique, grillage métallique, barbelés mis à la terre, clôture électrique),
- Nécessité d'un contact électrique de qualité avec le sol (difficile en milieu urbain ou industriel en présence d'enrobé ou de plateformes).

Résultats d'interprétation

- Mesure indirecte (sans identification directe),
- Mesure semi-quantitative des polluants (nécessite des investigations complémentaires),
- Interprétation complexe (plusieurs phénomènes peuvent donner le même résultat de mesure),
- Besoin de personnel compétent et expérimenté.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs développés, technique utilisée sur le terrain

La résistivité électrique est de loin le paramètre géophysique le plus couramment mesuré dans le cadre de la gestion des sites et sols pollués.

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

Les délais et coûts associés aux mesures et interprétation sont importants mais à mettre en perspective avec les surfaces investiguées. Les données suivantes donnent un ordre de grandeur mais doivent être adaptées selon la complexité du site.

Pour la tomographie de résistivité électrique, la durée d'acquisition dépend du nombre d'électrodes implantées et du nombre de quadripôles de mesure. Le rendement

moyen pour des sites d'accès facile (sur terrain plat sans végétation ni infrastructures de surface) est de 2 acquisitions tomographiques de 500 mètres par jour (profil de 96 électrodes avec un écartement inter-électrode de 5 m). L'interprétation (prétraitement et traitement) pour un superviseur nécessite 1 jour d'interprétation par jour de terrain, sans compter la rédaction de rapport.

PHASE

INVESTIGATIONS

TRAITEMENT ET INTERPRÉTATION

Délai associé



⌚: jour / ⌚⌚: semaine / ⌚⌚⌚: mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts associés correspondent au temps passé sur le terrain pour 2 opérateurs (1 ingénieur géophysicien et 1 technicien) dont une personne expérimentée ainsi qu'à

l'interprétation par un superviseur. La location de matériel est également un poste de dépense à ne pas oublier (environ 1 000 € pour une semaine).

PHASE

INVESTIGATIONS

TRAITEMENT ET INTERPRÉTATION

Coût associé



€ < 100 € / €€ < 1000 € / €€€ > 1000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] Rapport ADEME - Apports et limitations des méthodes géophysiques dans le cadre de la démonstration de l'atténuation naturelle - Projet ATTENA – PHASE 2 - Juin 2013

[2] Rapport ADEME AGAP – Guide des méthodes géophysiques pour la détection d'objets enfouis sur les sites pollués – Janvier 2017

[3] Géophysique appliquée : Code de bonne pratique – BRGM/CGG/CPGF/LCPC - Mars 1992

[4] Fiche de description de l'US EPA

[5] Norme AFNOR 1999 FD X 31-611-2 - Méthodes de détection et de caractérisation des pollutions - Partie 2 : Guide général pour l'utilisation de méthodes géophysiques en criblage de terrain – Août 1999



LA POLARISATION PROVOQUÉE

DESCRIPTION THÉORIQUE DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

La polarisation provoquée est une technique géophysique qui complète la méthode de résistivité électrique. Elle participe à la description géologique et hydrogéologique. Elle permet également de détecter la migration de certains polluants et de suivre l'activité de biodégradation.

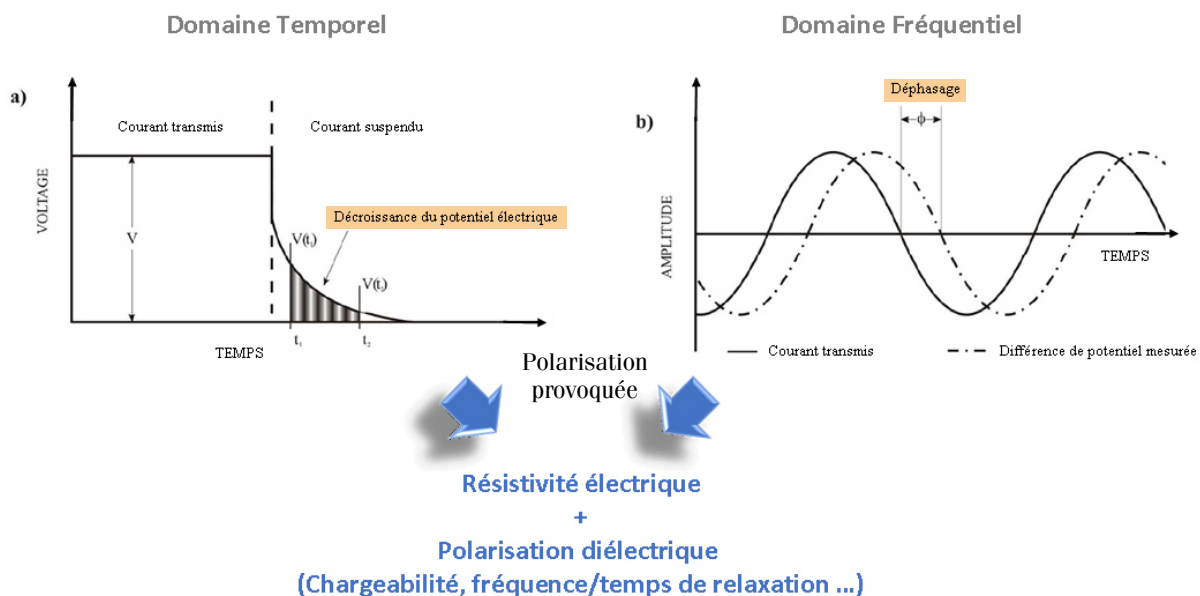
La polarisation provoquée mesure la résistivité électrique complexe d'un matériau ou son inverse, la conductivité électrique complexe. Elle donne des informations sur la capacité du milieu à résister au déplacement des charges électriques (via sa partie réelle) mais aussi sur la capacité du milieu à stocker des charges électriques (via sa partie imaginaire) : c'est l'effet capacitif ou effet de polarisation du milieu.

L'effet de polarisation peut être mesuré de plusieurs manières :

- à partir de la partie imaginaire de la résistivité électrique
- à partir du déphasage entre le signal émis et le signal reçu
- à partir de la chargeabilité du milieu c'est-à-dire du rapport entre le champ électrique induit par l'effet de polarisation et le champ électrique source.

L'effet de polarisation peut être mesuré dans le domaine temporel à partir de la décroissance du signal mesuré après injection du signal ou dans le domaine fréquentiel à partir de la variation de la différence de potentiel rapportée au courant injecté, en fonction de la fréquence de mesure.

C'est l'interprétation des variations de ces paramètres qui permet de conclure sur la mobilité et la dégradation des polluants dans les sols et dans les eaux.



Résultats d'acquisition en polarisation provoquée dans le domaine temporel (a) et dans le domaine fréquentiel (b) [D'après 1].

CONTEXTE D'UTILISATION

Comme toutes les méthodes électriques, cette technique est **peu adaptée à un contexte urbain** et à la présence d'infrastructures enterrées.

La sensibilité et la précision des résultats dépendent à la fois des concentrations et du volume investigué. Il est nécessaire d'avoir un **contraste de chargeabilité suffisant** entre les variations liées à la pollution et celles naturellement présentes dans l'encaissant.

La profondeur maximale d'auscultation dépend de l'espacement entre les électrodes, de la longueur totale du dispositif et des matériaux présents. Plus le dispositif de mesure est étendu en surface, plus la profondeur auscultée

est grande mais plus la résolution diminue. La profondeur maximale investiguée peut aller de 10 m à plusieurs centaines de mètres.

L'information fournie est **continue spatialement et semi-quantitative et doit être complétée par des investigations physiques** (fouilles, forages) qui donnent des informations ponctuelles et permettent l'échantillonnage des milieux pour des analyses chimiques quantitatives.

Une étude au cas par cas est nécessaire pour chaque site afin de comprendre le mécanisme de dégradation du polluant et pouvoir interpréter les résultats géophysiques.

LA POLARISATION PROVOQUÉE

À quelle étape ?

La polarisation provoquée est sensible aux contrastes dans le sous-sol, ce qui la rend utilisable à toutes les étapes de gestion d'un site pollué.

Caractérisation du site et de la pollution lors du diagnostic

La polarisation provoquée peut être utilisée pour distinguer des variations d'argilosité dans les différentes couches lithologiques. En effet, grâce à leur surface spécifique importante, les argiles présentent des valeurs de chargeabilité plus importante que d'autres lithologies.

La mesure de la chargeabilité permet également de localiser et d'identifier la migration de certains polluants qui créent un déséquilibre local partiel (polarisation de membrane). C'est le cas des hydrocarbures qui ferment partiellement les pores du matériau.

POLLUANTS CONCERNÉS

Les polluants qui peuvent être repérés et suivis par la polarisation provoquée sont ceux qui impliquent la discontinuité d'un paramètre physique, généralement des

Suivi des opérations de dépollution et surveillance

La polarisation provoquée est particulièrement adaptée en suivi de dépollution. Une fois le dispositif mis en place, il est possible de répéter autant que nécessaire les mesures *in situ* et suivre à l'échelle du terrain la dégradation du polluant. Au cours de la dégradation des polluants, les produits dérivés peuvent engendrer des variations de chargeabilité électrique de plusieurs %, notamment lors de la précipitation/dissolution de particules métalliques très polarisables. Au cours de la biodégradation des polluants par l'activité microbienne, la surface équivalente du biofilm créé par ces bactéries peut atteindre plusieurs m²/g de sol et créer un effet de polarisation de plusieurs %.

Ces sont ces mêmes propriétés qui sont utilisées lors de la surveillance.

modifications physiques du fluide interstitiel comme les BTEX, HAP, organo-chlorés, phénols et métaux.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel déployé sur le terrain est composé :

- d'une batterie (source d'énergie électrique),
- d'un résistivimètre (générateur de courant continu et récepteur qui mesure les différences de potentiels électriques) équipé pour mesurer l'effet de polarisation dans le domaine temporel (le plus courant) ou fréquentiel,
- d'un ensemble de flûtes (câbles multiconducteurs) connectées aux électrodes plantées dans le sol.

Comme le champ électrique induit est faible en comparaison du champ électrique primaire, il faut veiller à limiter les sources de bruit électrique autant que possible. Ainsi, il est recommandé d'utiliser des électrodes impolarisables.

Électrode impolarisable reliée à un récepteur permettant des mesures de séries temporelles.





MÉTHODOLOGIE

Établissement du programme de reconnaissance à partir des données historiques et de la connaissance topographique et géologique du site. Le programme de reconnaissance détaille la méthode d'acquisition choisie (temporelle ou fréquentielle), la zone étudiée, la configuration de mesure (géométrie, échelle et profondeur) et l'implantation des points/profils de mesure. Il peut contenir une modélisation préalable, un mode opératoire et les résultats du test préliminaire ou des mesures préalables s'ils ont été réalisés.

Acquisition des données sur le terrain

Il est recommandé de faire un premier repérage étendu des variations de résistivité électrique sur le site et de sélectionner à partir de cette première donnée une zone plus resserrée d'étude où le dispositif de polarisation provoquée sera implanté. Les types d'acquisition et les configurations de mesure sont identiques à ceux de la résistivité électrique cependant, la configuration Dipôle-Dipôle est souvent utilisée afin de garantir une bonne qualité de la mesure.

Pour évaluer la qualité des acquisitions, il est recommandé d'utiliser, au moins sur une partie des mesures, un protocole qui permet de vérifier les potentiels réciproques (inversion des électrodes de courant et de potentiel) qui devraient être

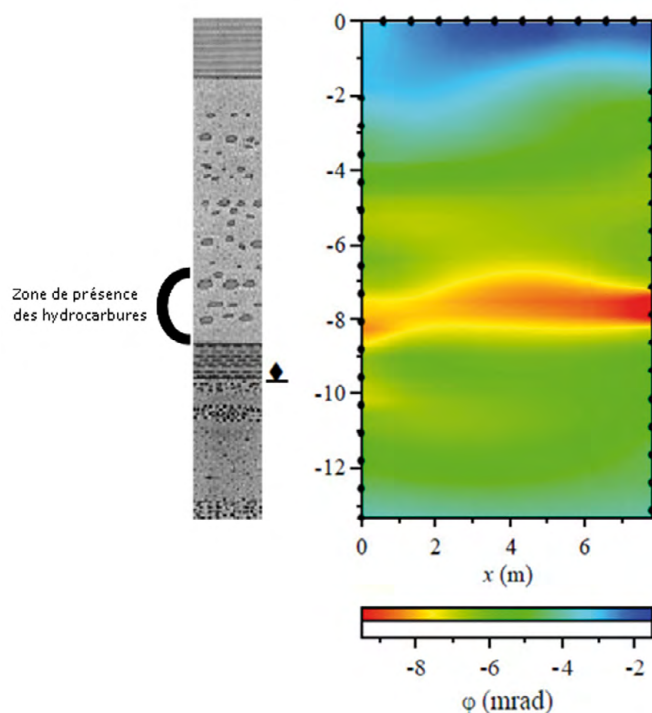
identiques. Par ailleurs, une paire d'électrodes qui a été utilisée comme dipôle d'injection ne doit pas mesurer de potentiel électrique dans les minutes suivantes pour éviter les effets de polarisation d'électrodes.

Dans le cas du suivi d'opérations de dépollution, il est possible de lancer à distance des mesures *in situ* successives.

Traitement et interprétation des données

Des prétraitements sont réalisés pour repérer et supprimer les valeurs aberrantes et pour supprimer le bruit électromagnétique environnemental. Les potentiels réciproques sont également une partie essentielle de la vérification de la qualité des données. Il est ensuite possible d'obtenir la résistivité électrique et la chargeabilité vraies du sous-sol par inversion.

La restitution des résultats varie selon la méthode d'acquisition (modèle 3D pour la tomographie ou paramètres apparents sans inversion pour le rectangle-gradient), mais inclut toujours deux jeux de données parallèles au moins : un pour la résistivité électrique et un autre pour la chargeabilité.



Polarisation provoquée sur un site pollué par des hydrocarbures.



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Acquisition

- Technique intégratrice et non destructive,
- Technique sensible à la nature et à l'état d'un sol,
- Mise en œuvre simple,
- Rapidité d'acquisition,
- Grande profondeur d'investigation,
- Bonne couverture en suivi temporel.

INCONVÉNIENTS

Acquisition

- Nécessité d'un contact électrique de qualité avec le sol (difficile et coûteux en milieu urbain ou industriel),
- Perturbation par la présence de nombreux objets conducteurs enterrés ou à proximité (dalle béton armé, rails et tuyaux parallèles au profils, cuve métallique, grillage métallique, barbelés mis à la terre, clôture électrique),
- Multiplicité de sources à l'origine de signaux mesurés (variation de température, présence de zones boisées).

Interprétation

- Nécessité d'investigations complémentaires ou de mesures directes pour l'interprétation

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs non développés, technique rarement utilisée sur le terrain à l'heure actuelle

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La durée d'acquisition dépend du nombre d'électrodes implantées et du nombre de quadripôles mesurés et du temps d'injection (en domaine temporel) ou de la gamme de fréquence de mesure utilisées (en domaine fréquentiel). Le rendement moyen pour des sites d'accès facile (sur terrain plat, sans végétation ni infrastructures de surface) est de 1 tomographies de 500 mètres par jour. Le rendement est

plus faible que pour la résistivité électrique car la pose des électrodes impolarisables est plus sensible et le temps de mesure peut être doublé en fonction du temps d'injection ou de la gamme de fréquences choisie.

L'interprétation pour un superviseur nécessite 1 jour d'interprétation pour 1 jour de terrain pour une tomographie, sans compter la rédaction de rapport.

PHASE

INVESTIGATIONS

TRAITEMENT ET INTERPRÉTATION

Délai associé



⌚: jour / ⌚⌚: semaine / ⌚⌚⌚: mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts associés correspondent au temps passé sur le terrain pour 2 opérateurs (1 ingénieur géophysicien et 1 technicien) dont une personne expérimentée ainsi qu'à

l'interprétation par un superviseur. La location de matériel est également un poste de dépense non négligeable (environ 1 000 € pour une semaine).

PHASE

INVESTIGATIONS

TRAITEMENT ET INTERPRÉTATION

Coût associé



€ < 100 € / €€ < 1000 € / €€€ > 1000 €

POUR EN SAVOIR PLUS - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] AGAP Fiche de bonne pratique sur la polarisation spontanée

[2] Rapport ADEME - Apports et limitations des méthodes géophysiques dans le cadre de la démonstration de l'atténuation naturelle - Projet ATTENA – PHASE 2 - Juin 2013

[3] Rapport ADEME AGAP – Guide des méthodes géophysiques pour la détection d'objets enfouis sur les sites pollués – Janvier 2017

[4] Géophysique appliquée : Code de bonne pratique – BRGM/CGG/CPGF/LCPC - Mars 1992

[5] Fiche de description de l'US EPA

[6] Norme AFNOR 1999 FD X 31-611-2 - Méthodes de détection et de caractérisation des pollutions - Partie 2 : Guide général pour l'utilisation de méthodes géophysiques en criblage de terrain – Août 1999



LE POTENTIEL SPONTANÉ

DESCRIPTION THÉORIQUE DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

La méthode du potentiel spontané (ou PS) est une technique géophysique qui permet d'estimer les écoulements d'eau dans le sol et de détecter la présence de polluants et leur état de dégradation. Elle est complémentaire des analyses chimiques classiques et apporte une vision spatiale qui permet d'affiner les contours des sources et des panaches de pollution.

Elle repose sur la mesure du potentiel électrique spontané à la surface ou dans le sol. Ce potentiel électrique V_{MN} est mesuré entre une électrode de référence M et une électrode de mesure N. Le potentiel spontané se mesure en volts (ou mV) et dépend de la présence de gradients de potentiels hydrauliques

ou chimiques dans le milieu géologique. Contrairement à la tomographie électrique, c'est une méthode de mesure passive c'est-à-dire qu'il n'y a pas d'injection de courant électrique dans le sol.

Le potentiel spontané est expliqué par plusieurs paramètres qui s'additionnent :

- Le gradient de potentiels d'oxydo-réduction,
- Le gradient hydraulique,
- Le gradient de concentration ionique,
- Le gradient de température,
- La distribution de conductivité électrique du sol.

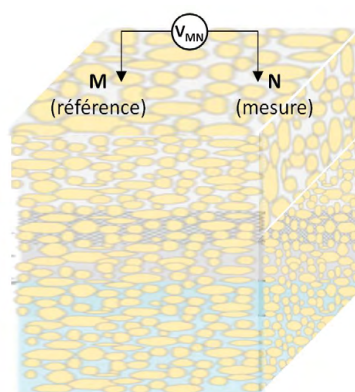


Figure 1 : Principe d'acquisition de données de potentiel spontané sur le terrain.

CONTEXTE D'UTILISATION

La méthode PS est peu adaptée à un contexte urbain et à la présence d'infrastructures enterrées qui perturbent le signal électrique. Le potentiel spontané est également sensible à des contrastes importants de végétation comme une transition clairière-forêt ou à des contrastes de conductivité comme c'est le cas pour les biseaux salés.

La sensibilité de la méthode dépend de la multiplication des sources de bruit et de la méthodologie de mesure employée. Pour limiter l'influence des différentes sources de bruit, il est intéressant de faire du suivi temporel du site, plutôt qu'un état à un instant donné.

Cette technique s'utilise en complément des autres méthodes électriques que sont la résistivité électrique et la polarisation provoquée. Elle permet de compléter les investigations géophysiques en renseignant sur l'écoulement de la nappe et les phénomènes géochimiques présents au droit du site.

L'information fournie est quasi-continue spatialement selon le pas d'échantillonnage choisi et semi-quantitative.

À quelle étape ?

La méthode PS est utilisable à toutes les étapes de gestion d'un site pollué. Elle donne en particulier des informations essentielles lors du diagnostic.

Lors d'un diagnostic avancé, la méthode du potentiel spontané permet d'améliorer la connaissance du modèle hydrogéologique du site ou local en mettant en évidence les gradients hydrauliques. Elle permet également de délimiter des panaches de pollution et d'évaluer leur état de dégradation car le polluant peut également avoir une influence sur les caractéristiques physico-chimiques du fluide, ce qui induit des différences de potentiels et donc des courants électriques spontanés.

La mesure du potentiel spontané permet de surveiller l'évolution de la géométrie d'un panache à travers la modification des propriétés du fluide interstitiel, témoin de la dégradation des polluants. La comparaison des résultats à un état initial couplé à des analyses chimiques permet **d'évaluer la performance du traitement et sa zone d'influence** au cours du temps. Ce sont ces mêmes propriétés qui sont utilisées lors de la **surveillance de site**.

LE POTENTIEL SPONTANÉ

POLLUANTS CONCERNÉS

La méthode du PS permet de repérer et de suivre les polluants qui modifient les propriétés du fluide interstitiel et engendrent des différences de potentiels. Elle est notamment

adaptée pour des sites pollués par des polluants organiques, métalliques ou ioniques.

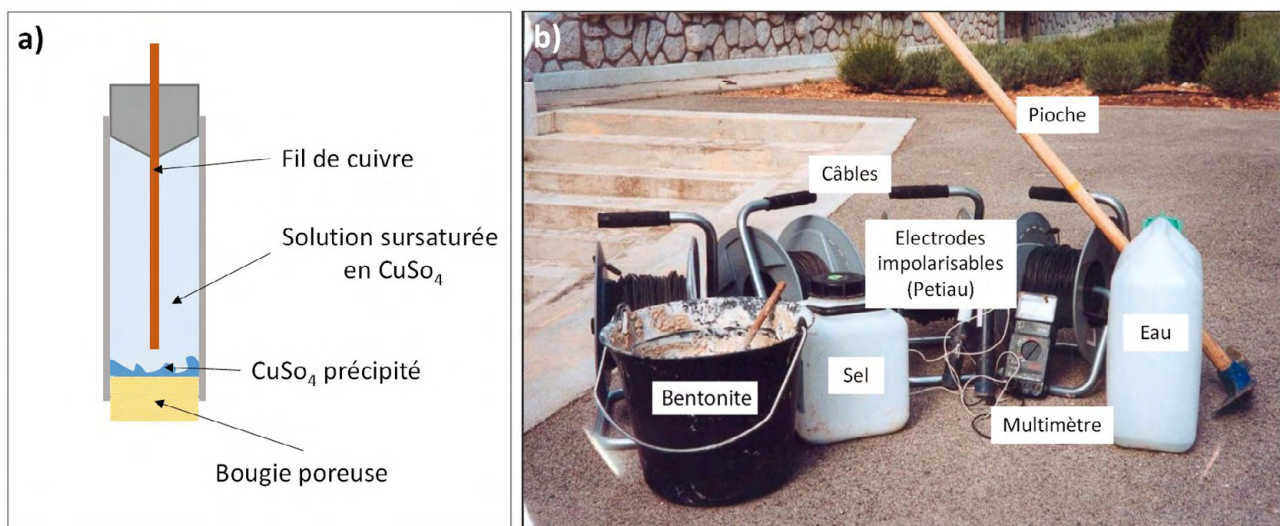
MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel déployé est composé d'au moins deux électrodes impolarisables, de câbles de préférence blindés et d'un voltmètre à forte impédance d'entrée.

Les électrodes impolarisables sont composées d'un fil de cuivre ou de plomb entouré d'une solution sursaturée

en sulfate de cuivre ou en chlorure de plomb. Elles sont en contact avec le sol à l'aide d'une bougie poreuse.

Le voltmètre doit être choisi de manière à avoir une impédance d'entrée au minimum supérieure d'un ordre de grandeur à celle mesurée entre les électrodes.



a) Électrode impolarisable, b) Matériel pour une campagne de mesure de potentiel spontané.

MÉTHODOLOGIE

Le programme de reconnaissance est établi à partir des données historiques et de la connaissance topographique et géologique du site. Il détaille la zone étudiée, la configuration de mesure (base fixe ou gradient), l'écartement minimal entre les électrodes, le nombre d'électrodes et l'implantation des points/profils de mesure. Il peut contenir éventuellement une modélisation préalable, un mode opératoire et les résultats du test préliminaire ou des mesures préalables s'ils ont été réalisés.

Acquisition des données sur le terrain

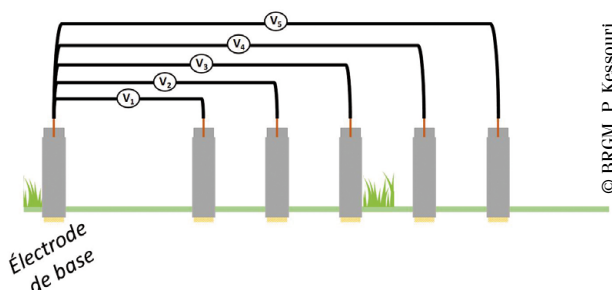
Avant d'effectuer la série de mesures sur le terrain, il est recommandé de vérifier la résistance de prise de terre entre l'électrode de référence et l'électrode de mesure. Les mesures seront généralement de bonne qualité si la résistance est inférieure à 2000 Ohm.

L'acquisition des données sur le terrain doit être effectuée par du personnel compétent, un superviseur géophysicien et un opérateur qualifié. Il est nécessaire d'adopter de bonnes pratiques de mesure pour recueillir le maximum d'informations mais aussi pour minimiser l'impact des sources

de bruit sur la mesure. Ainsi, un levé topographique des points de mesure doit être effectué et tout évènement, physique ou temporel, susceptible de perturber la mesure doit être noté et localisé précisément. Afin de réduire les sources de bruit, il est nécessaire d'avoir un bon contact entre les électrodes et le sol en retirant toute végétation autour des électrodes sur quelques dizaines de centimètres et en insérant un mélange de bentonite et d'eau saturée en sel entre les électrodes et le sol. De plus, les électrodes sont enterrées entre 25 et 50 cm de profondeur pour éviter les bruits parasites. La taille de la ligne de mesure doit également être adaptée et les électrodes gardées à la même température. Dans les cas de mesures de suivi temporel, il faut être particulièrement vigilant sur la dérive des électrodes qui peut ne pas être linéaire et les effets des variations rapides de température.

Les mesures PS peuvent être effectuées pour obtenir une cartographie statique de la distribution de potentiel électrique dans le sous-sol, ou pour effectuer un monitoring dans le temps des variations de ce potentiel. Dans les deux cas, trois configurations de mesure différentes peuvent être employées.

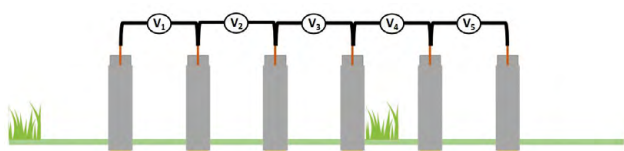
- **Technique de base fixe ou champ total** pour une surface étudiée inférieure à 1 km^2 : une électrode est fixe (électrode de référence) et l'autre mobile (électrode de mesure). Cette configuration permet une lecture directe du potentiel sur toute la surface d'investigation mais la longueur des profils est limitée par la longueur des câbles car plus le câble est long, plus la mesure est bruitée. Le choix de l'électrode de référence est très important. Il faut veiller à ce qu'elle soit en bon contact électrique avec le sol, que la mesure du potentiel soit stable dans le temps et en dehors de la zone d'anomalie à caractériser. Afin d'améliorer la qualité des données, il est possible d'effectuer un changement de référence lors du post-traitement. Il faut alors exclure l'électrode de référence du jeu de données et prendre un autre point comme référence a posteriori.



© BRGM, P. Kessouri

Configuration de mesure avec la technique de base fixe.

- **Technique de gradient** pour une surface étudiée supérieure à 1 km^2 : les deux électrodes sont mobiles, distantes d'un pas constant ou non. À chaque nouvelle mesure, la première électrode est placée à l'emplacement de la 2^e électrode de mesure précédente. Cette configuration permet de réduire les erreurs liées à la polarisation ou à la dérive des électrodes car à chaque mesure, le potentiel statique est mesuré et retranché à la mesure PS. L'inconvénient réside dans l'accumulation d'erreurs à chaque déplacement du dipôle. Ces erreurs peuvent être liées à des lectures erronées ou à un mauvais contact de l'électrode avec le sol. Selon la force du signal, ces incertitudes peuvent être largement supérieures à ce que l'on cherche à mesurer.



Configuration de mesure avec la technique de gradient.

- **Une combinaison de ces deux configurations** est possible en utilisant la technique de la base fixe sur une surface ou un profil donnés, puis en déplaçant la base en suivant la technique de gradient, avant de réemployer la technique de la base fixe. La combinaison permet de limiter les sources d'erreur précédemment décrites. Lors du changement d'électrode de référence, on peut considérer qu'une mesure est stable lorsque sa variation n'excède pas 15 % de sa valeur, ce qui peut prendre plusieurs minutes. Si la mesure demeure instable, il faut penser à vérifier la résistance de prise et potentiellement changer la position de l'électrode

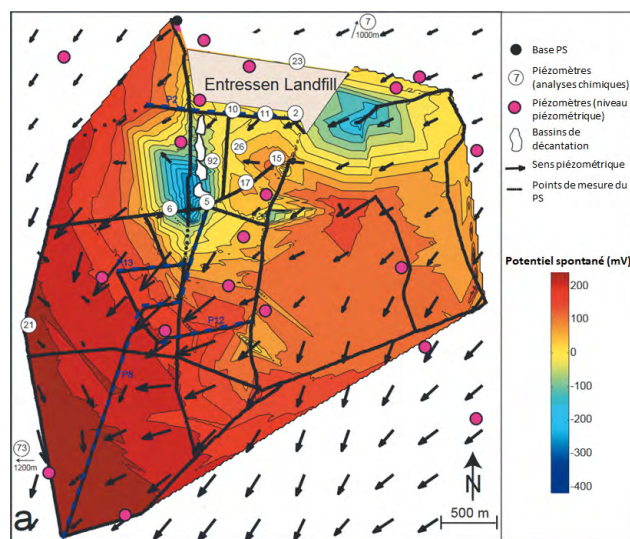
de mesure. Afin de quantifier la dérive temporelle, il est recommandé d'effectuer une mesure régulière (toutes les heures) au niveau de l'électrode de référence.

Traitement et interprétation des données

Des prétraitements sont réalisés pour repérer et supprimer les valeurs aberrantes et pour supprimer les effets des différentes sources de bruit. Si la mesure est effectuée en base fixe, un changement de référence peut également être réalisé. Pour extraire l'influence du potentiel d'oxydo-réduction sur la mesure PS, il est nécessaire de dissocier les effets liés à la dynamique d'écoulement de l'eau et donc de connaître le gradient de hauteur piézométrique de l'aquifère étudié. Il est également nécessaire d'étendre la zone de mesure PS au-delà de la surface gouvernant le(s) phénomène(s) étudié(s). Cela permettra, par exemple, de dissocier l'anomalie PS liée au phénomène électrocinétique (gradient de pression hydraulique) et l'anomalie PS générée par le potentiel d'oxydo-réduction.

La restitution des résultats se fait soit en carte, soit en profils de potentiels apparents avec une interpolation des données entre les points de mesure.

Dans le cas d'un monitoring dans le temps, les variations des potentiels électriques à partir d'un état de référence peuvent être représentées.



© V. Naudet, 2004

Composante électrocinétique (en mV) obtenue par interpolation linéaire entre les mesures PS et la hauteur piézométrique.



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Investigations

- Technique non destructive et non intrusive,
- Rapidité d'acquisition,
- Mise en œuvre très simple,
- Très peu de matériel à déployer,
- Surfaces importantes à moindre coût,

Résultats d'interprétation

- Technique intégratrice (une valeur pour chaque mesure).

INCONVÉNIENTS

Investigations

- Perturbation par la présence de nombreux objets conducteurs enterrés ou proches (béton armé, rails et tuyaux parallèles aux profils, cuve métallique, grillage métallique, barbelés mis à la terre, clôture électrique),
- Nécessité d'un contact électrique de qualité avec le sol (difficile et coûteux en milieu urbain ou industriel),

Résultats d'interprétation

- Mesure indirecte (sans identification directe),
- Mesure relative (nécessite des investigations complémentaires),
- Interprétation complexe (plusieurs phénomènes peuvent donner le même résultat de mesure),
- Besoin de personnel compétent et expérimenté.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs développés ou en cours de développement, technique peu utilisée sur le terrain

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase d'échantillonnage sur site est rapide. Il faut compter environ 5 minutes par mesure pour obtenir les conditions idéales et une centaine de mesures peut être effectuée en une journée, si les conditions d'accès et de progression sur le site sont aisées. Le traitement et l'analyse

qualitative des données est rapide, quand on ne s'occupe que des éléments cartographiques ou en profil. L'inversion des données est assez longue et reste actuellement restreinte aux publications scientifiques.

PHASE

INVESTIGATIONS

TRAITEMENT ET INTERPRÉTATION

Délai associé



⌚: jour / ⌚⌚: semaine / ⌚⌚⌚: mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Le coût du matériel est faible. Il faut compter environ 200 € pour un voltmètre haute impédance et 200 € pour deux électrodes polarisables. Le budget matériel est plus important dans le cas d'un suivi temporel (évolution des sources lors de la dépollution par exemple). Il faut compter 100 € par électrode supplémentaire et 3 000 € pour un

datalogueur et une journée d'installation des 20 électrodes. Le coût associé aux investigations correspond au temps passé sur le terrain par deux opérateurs (1 ingénieur géophysicien et 1 technicien) dont une personne expérimentée ainsi qu'à l'interprétation par un superviseur.

PHASE

INVESTIGATIONS

TRAITEMENT ET INTERPRÉTATION

Coût associé



€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Rapport ADEME - Apports et limitations des méthodes géophysiques dans le cadre de la démonstration de l'atténuation naturelle - Projet ATTENA – PHASE 2 - Juin 2013
- [2] Naudet, V. (2004). Les méthodes de résistivité électrique et de potentiel spontané appliquées aux sites contaminés (Doctoral dissertation), Université de droit, d'économie et des sciences-Aix-Marseille III
- [3] Norme AFNOR 1999 FD X 31-611-2 - Méthodes de détection et de caractérisation des pollutions - Partie 2: Guide général pour l'utilisation de méthodes géophysiques en criblage de terrain – Août 1999
- [4] Fiche AGAP qualité: https://www.agapqualite.org/wp-content/uploads/2019/07/CBP_AGAP_ELEC03_rev01_Polarisation-Spontanee_GT.pdf



qPCR

LA PCR QUANTITATIVE (QPCR) POUR LA MESURE DE L'ABONDANCE DE GENES MICROBIENS

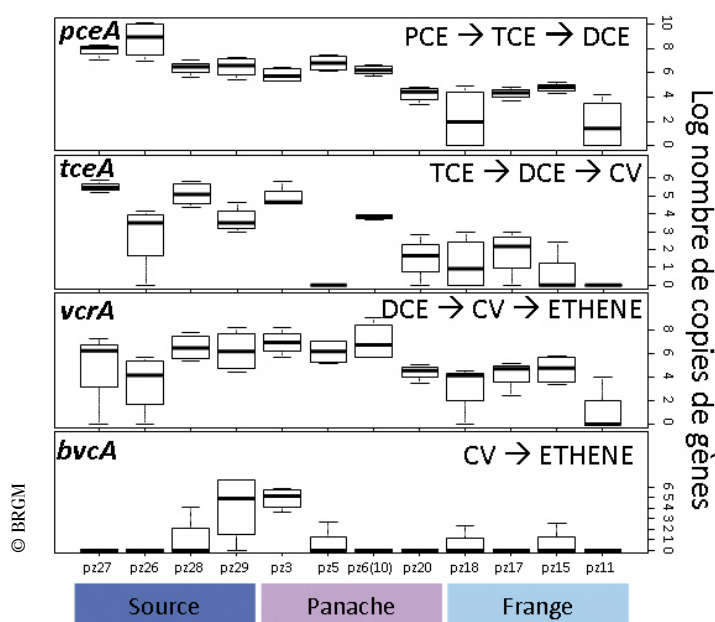
DESCRIPTION THÉORIQUE DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

La qPCR (réaction de polymérisation en chaîne quantitative en temps réel) est une technique de biologie moléculaire qui mesure l'abondance de gènes. La mesure de l'abondance de gènes microbiens en copies de gènes par mL ou en copies de gènes par gramme de quantifier la biomasse microbienne (bactérienne, archéenne ou fongique) présente. Elle peut également quantifier un potentiel génétique du milieu à dégrader ou à transformer un polluant ou à réaliser une activité métabolique (cycles biogéochimiques).

La qPCR peut baser la mesure de l'abondance d'un gène sur sa présence (ADN) ou sur son expression (ARN). L'amplification par PCR consiste à dupliquer de manière exponentielle et

maîtrisée un fragment d'ADN connu à partir d'une faible quantité contenue dans un échantillon. La quantification des fragments d'ADN obtenus permet de renseigner l'abondance du gène dans le milieu étudié. Dans le cas où l'ARN est ciblé, un ADN complémentaire (ADNc) est d'abord généré avant la mesure. Quoi qu'il en soit, cette approche nécessite de connaître le gène ciblé afin de l'amplifier spécifiquement, on parle d'approche ciblée.

À l'inverse du séquençage, la qPCR quantifie l'abondance d'un gène sans identifier les microorganismes qui le portent.



Exemple de quantification de l'abondance de gènes codant des déhalogénases d'éthènes chlorés dans une eau souterraine polluée - Source [3].

CONTEXTE D'UTILISATION

La qPCR peut s'appliquer sur la plupart des sites et sur l'ensemble des milieux (sol, eau, air, déchets). Elle complète les outils physico-chimiques classiques et permet d'approfondir la connaissance du milieu et des réactions microbiologiques potentielles (ADN) ou qui s'y déroulent (ARN).

À quelle étape ?

Lors de l'évaluation de l'état écologique d'un site au cours du diagnostic, la qPCR permet de déterminer l'état microbiologique de cet environnement à travers l'analyse de groupes ou de taxons microbiens connus, de gènes fonctionnels ou de leur expression.

Lors de la phase d'évaluation d'une possible mise en place de biotraitement, la qPCR permet d'évaluer la présence d'un potentiel de dégradation ou de transformation spécifique des polluants concernés ainsi que son expression *in situ*.

Enfin, lors du suivi du biotraitement ou de la surveillance environnementale, la qPCR permet un suivi de la dynamique des populations microbiennes (présence, augmentation, maintien de l'abondance microbienne) ou du maintien de l'activité des gènes de dégradation.

Cette technique peut également être combinée avec d'autres techniques moléculaires lors de toutes les phases de gestion des sites et sols pollués dans le but d'affiner la compréhension du milieu et le rôle et l'impact de la microflore de ce milieu.

POLLUANTS CONCERNÉS

La mesure de l'abondance de gènes microbiens par qPCR est applicable indépendamment du polluant lorsque c'est l'état microbiologique du milieu (biomasse microbienne, état fonctionnel, capacité de résistance et de résilience de la biomasse microbienne ou de la communauté entière) sous influence du polluant qui est analysé.

Cette mesure est pertinente dans un contexte de pollution par des substances organiques biodégradables tels que les BTEX, les COHV ou de nombreux autres polluants. Elle est également pertinente en présence d'As, Cr et Hg pour lesquels une réaction bactérienne d'oxydo-réduction influence la mobilité et la spéciation.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel nécessaire au prélèvement des micro-organismes correspond à celui des prélèvements physico-chimiques, à la différence que les contenants doivent être stériles. Pour une eau, selon la quantité de biomasse, prévoir des volumes de un à plusieurs litres qui seront filtrés stérilement. Pour un sol, l'extraction des ADN et ARN totaux (messagers et ribosomiques) se fait sur des faibles quantités (1 à 10 g). Il est possible de stocker les filtres ou les sols à -20°C ou -80°C avant l'extraction des ADN microbiens. Pour la récupération des ARN, une cryo-fixation (azote liquide, congélation -20°C ou -80°C) dès le prélèvement est recommandé pour

la bonne conservation des ARN messagers qui se dégradent rapidement.

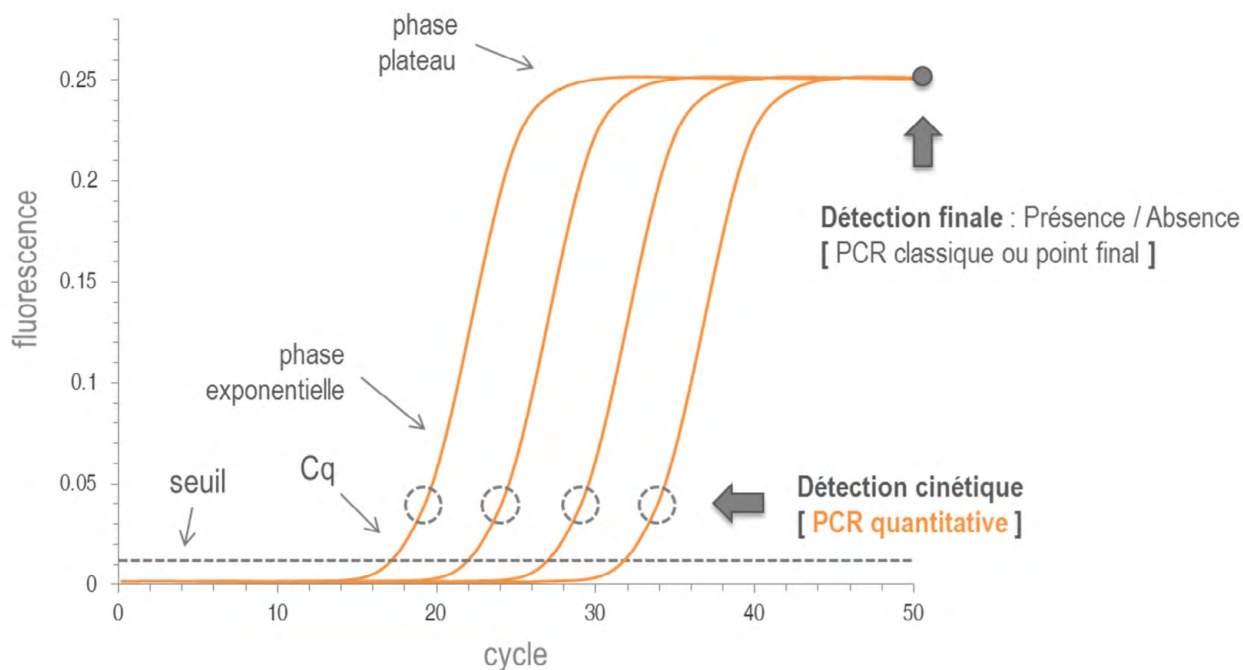
D'autres approches se développent avec des cultures ou échantillonnages *in situ* de communautés microbiennes sur des supports spécifiques (échantillonneurs passifs) qui peuvent nécessiter plusieurs déplacements (installation et récupération un mois plus tard).

Du matériel de laboratoire courant est requis (pipettes, centrifugeuses, hottes, électrophorèse) ainsi que du matériel spécifique à la technique (thermocycleur).

MÉTHODOLOGIE

L'étape de prélèvement des échantillons de sol ou d'eau ne diffère pas des prélèvements physico-chimiques. Une fois l'échantillon réceptionné au laboratoire, l'ADN ou l'ARN total est extrait de l'échantillon et purifié. Les phases de prélèvement et conservation de l'échantillon et d'extraction de l'ADN ou de l'ARN sont des phases critiques dont la qualité influe directement sur les résultats.

La qPCR consiste à amplifier un fragment d'ADN, ou ADN complémentaire (ADNc) pour l'ARN, en le dupliquant de manière exponentielle et maîtrisée. La détection des fragments amplifiés se fait par fluorescence en début de réaction lorsque le signal est proportionnel à la quantité initiale du fragment cible. Le nombre de copies de l'ADN cible est ensuite mesuré à l'aide d'une courbe étalon.



Principe de la qPCR - Source [2].



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Echantillonnage

- Réalisé sur toutes les matrices naturelles et déchets,

Polluant

- Technique disponible pour un grand nombre de groupes ou taxons microbiens connus et de gènes fonctionnels de biodégradation ou de biotransformation,

Laboratoires, matériel d'analyse

- Facile à mettre en œuvre

Résultats d'analyse

- Robuste,
- Standardisation possible,
- Quantitatif.

INCONVÉNIENTS

Polluant

- Besoin de connaître les voies métaboliques et les gènes cibles,

Laboratoires, matériel d'analyse

- Nécessité de personnel expérimenté,
- Effet de laboratoire mis en évidence sur la reproductibilité,

Résultats d'analyse

- L'interprétation doit prendre en compte le type de polluant, les voies de biodégradation et les paramètres géochimiques du site au moment de l'analyse,
- Matériel spécifique,
- Pas de référentiel,
- Existence d'inhibiteurs dans certains échantillons.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs développés ou en cours de développement, technique encore peu utilisée sur le terrain à l'heure actuelle

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase d'échantillonnage sur site est rapide et identique à un prélèvement pour analyse chimique. Les phases d'analyse

et d'interprétation des résultats sont de l'ordre de 2-3 jours.

PHASE

PRÉLÈVEMENT

ANALYSE

TRAITEMENT

Délai associé



⌚: jour / ⌚⌚: semaine / ⌚⌚⌚: mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

De même que pour les délais, les coûts de l'échantillonnage sont comparables aux coûts des prélèvements pour analyses chimiques ; ils correspondent au coût de l'opérateur sur site. Le coût d'une analyse en laboratoire est d'une centaine d'euros

par échantillon, coût comprenant la préparation, l'analyse, la vérification de la qualité et le rapport analytique. A ces coûts s'ajoutent le prix de traitement des résultats obtenus par un expert.

PHASE

PRÉLÈVEMENT

ANALYSE

TRAITEMENT

Coût associé



€ < 100 € / €€ < 1000 € / €€€ > 1000 €



Système de PCR en temps réel BioRad.

POUR EN SAVOIR PLUS - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] *La microbiologie moléculaire au service du diagnostic environnemental*, Expertises Ademe, octobre 2017 - Fiche technique 2

[2] *Etude Ademe, Janvier 2015 : Les outils de biologie moléculaire et leur utilisation dans le domaine de la gestion des sites pollués*, J.M. Monier, S. Cécillon – Fiche F1

[3] *Fiche bioindicateur 1 - Potentiel génétique de déchloration réductrice des éthènes chlorés évalué par la mesure de l'abondance de gènes fonctionnels spécifiques* Jennifer Hellal et Catherine Joulian – BRGM

[4] *Norme NF EN ISO 11063 Qualité du sol - Méthode pour extraire directement l'ADN d'échantillons de sol*

[5] *Norme NF EN ISO 17601 Qualité du sol - Estimation de l'abondance de séquences de gènes microbiens par amplification par réaction de polymérisation en chaîne (PCR) quantitative à partir d'ADN directement extrait du sol*



LE SÉQUENÇAGE

LE SÉQUENÇAGE HAUT DÉBIT POUR L'ÉTUDE DE LA BIODIVERSITÉ MICROBIENNE

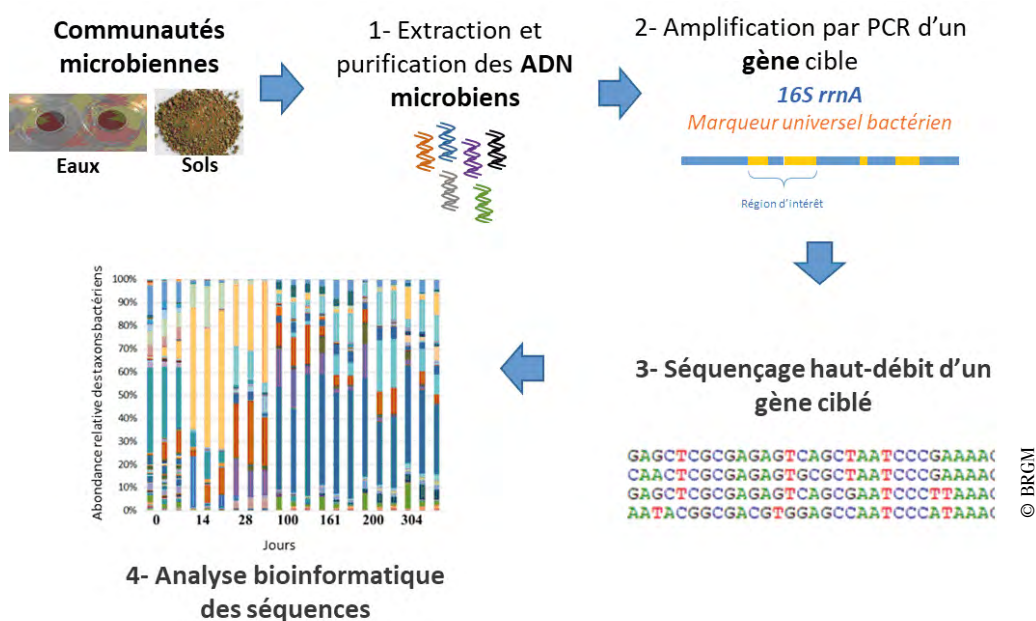
DESCRIPTION THÉORIQUE DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

Le séquençage haut-débit est une technique de biologie moléculaire récente qui permet de séquencer un très grand nombre de brins d'ADN. Appliqué par exemple au gène *rrs* codant l'ARNr 16S, marqueur universel des bactéries, cette approche permet l'étude de la biodiversité bactérienne et archéenne. En effet, l'analyse des séquences renseigne sur l'identité et l'abondance relative des microorganismes présents dans un milieu. Les connaissances sur le rôle de certains taxons dans les cycles biogéochimiques connus donnent un aperçu du potentiel métabolique présent dans un milieu. L'impact d'une pollution sur la microflore du site

peut être évaluée ainsi que la présence de taxons impactant les polluants.

En dehors du séquençage de gènes universels tels que le gène *rrs* codant l'ARNr 16S, la méthode peut également être utilisée sur d'autres marqueurs, notamment sur des gènes de dégradation des polluants, pour caractériser la diversité d'une population ciblée.

A l'inverse de la qPCR, le séquençage ciblé fournit une identification des microorganismes présents qui permet de remonter au potentiel fonctionnel, c'est une vision globale.



Principe du séquençage.

CONTEXTE D'UTILISATION

L'analyse de la biodiversité microbienne par séquençage haut-débit peut s'appliquer sur la plupart des milieux (sol, eau, air, déchets) ainsi que sur la plupart des sites. Elle complète les outils physico-chimiques classiques en identifiant les microorganismes et leur abondance. Elle permet d'étudier les modifications des communautés microbiennes suite à une pollution, une évolution des conditions hydrogéochimiques ou encore en cas de traitement *in situ*. Elle fournit des résultats qualitatifs (diversité bactérienne) ainsi que semi-quantitatifs (abondance relative des microorganismes).

L'analyse de la biodiversité microbienne remplace progressivement les approches dites d'empreinte moléculaire qui fournissent une image de la diversité sans identification des microorganismes présents mais qui restent encore très utilisées pour des suivis de modifications de la diversité.

D'autres approches d'analyse de la diversité existent comme l'approche dite non ciblée ou « shotgun » qui permet, par assemblage des séquences obtenues, de reconstruire des génomes microbiens et des voies métaboliques, cependant ces approches ne sont pas encore accessibles pour un diagnostic de routine. Enfin une troisième génération de séquençage (MSRT) est actuellement au stade de recherche et développement et devrait permettre une miniaturisation des outils et une nouvelle réduction des coûts et du temps d'analyse.

À quelle étape?

Lors de l'évaluation de l'état d'un sol ou du diagnostic d'un site potentiellement pollué, le séquençage haut-débit permet de confirmer la présence et l'abondance relative

LE SÉQUENÇAGE

de microorganismes pouvant contribuer à une atténuation naturelle des polluants et donc d'aider dans le choix de scénarios de gestion.

Lors de la phase d'évaluation de la faisabilité et de la performance du biotraitement, le séquençage haut-débit permet de caractériser la présence de communautés microbiennes impactant (par dégradation ou transformation) les polluants. Il est ainsi possible de déterminer si un

traitement par biodégradation est envisageable mais aussi d'anticiper l'efficacité et d'identifier les causes d'un mauvais fonctionnement du traitement biologique grâce à une meilleure compréhension des mécanismes microbiens en jeu.

Enfin, lors du suivi de traitement de bioremédiation ou de la surveillance environnementale, le séquençage haut-débit permet de réaliser un suivi de la dynamique des populations microbiennes d'intérêt.

POLLUANTS CONCERNÉS

L'étude de la biodiversité microbienne par séquençage haut-débit est applicable indépendamment du polluant lorsqu'elle cible un marqueur universel comme le gène *rrs*. Par contre,

elle nécessite de connaître les différents taxons liés à un polluant ou à une famille de polluants (dégradation de molécules organiques ou biotransformation de métalloïdes).

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel nécessaire au prélèvement des micro-organismes est identique à celui des prélèvements physico-chimiques, à la différence que les contenants doivent être stériles. Pour une eau, selon la quantité de biomasse, prévoir des volumes de un à plusieurs litres qui seront filtrés stérilement. Pour un sol, l'extraction des ADN se fait sur des faibles quantités (1 à 10 g).

D'autres approches se développent avec des cultures ou échantillonnages *in situ* de communautés microbiennes sur des supports spécifiques (échantillonneurs passifs) qui peuvent nécessiter plusieurs déplacements (installation et récupération un mois plus tard).

Du matériel de laboratoire courant est requis (pipettes, centrifugeuses, hottes, électrophorèse) ainsi que du matériel spécifique à la technique (séquenceur à haut débit).



Séquenceur haut débit Illumina.

MÉTHODOLOGIE

L'étape de prélèvement des échantillons de sol ou d'eau diffère peu des prélèvements physico-chimiques. Une fois l'échantillon réceptionné au laboratoire, l'ADN est extrait de l'échantillon et purifié. Les échantillons peuvent être conservés congelés à -20°C ou -80°C avant et après extraction de l'ADN dans l'attente d'analyses. Les phases de prélèvement et conservation de l'échantillon et d'extraction de l'ADN sont des phases critiques dont la qualité influe directement sur les résultats.

L'ADN est ensuite amplifié par PCR et séquencé dans un séquenceur à haut débit. Un run permet de séquencer en parallèle entre 10^6 et 10^8 fragments. Les séquences obtenues sont ensuite filtrées pour éliminer celles qui contiennent des erreurs. Enfin, une analyse bio-informatique est réalisée pour fournir un résultat d'analyse. Les résultats d'analyse dépendent des bibliothèques disponibles (bases de données de séquences de référence).



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Echantillonnage

- Simplicité du prélèvement comparable à celui pour des analyses physico-chimiques,
- Réalisé sur la plupart des matrices.

Polluant

- Technique disponible pour un grand nombre de groupes ou taxons microbiens connus et de gènes fonctionnels de biodégradation ou de biotransformation

INCONVÉNIENTS

Polluant

- Besoin de connaître les voies métaboliques et les gènes cibles.

Laboratoires, matériel d'analyse

- Matériel très spécialisé et coûteux (séquenceur et matériel informatique),

Résultats d'analyse

- Complexité dans l'analyse des résultats, nécessité de personnel spécialisé en biologie moléculaire et en bio-informatique,
- Peu de bases de données existantes pour les comparaisons aux séquences de référence,
- L'identification s'arrête au niveau du genre microbien et ne permet pas une identification au niveau de l'espèce.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs non développés, technique rarement utilisée sur le terrain

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase d'échantillonnage sur site est très rapide et identique à un prélèvement pour analyse chimique. La phase de séquençage et de nettoyage des séquences a une durée comprise entre 4 et 6 semaines. L'analyse globale des résultats est réalisée par traitement bio-informatique. Des

délais supplémentaires, entre 1 jour à 1 semaine, sont à prendre en compte pour l'analyse spécifique au regard des données physicochimiques et de la problématique du site et réalisée par un expert (recherche d'un gène spécifique, polluant peu étudié, ...).

PHASE

PRÉLÈVEMENT

ANALYSE

TRAITEMENT

Délai associé

⌘ ⌘ ⌘

⌘ ⌘ ⌘

⌘ ⌘ ⌘

⌘: jour / ⌘⌘: semaine / ⌘⌘⌘: mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts de l'échantillonnage sont faibles ; ils correspondent au coût de l'opérateur sur site. Le coût d'un séquençage en laboratoire est compris entre 150 et 300 € pour un échantillon, coût comprenant la préparation, l'analyse, la vérification de

la qualité. Une analyse globale des résultats ou un traitement spécifique par un expert des résultats doit également être pris en compte dans le cas d'une étude adaptée (polluant peu connu, outil de découverte).

PHASE

PRÉLÈVEMENT

ANALYSE

TRAITEMENT

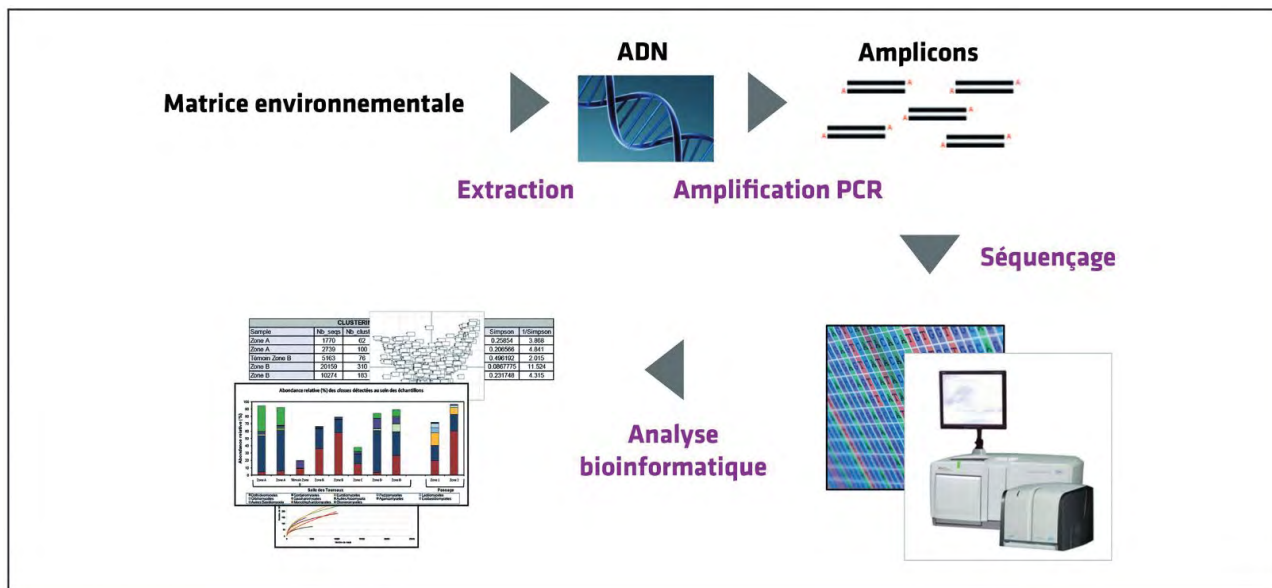
Coût associé

€€€

€€€

€€€

€ < 100 € / €€ < 1000 € / €€€ > 1000 €



© Ademe, Ouvrage microbiologie moléculaire, 2016

Principales étapes techniques nécessaires pour le séquençage d'amplicons.

POUR EN SAVOIR PLUS - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] La microbiologie moléculaire au service du diagnostic environnemental, Expertises Ademe, octobre 2017 - Fiche technique 6
- [2] Etude Ademe, Janvier 2015 : Les outils de biologie moléculaire et leur utilisation dans le domaine de la gestion des sites pollués, J.M. Monier, S. Cécillon – Fiche F4
- [3] Fiche bioindicateur 3 Description des communautés microbiennes sur site effectuée par analyses métagénomiques Charlotte Urien & Stéphanie Ferreira – Société GenoScreen
- [4] Norme NF EN ISO 11063 Qualité du sol - Méthode pour extraire directement l'ADN d'échantillons de sol



LA CSIA

APPROCHE ISOTOPIQUE POUR SUIVRE LES POLLUTIONS ORGANIQUES DANS LES EAUX SOUTERRAINES

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

L'analyse isotopique de composés spécifiques (CSIA) est une technique isotopique qui permet sous certaines conditions d'identifier la source d'une pollution par composés organiques ou de caractériser l'état et les processus de dégradation des polluants. Elle repose sur l'analyse du rapport isotopique initial d'un polluant et sur son évolution dans l'environnement et dans le temps.

Le **rapport isotopique** δ de chaque composé organique correspond à la proportion des différentes formes isotopiques d'un élément (le ^{13}C et le ^{12}C , le ^2H et le ^1H ou le ^{15}N et le ^{14}N). Ce rapport isotopique diffère selon l'origine historique du composé, que ce soit sa méthode de synthèse ou ses précurseurs chimiques. On parle de **traçage de source** car l'approche CSIA permet à partir du rapport isotopique mesuré sur site de différencier les sources de pollution et éventuellement d'identifier le responsable d'une pollution.

$$\delta^{13}\text{C} = \left(\frac{^{13}\text{C}/^{12}\text{C}_{\text{composé}}}{^{13}\text{C}/^{12}\text{C}_{\text{référence}}} - 1 \right) \times 1000$$

Calcul du rapport isotopique δ pour le carbone (en ‰ par rapport à une référence internationale)

Le rapport isotopique d'un élément dans une molécule est très peu affecté par certains processus de transport des polluants organiques (dispersion, dilution, ou changements de phases, adsorption/désorption) mais se modifie lors des processus (bio)chimiques destructifs amenant une perte nette

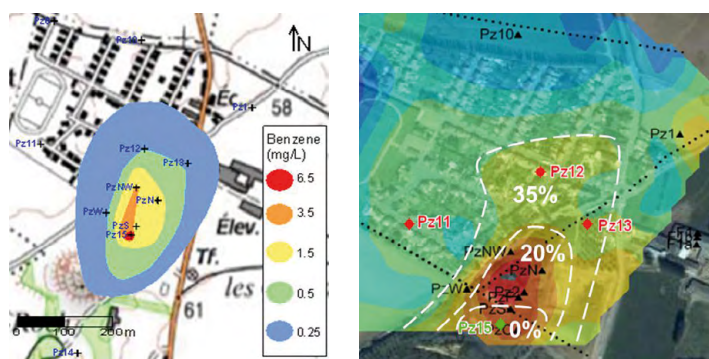
de polluant (biodégradation ou transformation chimique). Dans les cas où il évolue, les molécules qui comprennent les isotopes légers vont réagir préférentiellement et la fraction résiduelle du composé de départ s'enrichit en isotope lourd. L'équation de Rayleigh définit le facteur de **fractionnement** α qui évolue dans l'espace le long du panache ou pour un même point en fonction du temps. On parle de **traçage de processus** car l'approche CSIA permet à partir du facteur de fractionnement d'identifier des mécanismes de dégradation du polluant, même sans détecter de métabolites, et de suivre la dégradation du polluant.

$$\ln\left(\frac{R_t}{R_0}\right) = (\alpha - 1) \times \ln f_t$$

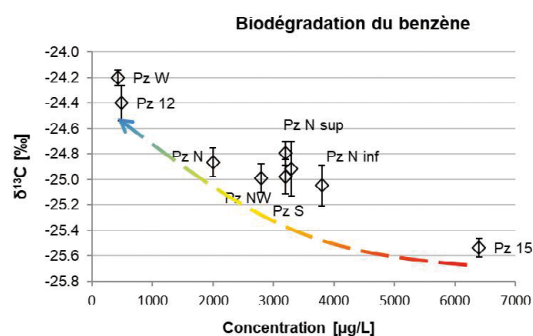
avec $f_t = C/C_0$ la fraction résiduelle du polluant et R_0 et R_t la composition isotopique du polluant initiale et à un instant t

Equation de Rayleigh pour le calcul du facteur de fractionnement α

Enfin, à partir du facteur de fractionnement, il est possible de quantifier la biodégradation *in situ* en calculant le **taux de biodégradation B** (en %). Le facteur de fractionnement des principaux composés est disponible dans la littérature scientifique et pour les composés les moins classiques, il peut être déterminé en essai en laboratoire. La CSIA peut être couplée avec une modélisation pour anticiper le **devenir des polluants** (dégradation et vitesse).



La concentration en benzène et la composition isotopique en ^{13}C sont corrélées le long d'un panache de pollution ; preuve certaine d'une biodégradation du benzène sur le site d'une ancienne cokerie (N-France) - ATTENA



CONTEXTE D'UTILISATION

La majorité des sites étudiés par la CSIA sont d'anciens **sites industriels pollués par des polluants organiques**. La technique est majoritairement utilisée dans les eaux souterraines mais des récents développements concernent les sols et les gaz des sols. Elle fournit des informations de manière ponctuelle dans le temps et dans l'espace, au niveau des piézomètres, de manière complémentaire à la concentration mesurée par les méthodes conventionnelles.

La réponse apportée est qualitative en informant sur la présence ou non d'une dégradation du polluant mais peut également être quantitative en fournissant le facteur de fractionnement ou le taux de biodégradation.

La précision analytique en couplant chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse isotopique (GC-IRMS) est très fine. Elle est comprise entre 0.2 et 0.5 ‰ pour des analyses en $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ et entre 2 et 5 ‰ pour des analyses en $^2\text{H}/^1\text{H}$.

À quelle étape ?

La CSIA est utilisable lors de toutes les étapes de gestion d'un site pollué.

Lors du **diagnostic** avancé, elle permet de mieux comprendre le fonctionnement d'un site en étudiant les processus de transport et de transformation des polluants. Elle permet de choisir entre les sources potentielles à l'origine d'une pollution des milieux, notamment lorsqu'il n'y a pas de variations dans les concentrations. En forensie environnementale, c'est l'un des indicateurs qui permet l'identification du responsable d'une pollution. Elle permet enfin d'orienter le positionnement de piézomètres complémentaires.

Lors du **plan de conception des travaux**, la CSIA permet d'affiner le choix d'une ou plusieurs techniques de dépollution

en mettant en évidence les processus de biodégradation et en les quantifiant.

Lors du **suiti de dépollution ou pour une atténuation naturelle contrôlée**, la CSIA permet de fournir en une seule campagne la preuve de la dégradation du polluant et de distinguer la diminution des concentrations liée à des processus de biodégradation des autres processus non destructifs.

Enfin, intégrée dans un **programme de surveillance**, l'approche isotopique CSIA permet de prendre des décisions sur la base d'informations indépendantes des concentrations en polluants, et peut ainsi aider à réduire le nombre de campagnes de prélèvements.

POLLUANTS CONCERNÉS

Pour le traçage de processus, la méthode CSIA est adaptée aux polluants organiques qui contiennent moins de 12 atomes de carbone. Les polluants étudiés sont essentiellement des hydrocarbures (saturés, chlorés COHV, aromatiques monocycliques BTEX ou aromatiques polycycliques HAP) et des additifs oxygénés pour carburants (MTBE, ETBE).

La signature isotopique est également un excellent indicateur pour le traçage de source de pollution par des molécules qui ne subissent pas de (bio)dégradation.

Pour la plupart des études de traçage de source ou de processus sur les polluants organiques, l'élément traceur

est le carbone avec le rapport isotopique $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$. Pour certains polluants, la dégradation peut se produire selon différents chemins réactionnels, ce qui implique des facteurs d'enrichissement très variés et complique les estimations du taux de biodégradation. Dans ces cas, une analyse multi-isotopique (2D-CSIA) peut être avantageuse et permet une interprétation plus poussée. La 2D-CSIA combine les analyses isotopiques de deux éléments : le plus souvent $\delta^{13}\text{C}$ et $\delta^2\text{H}$ et parfois $\delta^{15}\text{N}$ et $\delta^{37}\text{Cl}$.

Le tableau suivant présente les polluants principaux qui peuvent être étudiés par la CSIA.

FAMILLE DE POLLUANT	OBJECTIF	ÉLÉMENT TRACEUR	DEGRÉ DE MATURITÉ
COHV dont solvants chlorés (PCE, TCE, DCE et CV)	Recherche de source	Carbone $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$	Mature
	Étude de la biodégradation	Carbone $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ + (Chlore $^{37}\text{Cl}/^{35}\text{Cl}^*$)	Très mature pour le PCE et le TCE
Hydrocarbures aliphatiques et aromatiques (comme les alcanes, BTEX ou HAP)	Recherche de source	Carbone $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$	Très mature, principalement pour les alcanes et HAP
	Étude de la biodégradation	Carbone $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ + Hydrogène $^2\text{H}/^1\text{H}$	Très mature pour les n-alcanes à chaîne courte, les BTEX (surtout benzène et toluène) et le naphthalène
Additifs de l'essence (MTBE, ETBE, TBA...)	Étude de la biodégradation	Carbone $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ + Hydrogène $^2\text{H}/^1\text{H}$	Très mature pour le MTBE et le TBA
Autres composés organochlorés ou azotés (certains explosifs, certains pesticides...)	Recherche de source	Carbone $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$	En cours de déploiement pour les PCB
	Étude de la biodégradation	Carbone $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$, Azote $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$, Hydrogène $^2\text{H}/^1\text{H}$ (Chlore $^{37}\text{Cl}/^{35}\text{Cl}^*$)	En application pour certains explosifs, En développement pour les pesticides

*Technique d'analyse différente

Il est possible de réaliser une analyse isotopique sur des polluants inorganiques comme les nitrates, perchlorates et pesticides, cyanures ou sur des métaux. Les études sont

alors réalisées dans un autre contexte et selon une autre méthodologie. Une fiche spécifique à l'analyse isotopique des métaux est à venir.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

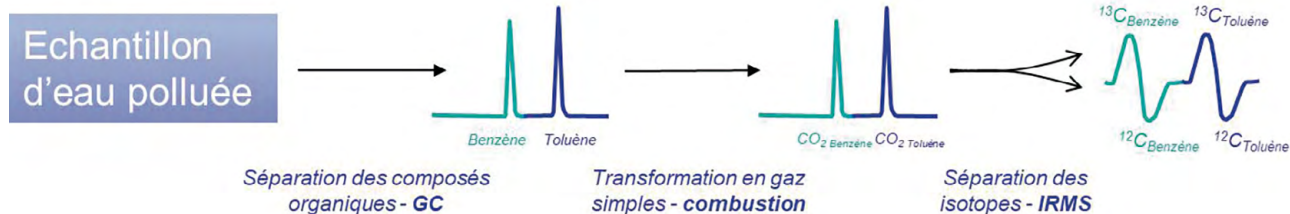
Le matériel nécessaire au prélèvement correspond dans la plupart des cas à celui des prélèvements physico-chimiques. Si la quantité d'eau à prélever dépend de la molécule cible et des concentrations présentes, un volume d'eau minimum

d'environ 250 mL suffit dans la plupart des cas. Un flacon fourni par le laboratoire d'analyse doit être rempli pour chaque groupe de substances (BTEX, HAP, additifs, COHV...) et pour chaque élément à analyser (C, H, N...).



La technique d'analyse est à adapter au polluant et au traceur. Pour la plupart des molécules, l'analyse isotopique se fait par spectrométrie isotopique en flux continu en utilisant le couplage GC-IRMS via un système de combustion. Le couplage consiste à séparer les composés organiques par

chromatographie en phase gazeuse (GC) en amont. Le flux gazeux des analytes passe dans un four de combustion où ils sont convertis en gaz simple. Ces gaz sont ensuite analysés par un spectromètre de masse (IRMS) pour déterminer l'abondance isotopique relative à une référence internationale.



Principe de l'analyse isotopique pour un échantillon contenant du benzène et du toluène.

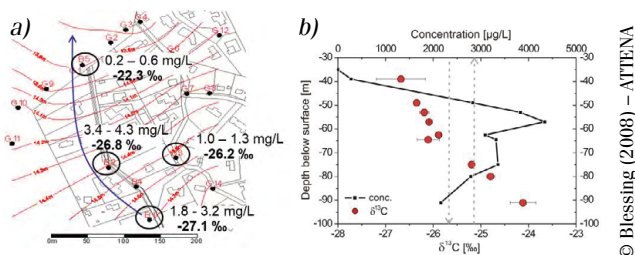
MÉTHODOLOGIE

Une étude isotopique est réalisée suivant trois phases distinctes : l'échantillonnage sur le terrain, la préparation et l'analyse en laboratoire et l'interprétation des données en fonction du contexte.

Échantillonnage

La stratégie d'échantillonnage est à adapter au site selon la complexité de l'aquifère, de la pollution et de l'objectif. Elle doit se préparer en coordination avec le laboratoire en charge des analyses isotopiques.

Il est recommandé d'échantillonner un ou deux piézomètres en amont et les autres en aval hydraulique de la source. Certains piézomètres doivent être positionnés au niveau ou à défaut au plus près de la source afin de caractériser le rapport isotopique initial de la pollution tandis que d'autres doivent en être écartés pour observer les processus sur l'étendue du panache. L'échantillonnage sur plusieurs niveaux peut être nécessaire selon la profondeur de l'aquifère, afin de garantir la représentativité du prélèvement.



Pour cet aquifère profond, la diminution de concentration en PCE dans le panache a) et selon la verticale b) est accompagnée d'un enrichissement isotopique.

Le nombre de campagnes de surveillance dépend également de l'objectif : 1 seule campagne dans le cadre d'un diagnostic, 1 campagne tous les 2 ou 3 mois pour le suivi d'efficacité d'un traitement, 1 campagne tous les 6 mois pour le suivi d'une biodégradation ou encore 1 campagne pluriannuelle pour un suivi post-dépollution. Ces délais sont indicatifs et le nombre de mesures est à adapter au site étudié.

Le prélèvement des échantillons se fait en général de la même façon et avec les mêmes moyens de prélèvement que pour le prélèvement pour analyses chimiques classiques. Il est important de remplir les flacons jusqu'à débordement (sans

espace de tête) et de les stocker au froid ($< 4^{\circ}\text{C}$) pour éviter une modification non désirée de la composition isotopique par dégazage, ou par réactions microbiennes. Le mode de conservation dépend des polluants à analyser et est à définir par le laboratoire impliqué.

Analyse de l'échantillon et interprétation

Le temps de stockage doit être réduit au minimum avant analyse ce qui nécessite une bonne coordination entre le préleveur et le laboratoire d'analyse isotopique. L'analyse isotopique des polluants spécifiques se fait par la technique GC-IRMS décrite précédemment.

Le traitement couple les résultats d'analyses avec d'autres informations disponibles préalablement transmises. Les informations nécessaires au traitement dépendent de l'objectif visé et de la complexité du site : contexte général du site, type de polluants et concentrations, paramètres physico-chimiques du milieu, historique de la pollution, identification et la caractérisation des différentes sources ou encore caractérisation hydrogéologique de l'aquifère. Le traitement peut aboutir au rapport isotopique δ , au facteur de fractionnement α ou au calcul du taux de biodégradation B . En couplant les résultats à une modélisation hydrogéochemie, la cinétique de la biodégradation peut être estimée.

Enfin, l'interprétation des résultats obtenus permet d'adapter le programme de surveillance aux conditions réelles du site et de réduire les coûts en fournissant une preuve tangible des mécanismes en jeu. Elle peut, par exemple, réduire le nombre de campagnes nécessaires ou le nombre de piézomètres en suivant ou en réalisant des ouvrages mieux positionnés et mieux équipés au regard du contexte.

Points de vigilance :

- Le prélèvement est une étape cruciale à toute démarche analytique. Il doit être réalisé selon les normes existantes pour les prélèvements pour analyse chimique,
- Pour étudier la biodégradation, il peut être nécessaire de bien positionner les piézomètres en série, tout au long du panache pour obtenir une gamme de concentration variée,
- Afin d'assurer des données fiables, les analyses isotopiques sont dupliquées (ou triplées si l'écart type est élevé, c'est-à-dire supérieur à 0.5‰ pour $\delta^{13}\text{C}$ ou à 5‰ pour $\delta^2\text{H}$),
- Il est très important d'avoir une bonne coopération entre l'expertise en isotopie et en sites et sols pollués de la conception de l'étude à l'interprétation des résultats.



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Échantillonnage

- Échantillonnage simple,
- Mode opératoire identique à celui des prélèvements classiques pour analyses chimiques,

Polluant

- Concentrations minimales en polluant de 10 à 30 µg/L pour un résultat juste et précis,

Résultats d'analyse

- Résultats obtenus en une seule campagne,
- Preuve de biodégradation = atout majeur pour gestion par atténuation naturelle
- Preuve tangible sur les processus mis en jeu (perte nette de polluant, types de dégradation),
- Technique de suivi très mature et recommandée par l'US EPA pour les BTEX et solvants chlorés dans les eaux souterraines.

INCONVÉNIENTS

Échantillonnage

- Importance de la localisation des prélèvements,

Polluant

- Étude de la biodégradation possible uniquement sur les molécules dont la dégradation engendre un fractionnement isotopique (polluant organiques avec moins de 11 ou 12 atomes de carbones),

Laboratoires, matériel d'analyse

- En France, à l'heure actuelle, seuls certains laboratoires universitaires ou d'établissements publics ont le matériel et l'expertise adaptés.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, technique utilisée sur le terrain pour certains polluants

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

L'échantillonnage sur site pour analyse isotopique est réalisé simultanément aux prélèvements pour analyse chimique, les durées de prélèvement étant similaires. Les délais d'analyse sont de l'ordre de deux semaines. A ces durées s'ajoutent le temps de traitement des données, d'une moyenne

de deux semaines. Le délai d'interprétation peut varier selon le contexte du site d'étude et selon l'objectif de l'étude. À noter que le faible nombre de laboratoires réalisant les analyses isotopiques peut ajouter une contrainte temporelle.

PHASE

PRÉLÈVEMENT

ANALYSE

TRAITEMENT

Délai associé



⌘: jour / ⌘⌘: semaine / ⌘⌘⌘: mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

De même que pour les délais, les coûts de l'échantillonnage sont faibles, à condition de disposer de piézomètres. Ils correspondent au coût d'un opérateur sur site. Il faut compter environ 3 000 € pour une étude isotopique simple mais ce prix peut augmenter selon le contexte et l'objectif de l'étude. Il est

à noter que le gain d'informations apporté par la CSIA lors d'une bonne coopération peut limiter l'effort financier total d'une intervention. Il est également à mettre en relation avec les enjeux associés au site étudié.

PHASE

PRÉLÈVEMENT

ANALYSE

TRAITEMENT

Coût associé



€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Rapport ADEME - Guide Méthodologique pour l'Utilisation des Approches Isotopiques dans le Cadre de la Démonstration d'Atténuation Naturelle - Projet ATTENA – PHASE 2 - Juin 2013
- [2] USEPA - A Guide for Assessing Biodegradation and Source Identification of Organic Ground Water Contaminants using Compound Specific Isotope Analysis (CSIA) - EPA 600/R-08/14 - Décembre 2008
- [3] Méthodes isotopiques d'identification de l'origine des polluants métalliques et organiques dans les milieux - état de l'art et approche critique d'application – étude Record n° 09-138/1a - Octobre 2011



L'ISOTOPIE DU PLOMB

UNE APPROCHE ISOTOPIQUE POUR SUIVRE LES POLLUTIONS INORGANIKES

DESCRIPTION THÉORIQUE DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

L'approche isotopique du plomb est une technique qui permet de **faire le lien entre la présence de Plomb dans un échantillon et ses différentes sources possibles** : origine naturelle et une ou des sources de pollution.

Le Pb possède quatre isotopes plus ou moins présents naturellement : ^{204}Pb (1,4 %), ^{206}Pb (24,1 %), ^{207}Pb (22,1 %) et ^{208}Pb (52,4 %). Par définition, ces isotopes ont tous le même nombre de protons, mais un nombre de neutrons différent. Les isotopes ^{208}Pb , ^{207}Pb et ^{206}Pb sont radiogéniques, c'est-à-dire qu'ils sont issus de la décroissance radioactive d'un élément père, respectivement le ^{232}Th , l' ^{235}U et l' ^{238}U . Seul l'isotope ^{204}Pb est non radiogénique ; n'étant pas issu d'une décroissance radioactive, son abondance est donc restée constante au cours du temps depuis la formation de la Terre.

L'approche isotopique repose sur **l'analyse de la composition isotopique en plomb (Pb)** d'un échantillon. Cette composition isotopique correspond au rapport de masse entre deux isotopes et elle est représentée sous la forme d'un rapport d'abondance :

- Les rapports $^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$ (ou $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$) et $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ (ou $^{206}\text{Pb}/^{208}\text{Pb}$) sont les plus souvent utilisés dans le domaine de l'environnement pour des raisons techniques d'analyses (l'ICP-MS, ne permet pas l'analyse de l'isotope 204),
- Les rapports isotopiques utilisés historiquement $^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$, $^{207}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$ et $^{208}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$ sont néanmoins nécessaires pour mieux distinguer les multiples sources de pollution, car ils permettent d'avoir la totalité des informations sur les concentrations originelles : ces rapports dépendent des concentrations d'origine en Pb, U et Th et de l'âge de la formation géologique émettrice.

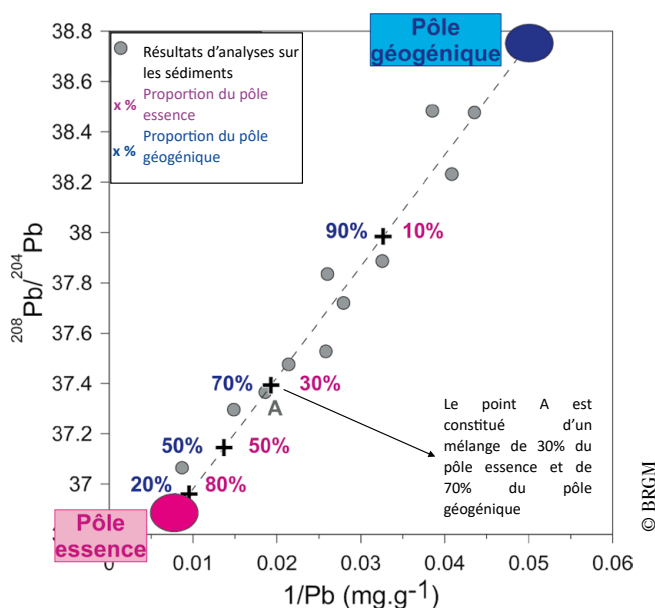
La gamme de variation des compositions isotopiques des différentes sources géologiques est très importante, à tel point qu'elle masque totalement les éventuels fractionnements isotopiques liés aux processus physico-chimiques. Ainsi, le **Pb dispersé dans l'environnement garde la composition isotopique du minéral dont il dérive**. On parle de **traçage de source** si le lien entre le Pb présent dans l'échantillon et ses sources (naturelles ou pollutions) a pu être réalisé. Pour cela, il est nécessaire :

- Que les sources potentiellement responsables de la pollution aient été préalablement identifiées et analysées et qu'elles possèdent des compositions isotopiques en Pb distinctes entre elles,
- Que la contribution naturelle (fond géochimique) soit également analysée et que sa composition isotopique soit

distincte de celles des sources potentielles de pollution.

Si ces conditions sont remplies, il est alors possible d'établir l'origine de la pollution en Pb et potentiellement d'en **identifier les responsabilités**.

Si les différentes sources de pollution sont bien caractérisées d'un point de vue élémentaire (teneur ou concentration en Pb) et isotopique (rapport isotopique), il est également possible **d'estimer, pour un échantillon, les proportions relatives des différentes sources de Pb**. La proportion de mélange est obtenue en comparant les résultats d'analyses de l'échantillon, pour un ou plusieurs rapports isotopiques, avec l'hyperbole (teneur en abscisse) ou la droite (inverse de la teneur en abscisse) de mélange théorique.



Droite de mélange théorique entre une source naturelle (pôle géogénique) et une source anthropique (pôle essence) obtenue à partir du rapport $^{208}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$ et de l'inverse de la teneur en Pb mesurés sur les sédiments d'un cours d'eau pollué aux essences.

CONTEXTE D'UTILISATION

L'approche isotopique n'a pas vocation à être déployée de façon systématique sur l'ensemble des sites pollués en plomb du fait de ses contraintes techniques et de mises en œuvre. Elle est à réserver pour des **études approfondies sur des secteurs où des problématiques spécifiques ont été identifiées** (sanitaires comme les cas de plombémie, dépassement des valeurs seuils).

Elle est principalement utilisée dans les **matrices solides** (sol, sédiment, particule atmosphérique). Son utilisation dans les **matrices liquides** (eau de surface, eau souterraine) n'est pas encore très répandue en raison des faibles teneurs en Pb de ces échantillons et du faible nombre de laboratoires disposant des appareils d'analyse et des protocoles pour les réaliser.

L'ISOTOPIE DU PLOMB

Cette technique fournit des informations ponctuelles dans le temps et dans l'espace, au niveau des points d'échantillonnage. Les informations sont complémentaires à celles apportées par l'analyse chimique du Pb en laboratoire.

À quelle étape ?

L'approche isotopique est essentiellement utilisable lors du **diagnostic** de site pollué, pour la compréhension de l'origine

POLLUANTS CONCERNÉS

L'isotopie du Pb est utilisable sur **toutes les pollutions comprenant du Pb**, que la pollution soit d'origine urbaine (trafic routier, rejet de stations d'épuration), agricole (effluent d'élevage, engrais) ou industrielle (mine, métallurgie, incinération des déchets).

Les pollutions anthropiques associent souvent le Pb à d'autres métaux comme le zinc dans les effluents de stations d'épuration ou le cuivre dans les pollutions liées au trafic routier. Dans le cas de pollutions multiples et complexes, il est intéressant de combiner les isotopes du Pb avec ceux d'autres métaux pour évaluer clairement l'impact des différentes

contributions anthropiques sur les cortèges métalliques.

du plomb sur le site et la détermination des responsabilités par traçage de source. En forensie environnementale, c'est l'un des indicateurs qui permet l'identification du responsable d'une pollution.

Dans un **programme de surveillance**, cette technique apporte un complément à l'analyse des teneurs en Pb. Elle permet de prendre des décisions de gestion et également de vérifier si les mesures de gestion mises en œuvre ont un impact favorable d'un point de vue sanitaire et environnemental.

L'approche isotopique du Pb peut également être couplée aux approches isotopiques de métaux soigneusement sélectionnés et identifiant le traçage de processus. Ce couplage permet une interprétation plus poussée des résultats obtenus indépendamment et une meilleure compréhension du site (discrimination des différentes sources, connaissance des processus mis en jeu). Il permet notamment de mieux comprendre les voies de transfert des polluants et le devenir des métaux dans l'environnement.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Pour le prélèvement sur le terrain, le matériel d'échantillonnage (pelles pour une matrice solide, tube de pompe pour une matrice liquide...) ne doit pas contenir de Pb ni de surface peinte contenant des pigments à base de métal. Les commandes de matériel sont établies auprès du laboratoire d'analyse (nombre et volumes de flacons, filtre, acide, etc.).

Pour l'analyse en laboratoire, seuls certains laboratoires spécialisés ont l'infrastructure et l'équipement adapté. L'analyse isotopique s'effectue par spectrométrie de masse. Les échantillons sont préparés en salle blanche, sous hotte à flux laminaire selon la norme ISO 14644-1. Tous les réactifs sont préparés avec de l'eau 18,2 M Ω .cm et de l'acide commercial de qualité suprapure redistillé en laboratoire.

Tout le matériel utilisé sur le terrain et en laboratoire (flacons, embouts de pipette...) est préalablement nettoyé en laboratoire avec de l'acide nitrique et/ou chlorhydrique, puis rincé soigneusement avec de l'eau à 18,2 M Ω .cm avant son utilisation.

MÉTHODOLOGIE

Une étude isotopique est réalisée suivant plusieurs phases distinctes : la définition de la stratégie d'échantillonnage, l'échantillonnage sur le terrain puis la préparation et l'analyse en laboratoire. Les résultats d'analyses ne suffisent pas, une interprétation des données par un spécialiste en fonction du contexte doit être ensuite menée.

Définition de la stratégie d'échantillonnage

La stratégie d'échantillonnage (milieu échantillonné, nombre et localisation des prélèvements) se prépare en coordination entre les différents partenaires de l'étude et l'expert en isotopie. Elle est à adapter au site selon la pollution et l'objectif recherché. De manière générale, il conviendra de prélever :

- Au moins 2 échantillons par source potentielle d'une pollution,
- Au moins 2 échantillons pour caractériser la contribution naturelle (fond géochimique),
- Un nombre suffisamment représentatif (au moins une dizaine) d'échantillons pour une étude approfondie sur un site afin d'assurer une bonne compréhension de l'origine de la pollution.

Échantillonnage sur le terrain

Le protocole de prélèvement est proche de celui réalisé pour une analyse chimique classique en ETM, avec des précautions particulières apportées pour minimiser les contaminations au niveau du flaconnage et du matériel d'échantillonnage.



Spectromètre de masse Neptune.

Pour un **échantillon de sol ou de sédiment**, la quantité de matériaux prélevée n'est pas régie par la teneur en Pb (généralement plusieurs centaines de mg/kg) qui est élevée par rapport à la quantité nécessaire pour l'analyse isotopique (250 ng en MC-ICP-MS). Afin de disposer d'un échantillon représentatif, un échantillon composite est réalisé à partir de prélèvements unitaires. Une quantité entre 500 g et 1 kg de sol ou sédiment est prélevée et tamisée à 2 mm sur le terrain ou en laboratoire.

Pour un **échantillon d'eau**, l'opérateur prélève sur le terrain quelques dizaines de mL à plusieurs L selon la concentration du milieu (généralement 0,1 µg/L à quelques µg/L). Lorsque les concentrations en polluant sont très faibles ou discontinues dans le temps, des échantillonneurs passifs DGT (Diffusive gradients in thin films) équipés d'une phase fixante à base de résine chélatante sont utilisés pour réaliser des prélèvements intégratifs. Ces échantillonneurs passifs sont actuellement en cours de développement.

Préparation et analyse en laboratoire

Les étapes préalables de préparation pour séparer et purifier le Pb du reste de la matrice sont longues, complexes et extrêmement contraignantes. Elles sont réalisées dans des laboratoires équipés de salle blanche et sous hotte à flux laminaire afin d'éviter toute contamination des échantillons par les poussières du milieu extérieur mais aussi les contaminations croisées entre échantillons.



Préparation d'échantillons en salle blanche.

La détermination de la teneur en Pb de l'échantillon est une étape préalable indispensable pour connaître la quantité d'échantillons à préparer en vue de l'analyse isotopique.

Les étapes sont adaptées à chaque matrice. Pour les matrices solides (sédiments, sols, particules atmosphériques), une étape de préparation physique (séchage, quartage et broyage en laboratoire classique) et de mise en solution (attaque micro-onde ou calcination suivie d'une attaque triacide sur plaque chauffante) est nécessaire. Les échantillons liquides (eaux de surface et souterraines) sont filtrés à 0,45 µm et acidifiés à pH ≈ 2 avec de l'acide nitrique puis évaporés sur plaque chauffante.

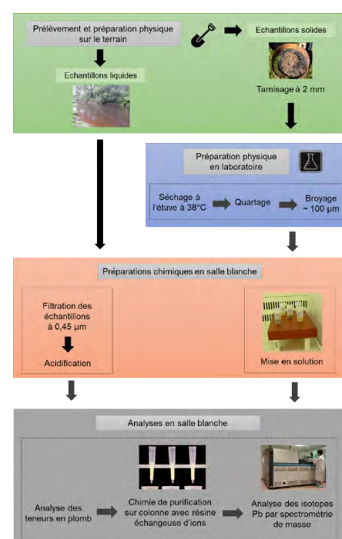
Après la mise en solution et/ou l'évaporation de l'échantillon, un protocole de purification chimique sur colonne avec résine échangeuse d'ions est réalisé en salle blanche afin de séparer le Pb des autres éléments présents dans l'échantillon. Il n'existe pas de méthode normalisée mais les contrôles internes et des inter-comparaisons entre laboratoires permettent de garantir la fiabilité de la méthode développée.

Les compositions isotopiques en Pb peuvent être déterminées par différents spectromètres de masse :

- Spectrométrie de masse quadripolaire à source plasma (Q-ICP-MS),
- Spectrométrie de masse à source « solide » (TIMS pour spectromètre de masse à thermo-ionisation),
- Spectrométrie de masse à source plasma et multi-collection (MC-ICP-MS).

Les techniques TIMS et MC-ICP-MS permettent de mesurer avec précision les rapports isotopiques normés à l'isotope 204 dont l'abondance est la plus faible (1,4 % du Pb total) alors que le Q-ICP-MS ne permet que de mesurer les rapports isotopiques impliquant les isotopes 206, 207 et 208. Pour les échantillons à faible teneur, comme ceux prélevés sur la plupart des matrices liquides, le MC-ICP-MS est préféré au TIMS en raison de sa meilleure sensibilité.

Enfin, les rapports de masse obtenus pour l'échantillon sont normalisés aux compositions d'un standard isotopique international (NIST SRM 981) pour corriger des variations de l'appareil de mesure.



© BRGM

Protocole expérimental pour les échantillons solides et liquides.

Interprétation

Le traitement des résultats est une prestation d'ingénierie réalisée par un expert en isotopie. Il met en relation les résultats d'analyses avec d'autres informations liées au site et au polluant, disponibles et préalablement transmises mais également avec les données de la littérature scientifique si elles existent. Les informations nécessaires au traitement dépendent de l'objectif fixé et de la complexité du site : contexte général du site, type de polluants et teneurs, paramètres physico-chimiques du milieu, historique potentiel de la contamination, identification et caractérisation des différentes sources ou encore caractérisation hydrogéologique du bassin versant ou de l'aquifère.

L'interprétation permet de déterminer l'origine du Pb et de calculer les proportions relatives des différentes sources si elles sont bien caractérisées d'un point de vue élémentaire et isotopique.

Point de vigilance

- L'interprétation des données de discrimination de sources de pollution repose sur une expertise solide, sur la connaissance du site et sur les méthodes d'acquisition.



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Polluant

- Plomb co-traceur d'un grand nombre de pollutions métalliques,
- Analyse possible pour des échantillons très peu concentrés en Pb.

Échantillonnage

- Échantillonnage simple,
- Rapide,
- Peu coûteux.

Résultats d'interprétation

- Technique robuste.

INCONVÉNIENTS

Échantillonnage

- Rigueur pour éviter la contamination des échantillons.

Laboratoires, matériel d'analyse

- Phase de préparation des échantillons longue et complexe en salle blanche,
- Réactifs chimiques nombreux et coûteux,
- Nécessite du personnel expérimenté,
- Rigueur pour éviter la contamination des échantillons,
- En France, à l'heure actuelle, seuls certains laboratoires universitaires et d'établissements publics ont le matériel et l'expertise adaptés.

Résultats d'interprétation

- Repose sur une expertise solide, sur la connaissance du site et sur les méthodes d'acquisition,
- Délais de rendu des résultats.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs développés, technique encore peu utilisée sur le terrain mais retour opérationnel dans des contextes d'émissions ETM (fonderies, mines...).

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase d'échantillonnage sur site est rapide et peut être réalisée par le même opérateur, conjointement à celle des analyses chimiques classiques. Les délais au laboratoire pour la préparation et l'analyse d'une série d'une dizaine d'échantillons sont relativement longs : quelques jours pour les liquides et quelques semaines pour les solides. Le faible nombre de laboratoires réalisant les analyses peut ajouter une contrainte temporelle. Il faut enfin compter plusieurs jours d'expert pour le traitement des résultats d'analyse

pour une étude isotopique simple. Cette période peut être augmentée de manière significative selon le contexte, le nombre d'échantillons analysés et l'objectif de l'étude et atteindre une dizaine de jours. Une campagne d'approche isotopique en plomb doit ainsi être bien préparée en amont du diagnostic pour intégrer et optimiser les délais de réalisation des mesures et surtout d'obtention des résultats afin de rester compatible avec les délais alloués à la phase de diagnostic.

PHASE	INVESTIGATIONS (PAR ÉCHANTILLON)	ANALYSE (PAR ÉCHANTILLON)	TRAITEMENT
Délai associé	⌘ ⌘ ⌘	⌘ ⌘ ⌘	⌘ ⌘ ⌘

⌘ : jour / ⌘⌘ : semaine / ⌘⌘⌘ : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

De même que pour les délais, les coûts de l'échantillonnage correspondent au coût d'un opérateur sur site. Le coût d'une analyse en laboratoire intègre la préparation, l'analyse, la vérification de la qualité et l'émission du rapport analytique

et est d'environ 500-600 € par échantillon pour les différents types de matrices. A ce coût analytique s'ajoute le prix de traitement des résultats obtenus par un expert qui produira une note ou un rapport technique.

PHASE	INVESTIGATIONS (PAR ÉCHANTILLON)	ANALYSE (PAR ÉCHANTILLON)	TRAITEMENT
Coût associé	€€€	€€€	€€€

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Rapport Aquaref - Les outils isotopiques dans la compréhension des cycles des nutriments (N, P), des sources et des transferts des métaux (Pb, Zn, Cu, Ni) dans l'environnement – Décembre 2018
- [2] Etude RECORD N° 09-0138/1A - Méthodes isotopiques d'identification de l'origine des polluants métalliques et organiques dans les milieux : état de l'art et approche critique d'application – Juin 2011.
- [3] Rapport BRGM/RP-66799-FR - Projet ISOP2 : Origine, mobilité et répartition eaux/sédiments des métaux (Pb, Zn, Cu) : exemple de deux sous-bassins versants (Argos et Egoutier) du bassin Loire-Bretagne - Juillet 2017



LA BIODISPONIBILITÉ ENVIRONNEMENTALE

L'INDICE SET, BIOINDICATEUR D'ACCUMULATION

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

La mesure des teneurs totales classiquement réalisée dans le domaine des sites et sols pollués permet de quantifier un danger potentiel lié à une pollution mais n'est pas forcément représentatif du risque pour les écosystèmes car elle intègre une partie de la pollution présente dans le sol non accessible aux organismes. Pour améliorer l'évaluation du risque, la mesure des teneurs totales peut être complétée par l'estimation de la **fraction biodisponible** (fraction du polluant susceptible d'être assimilée par un organisme et donc d'engendrer des effets délétères, voir fiche sur les outils d'évaluation des risques environnementaux).

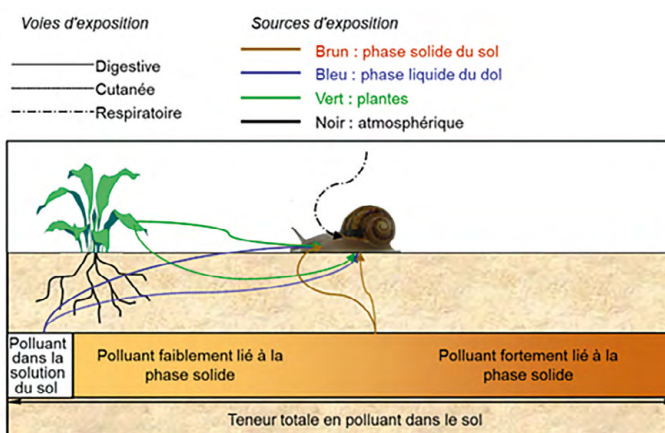
La fraction biodisponible et bioaccumulée peut être mesurée directement sur un organisme vivant et exposé à la pollution, l'organisme est alors considéré comme un bioindicateur d'accumulation. À l'image de l'indice PhytoAc sur les végétaux, **l'indice SET (Somme des Excès de Transferts)** est une technique biologique qui permet d'estimer la biodisponibilité

des polluants à l'aide d'un modèle animal, l'escargot.

La méthode est basée sur l'exposition des escargots sur site ou au laboratoire. À l'issue de l'exposition, une analyse permet de quantifier les polluants bioaccumulés dans les viscères des animaux. L'indice SET renseigne sur les excès de transfert des polluants dans les escargots par rapport à des valeurs de références correspondant aux teneurs dans les viscères habituellement rencontrées dans des escargots exposés sur sol non pollué et permet ainsi d'établir un classement du site selon un référentiel spécifique.

L'indice SET caractérise la biodisponibilité environnementale c'est-à-dire qu'il met en évidence les excès de transfert de polluants métalliques du sol vers les escargots pour un sol pollué par rapport à un sol non pollué. Ainsi l'indice SET est un indicateur de la biodisponibilité environnementale.

L'exposition d'escargots sur le site d'étude permet d'estimer les transferts de polluant vers les premiers maillons d'une chaîne trophique.



© d'après Pauget, 2011

CONTEXTE D'UTILISATION

L'indice SET est utilisable sur la plupart des sites. Il apporte une image réelle et ponctuelle de la mobilité et des transferts des polluants dans l'environnement pour mieux estimer les risques potentiels associés. Cette analyse vient en complément des analyses chimiques classiques qui permettent uniquement de caractériser la pollution.

Lors de la réalisation d'une exposition sur site, il faut tenir compte des conditions climatiques extrêmes (inondation ou sécheresse) et éviter les périodes de gel. Il est également indispensable que le site présente une couverture végétale, pour permettre aux escargots de se nourrir. Par contre, ces contraintes ne s'appliquent pas lors d'une exposition en laboratoire où les conditions sont contrôlées et les escargots nourris durant toute la phase d'exposition.

Seuls les transferts des sols superficiels sont étudiés pour une exposition sur site : les premiers centimètres pour la voie cutanée et l'ingestion de sol et indirectement les premiers décimètres via l'ingestion des plantes. Cette restriction de profondeur ne s'applique plus lors des expositions en laboratoire (les sols de tous les horizons peuvent être étudiés).

À quelle étape ?

Ce bioindicateur d'accumulation est essentiellement utilisé lors du **diagnostic approfondi**. Il renseigne sur les transferts de polluants qui ont lieu entre le sol, les plantes et les escargots et permet de mieux cerner les zones où les transferts et la bioaccumulation sont les plus importants.

Au moment du **plan de conception des travaux (PCT)** ou à l'issue de la réhabilitation, il permet de **conforter le choix de la technique de dépollution ou du mode de gestion du site** en mettant en évidence la réduction des transferts de polluant vers les escargots. Il peut également être utilisé en suivi de gestion lors d'opérations de phytomanagement.

L'indice SET-escargot peut enfin être utilisé dans le cadre d'un plan de **surveillance du site** réhabilité afin de s'assurer d'une gestion durable du site et d'une stabilité dans le temps du comportement des polluants dans le sol et de leur biodisponibilité.

LA BIODISPONIBILITÉ ENVIRONNEMENTALE

POLLUANTS CONCERNÉS

L'interprétation des concentrations mesurées dans les viscères est possible pour les éléments métalliques pour lesquels une TGV (Threshold Guide Value) a été déterminée sur des sols non pollués d'usages très différents comme des sols de prairie, de culture ou de forêt. Bien que le retour d'expérience soit plus important pour les polluants inorganiques, il existe

également des valeurs de référence (TGV) en laboratoire pour les 16 HAP et 7 PCB les plus courants.

Il est possible d'étendre l'utilisation de la méthode à d'autres substances qui ne disposent pas de TGV mais cela nécessite une adaptation de l'interprétation [4].

POLLUANT	As	Cd	Co	Cr	Cu	Hg	Mn	Mo	Ni	Pb	Sb	Se	Sn	Sr	Tl	Zn
TGV <i>in situ</i> (mg/kg MS)	0.307	2.27	6.676	2.01	184.7	0.198	/	4.428	5.249	12.9	0.076	/	0.058	125.7	0.259	1 490
TGV en laboratoire (mg/kg MS)	0.364	5.6	8.12	0.653	173	0.089	1 355	2.31	6.1	9.06	0.36	1.25	0.048	71	/	581

TGV de métaux et métalloïdes chez l'escargot C. aspersus exposé sur site ou en laboratoire à des sols non pollués.

POLLUANT	Naphtalène	Acénaphthylène	Acénaphthène	Fluorène	Phénanthrène	Anthracène	Fluoranthène	Pyrène	Benzo(a)anthracène	Chrysène	Benzo(b)fluoranthène	Benzo(k)fluoranthène	benzo(a)pyrène	dibenzo(a,h)anthracène	benzo(ghi)peryène	indéno[1,2,3-cd]pyrène	PCB 28	PCB 52	PCB 101	PCB 118	PCB 138	PCB 153	PCB 180
TGV en laboratoire (mg/kg MS)	26.1	16.9	13.7	6.45	4.20	9.63	1.92	1.83	1.44	1.47	2.28	2.01	6.45	4.08	5.31	5.25	0.12	0.18	0.18	0.24	0.51	0.36	0.23

TGV des 16 HAP et 7 PCB chez l'escargot C. aspersus exposé en laboratoire à des sols non pollués.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel nécessaire pour l'échantillonnage est classique. Pour une exposition sur site, il est nécessaire de s'équiper de boîtes de stockage en bois et de microcosmes (cylindres en acier inoxydable de 25 cm de diamètre et 25 cm de hauteur fermés par une grille de maille 0,5 ou 1 cm et maintenue par 3 à 4 tiges en inox, [4]). Pour une exposition en laboratoire, des boîtes en plastiques suffisent. Dans les deux cas, des escargots subadultes de 5 g environ sont utilisés.

Du matériel de laboratoire simple est à prévoir pour la réalisation du test : balance, boîtes plastiques pour le jeûne, élastiques, étuve pour séchage puis minéralisation des échantillons, tubes 50 mL et acide pour minéralisation des

tissus ou solvants pour extractions des polluants organiques.

Le matériel pour l'analyse des concentrations dépend de la nature de polluants :

- une ICP-MS (ou une ICP-AES) pour des polluants métalliques,
- une CG-ECD ou une HPLC MS/MS pour des polluants organiques.

ICP-MS : spectrométrie de masse à couplage inductif, ICP-AES : spectrométrie d'émission atomique à couplage inductif, CG-ECD : chromatographie gazeuse couplée à un détecteur à capture d'électrons, HPLC MS/MS : chromatographie liquide haute performance associée à un tandem de spectrométrie de masse.

MÉTHODOLOGIE

Les investigations sont réalisées suivant deux phases distinctes : l'exposition pendant 28 jours sur le terrain ou en laboratoire puis l'analyse et l'interprétation des résultats.

L'utilisation de l'indice SET n'est possible qu'avec la bioindication active car les TGV ont été calculées pour une durée d'exposition précise. La **bioindication active** correspond à l'apport d'individus d'élevage et donc naîfs de toute pollution, à la différence de la bioindication passive qui consiste à prélever des individus sur le terrain.

Avant l'exposition des escargots, il convient de choisir l'objectif de l'étude. Le protocole sur site permet de répondre

à une étude des transferts *in situ* intégrant l'ensemble des paramètres environnementaux tandis que le protocole en laboratoire permet de caractériser les transferts du sol seul.

Exposition

Avant l'exposition, une analyse des concentrations en polluants dans six escargots est réalisée. Les valeurs sont comparées aux valeurs de référence TGV si elles existent [4] pour vérifier que les escargots ne présentent pas de teneurs initiales anormales en polluants.

La méthode de bioindication active sur site consiste

à exposer les escargots dans des microcosmes qui sont placés sur les zones d'étude pendant 28 jours. Le nombre de microcosmes (1 à 3) est adapté à chaque site selon la surface, l'homogénéité de la pollution et les usages actuels et futurs. Il n'y a pas besoin de placer un microcosme témoin. Dans chaque microcosme, on place 15 escargots petits gris subadultes (5-6 g) issus de l'élevage ou d'éleveurs locaux. Entre la fin de leur élevage et la pose sur le terrain, ils peuvent être stockés au sec dans des boîtes en bois. Quelques heures avant d'être placés sur site, ils sont humidifiés pour les remettre en activité. Dans les microcosmes, ils sont exposés aux conditions naturelles d'exposition via le sol et les végétaux ayant poussé sur le site et à l'air ambiant. Les expositions ont lieu entre avril et novembre pour éviter les périodes de gel.

La méthode de bioindication active en laboratoire consiste à exposer les escargots au sol du site d'étude placé dans des boîtes plastiques. Deux centimètres de sol du site humidifié à 50% de sa capacité au champ sont déposés sur le fond de la boîte. Six escargots petits gris subadultes (5-6 g) issus de l'élevage ou issus d'éleveurs locaux sont exposés dans la boîte. L'exposition se fait en triplicat. Les escargots sont nourris 3 fois par semaine et les fèces sont retirées. Les expositions en laboratoire sont réalisables toute l'année.

Si une analyse de la cinétique d'absorption est envisagée, les escargots sont prélevés à différents temps d'exposition (2, 5, 7, 14, 21 et 28 jours d'exposition).



© Laboratoire Chrono Environnement

Exposition en microcosmes in situ (gauche et centre) et en laboratoire (droite).

Analyse

Après exposition, les escargots prélevés sont pesés, puis sont mis à jeuner durant 48 heures. Pendant le jeûne, les fèces sont ôtées toutes les 24 heures.

Les escargots sont ensuite congelés à -80°C. Après décongélation, le corps mou est retiré de la coquille, les viscères et le pied sont séparés puis séchés à l'étuve à 60°C jusqu'à masse constante. Pour les analyses de polluants organiques, les tissus sont analysés frais. Au total, 6 escargots sont nécessaires, les autres étant prévus pour tenir compte d'une éventuelle mortalité ou pour des mesures complémentaires.

Calcul de l'indice et interprétation des résultats

Les résultats d'analyse permettent de calculer les quotients d'accumulation (QA) pour obtenir l'indice SET. Un quotient d'accumulation supérieur à 1 caractérise un excès de transfert par rapport à un sol non pollué pour le polluant considéré.

$$QA = \frac{\text{Concentration médiane en contaminant après 28 jours d'exposition}}{\text{TGV du contaminant}}$$

L'indice SET met en évidence les excès de transfert du sol aux escargots. Pour les éléments traces métalliques, l'indice SET est calculé comme suit :

$$SET = \sum_{\text{polluants}} (QA - 1)$$

Interprétation des résultats

L'interprétation des résultats de l'indice SET permet une analyse relative entre les zones du site et ainsi cerner les zones où le transfert et la bioaccumulation sont les plus importants.

L'interprétation pour les éléments traces métalliques se fait à l'aide des bornes issues de programme de recherche.

Il n'existe pas à l'heure actuelle des bornes similaires pour les composés organiques. Cependant, en l'absence de bornes, et en considérant le fait que les composés organiques sont essentiellement d'origine anthropique, on peut considérer un SET >1 comme une anomalie.

ETAT DES TRANSFERTS	ABSENCE DE RISQUE	ZONE D'INCERTITUDE SUR LE RISQUE	RISQUE AVÉRÉ
Indice SET	0 à 7	7 à 58	> 58

Interprétation de l'indice SET pour les éléments traces métalliques.

AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Échantillonnage

- Réalisable par du personnel débutant,
- Mise en place rapide,
- Filière d'élevage d'escargots existante,
- Peu d'effets environnementaux par rapport aux méthodes de prélèvements conventionnelles,
- Technique non intrusive,

Résultats d'interprétation

- Intégration de tous les facteurs modulant la biodisponibilité des polluants métalliques du sol pour les escargots,
- Caractérisation des risques environnementaux,
- Indicateur intégrant l'ensemble des paramètres environnementaux,
- Utilisation possible dans la méthodologie TRIADE,
- Apporte des informations relatives à l'exposition de consommateurs de niveaux supérieurs (exposition directe et exposition via l'alimentation),
- Différentes informations obtenues selon le protocole sur site ou en laboratoire.

INCONVÉNIENTS

Échantillonnage

- Phase d'exposition de 28 jours,
- Utilisation d'organismes vivants,

Polluants

- Mesure l'accumulation des polluants non dégradés uniquement.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs développés, technique très peu utilisée sur le terrain.

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase d'investigation est la partie la plus longue car il est nécessaire de respecter un temps d'exposition de 28 jours et 2 jours de jeûne. Une à deux semaines sont ensuite nécessaires

pour la phase d'analyse des polluants en laboratoire et pour l'interprétation des résultats avec la rédaction du rapport.

PHASE

INVESTIGATIONS

ANALYSE ET TRAITEMENT

Délai associé



⌚: jour / ⌚⌚: semaine / ⌚⌚⌚: mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts d'investigations sur le terrain ou en laboratoire sont faibles car le temps d'exposition ne demande pas de maintenance particulière et le matériel est assez bon marché. Les coûts liés à la technique sont essentiellement justifiés par la préparation des échantillons, les analyses chimiques et le temps ingénieur passé sur l'analyse des données et la rédaction

du rapport. Le coût total pour l'étude d'une zone est compris entre 800 € et 2 500 € selon le nombre de zones étudiées. Ce prix peut être adapté selon le nombre de zones étudiées. Ce prix intègre le temps du personnel pour la pose et la récupération des escargots, la préparation des échantillons, l'analyse et l'interprétation des résultats.

PHASE

INVESTIGATIONS

ANALYSE ET TRAITEMENT

Coût associé



€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] A. de Vaulleury, B. Pauget & coll., UMR 6249 Chrono-environnement, Besançon – Fiche outil : Indice SET - Mai 2017

[2] Rapport ADEME – Les bioindicateurs de l'état des sols – Mai 2017

[3] Annette de Vaulleury & coll., Fiche Les escargots bio-indicateurs de la qualité des sols

[4] Norme NF EN ISO 24032 - Qualité des sols — Encagement in situ d'escargots pour la mesure de la bioaccumulation de contaminants – Décembre 2021

[5] Projet ADEME - COMBINE : Coupler des indicateurs chimiques et biologiques pour une évaluation intégrative des risques sanitaires et environnementaux - à venir

[6] M. Louzon et coll., Ex situ environmental risk assessment of polluted soils using threshold guide values for the land snail *Cantareus aspersus* – Sciences of the total environment, 721 - Mars 2020



LA BIODISPONIBILITÉ ENVIRONNEMENTALE

L'INDICE PHYTOAC, INDICATEUR DE LA BIOACCUMULATION DES ÉLÉMENTS TRACES MÉTALLIQUES DANS LES VÉGÉTAUX

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

Les végétaux supérieurs étant immobiles car fixés à leur substrat, leur nutrition minérale dépend directement des propriétés du sol sur lequel ils se développent. En tant que producteurs primaires, ils constituent un maillon essentiel des chaînes alimentaires et représentent une voie potentielle de transfert des polluants vers les consommateurs primaires et secondaires. La caractérisation des teneurs en polluants de la végétation d'un site représente donc un outil pertinent pour une bonne évaluation de la biodisponibilité environnementale et des risques de transfert des polluants vers les maillons trophiques supérieurs.

L'indice PhytoAc renseigne sur **la teneur totale en polluants dans la végétation d'un site pollué en excès par rapport aux teneurs habituelles rencontrées dans la végétation d'un sol non pollué**. Cet indice est basé sur **l'analyse de feuilles** (échantillon foliaire) prélevées sur un ensemble d'espèces caractéristiques de la communauté végétale du site. Il donne une image représentative des transferts à l'échelle de la végétation du site prise dans son ensemble.

CONTEXTE D'UTILISATION

La détermination de l'indice PhytoAc peut être envisagée sur **tous les sites présentant une végétation en place**, pour lesquels les études de sol ont **mis en évidence une pollution aux éléments traces métalliques**, quel que soit le ou les éléments traces métalliques et leurs teneurs, et où la question de la biodisponibilité des polluants présente un intérêt pour la gestion du site. Même s'il n'est pas nécessaire que la couverture végétale du site soit complète, il est préférable que la végétation présente soit répartie de façon homogène. De même, les campagnes d'échantillonnage doivent être, si possible, réalisées à l'optimum de végétation c'est-à-dire entre mi-mai et mi-juillet en climat tempéré.

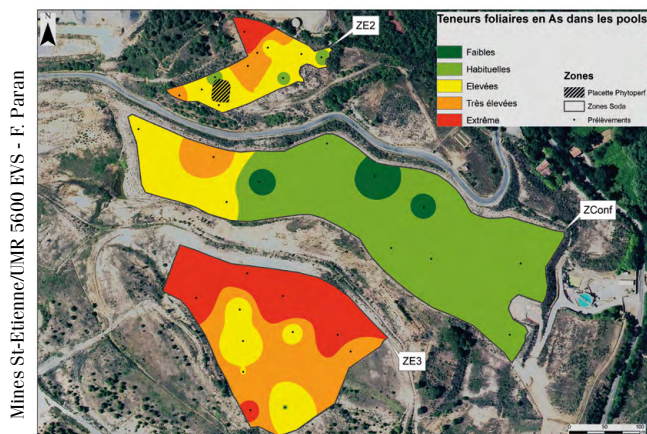
Cet indice peut être considéré **en complément des analyses classiques (teneurs totales)** dans les sols et des mesures de disponibilité environnementale réalisées lors du diagnostic initial du site. Les mesures d'analyses chimiques classiques permettent de mieux guider l'échantillonnage mais ne sont toutefois pas indispensables à la détermination de l'indice PhytoAc.

L'information fournie est une valeur moyenne renseignant sur la **bioaccumulation des polluants** dans la communauté végétale présente sur la zone explorée. L'indice PhytoAc obtenu indique la **phytodisponibilité environnementale c'est-à-dire la biodisponibilité des polluants pour les végétaux** et quantifie un éventuel **excès de transfert des éléments analysés vers la végétation du site par rapport à des teneurs de référence** considérées comme habituelles sur des sites non pollués.

À quelle étape ?

Cet outil est particulièrement pertinent lors du **diagnostic approfondi** et permet de mieux cerner les zones où les transferts et la bioaccumulation sont les plus importants. Les résultats obtenus avec l'indice PhytoAc permettent d'alimenter le **schéma conceptuel** sur la question des transferts vers l'environnement.

L'indice PhytoAc peut également être utilisé lors du **suivi de sites réhabilités**, afin de s'assurer de la gestion durable du couvert végétal, en termes de limitation des transferts. Il peut conduire à mieux orienter les modes de gestion et les usages futurs d'un site en reconversion mais ne remplace pas les mesures qui doivent être réalisées dans les milieux exposés, notamment les eaux souterraines et superficielles.



Exemple de cartographie de la phytodisponibilité de l'arsenic sur un site d'étude.

LA BIODISPONIBILITÉ ENVIRONNEMENTALE

POLLUANTS CONCERNÉS

La détermination de l'indice PhytoAc peut être envisagée pour **tous les éléments traces métalliques, à condition de disposer de données de référence** (valeurs habituelles sur des sols non pollués). A l'heure actuelle, des valeurs de référence sont disponibles pour **l'arsenic (As), le cadmium (Cd), le chrome (Cr), le cuivre (Cu), le nickel (Ni), le**

plomb (Pb) et le zinc (Zn).

L'indice n'est pas adapté aux polluants organiques tels que les hydrocarbures pour lesquels l'accumulation, le métabolisme et les produits de dégradation sont mal connus chez les végétaux.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

La partie terrain nécessite un matériel très simple : des ciseaux pour le prélèvement, des sachets pour le conditionnement et une glacière pour le transport. De même, le matériel de laboratoire reste classique et consiste en un broyeur, une étuve et un minéralisateur. Pour l'analyse, des techniques d'ICP (Inductively Coupled Plasma) masse (ICP-

MS) ou optique (ICP-AES) sont généralement choisies mais la technique d'absorption atomique peut également être utilisée. La sélection de la méthode analytique dépend des limites de quantification pour les différents éléments qui doivent être inférieures aux données de références.

MÉTHODOLOGIE

Prélèvement

La stratégie et le plan d'échantillonnage dépendent de la typologie du site d'étude (surface, occupation du sol, répartition des polluants) et de l'importance de la végétation en place. Le site d'étude est découpé en zones d'environ 10 à 100 m², en fonction de la taille du site et du couvert végétal.

Pour chaque zone d'intérêt retenue pour l'étude, cinq **échantillons foliaires** sont prélevés à chacun des 4 angles et au centre. Chaque échantillon est constitué de feuilles prélevées sur les trois à cinq espèces les plus abondantes au point de prélèvement (environ 1 g de feuille pour chaque espèce prélevée). L'identification des espèces n'est pas nécessaire, il suffit de s'assurer que les espèces prélevées sont différentes, mais elle est fortement recommandée.

Préparation et analyse

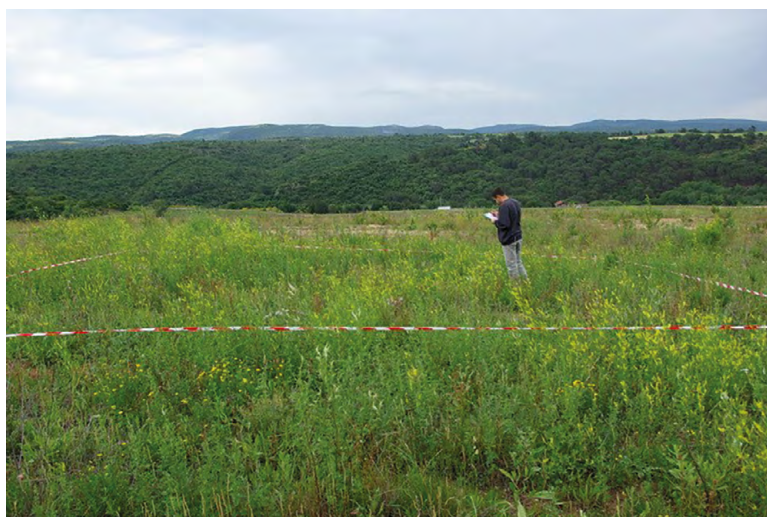
Les feuilles sont lavées individuellement à l'eau courante, séchées jusqu'à déshydratation complète (à l'air libre ou à l'étuve à 40°C), puis broyées (< 2 mm). Pour chaque point de prélèvement, un échantillon composite (pool) est préparé en mélangeant 50 mg (matière sèche) de chacune des

espèces récoltées (typiquement 3 à 5 espèces par échantillon composite) et est minéralisé par attaque acide avant mesure des teneurs en polluants par ICP-MS ou autre méthode de quantification adaptée au regard des enjeux analytiques.

Calcul des indices

Le calcul de l'indice PhytoAc est basé sur la **comparaison des distributions des teneurs foliaires** en polluant dans les échantillons du site étudié, **avec celles mesurées dans des échantillons de référence.**

Les valeurs de référence obtenues pour chaque élément dans le programme Bioindicateurs [1] renseignent deux variables : les teneurs foliaires médianes mesurées sur sols non pollués (Med_{Ref}) et la valeur d'analyse de la situation (vibrisse supérieure interne de la distribution de référence $VAS_{Ref} = Q_{75} + 1.5 \times (Q_{75} - Q_{25})$). Des valeurs de référence spécifiques au contexte local ou à d'autres éléments traces métalliques peuvent être constituées, selon les besoins de l'étude à l'aide d'un site de référence non pollué, à proximité du site d'étude et présentant des caractéristiques agropédologiques similaires à celles du site d'étude.



© Mines St-Etienne/UMR 5600 EVS - O. Faure

Prélèvements d'échantillons composites sur site.



ÉLÉMENT VALEURS DE RÉFÉRENCE	As	Cd	Cr	Cu	Ni	Pb	Zn
Med* _{Ref}	0,45	0,16	0,59	9,1	1,65	0,23	46,9
VAS** _{Ref}	1,72	0,67	1,32	17,4	6,12	0,67	105,3

* Médiane de la distribution de référence

** Valeur d'analyse de la situation : vibrisse supérieure interne de la distribution de référence

Valeurs de référence (mg/kg MS) proposées pour le calcul de l'indice PhytoAc

Pour chaque élément considéré, l'**excès de concentration foliaire** ($EC_{\text{élément}}$) est calculé sur chaque zone d'intérêt.

$$EC_{\text{élément}} = \frac{Med_{Obs}}{Med_{Ref}} \times Freq_{Out}$$

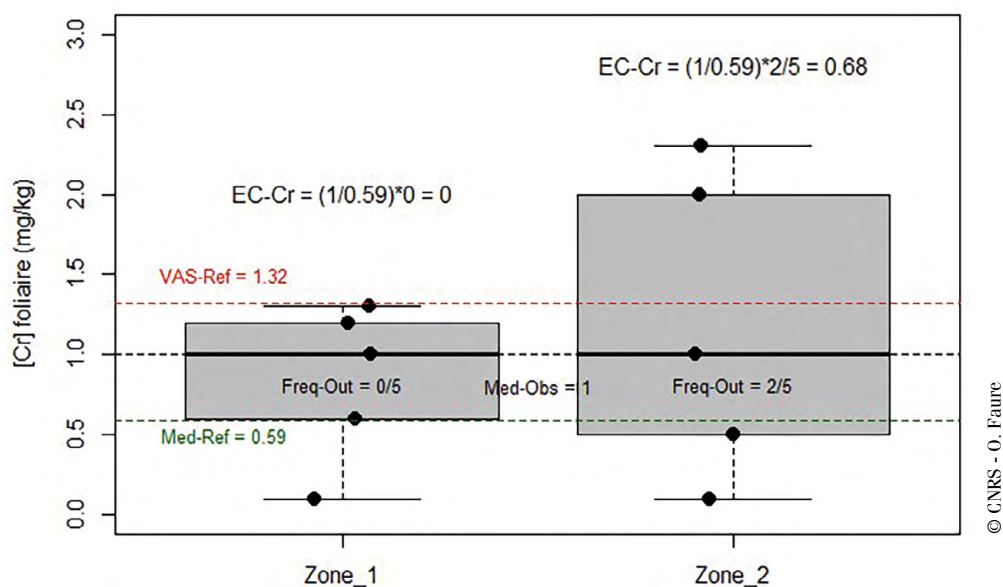
avec : Med_{Obs} = médiane de la distribution observée et Med_{Ref} = médiane de la distribution de référence,

$Freq_{Out} = \frac{\text{Nombre de mesures supérieures à } VAS_{Ref}}{\text{Nombre total de mesures}}$ la fréquence des valeurs inhabituelles (outliers) dans la distribution observée.

L'**indice PhytoAc** est ensuite calculé sur chaque zone en sommant les excès de concentration foliaire de chaque élément.

$$PhytoAc = \sum_{\text{éléments}} EC_{\text{élément}}$$

L'interprétation est enfin réalisée en comparant les indices PhytoAc calculés sur les différentes zones du site.



Représentation statistique des distributions de concentrations foliaires du chrome pour 2 zones d'un site d'étude et excès de concentration foliaire associé.

Points de vigilance

- La technique nécessite un taux de recouvrement de la végétation suffisant, sur tous les secteurs à caractériser.
- Le prélèvement sur plantes herbacées est à privilégier.
- Une évaluation de la diversité végétale du site et des zones de prélèvements est recommandée.
- Le calcul de l'indice est d'autant plus robuste que le nombre d'espèces végétales prélevées est important (prise en considération de la variabilité du comportement des espèces végétales vis-à-vis de la pollution).

AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Échantillonnage

- Prélèvement et échantillonnage rapides,
- Peu de connaissances en botanique nécessaires,
- Peu d'effets environnementaux par rapport aux méthodes de prélèvements conventionnelles,
- Technique non destructive et non intrusive,

Polluants

- Technique applicable avec un cocktail d'éléments traces métalliques,

Laboratoires, matériel d'analyse

- Matériel de laboratoire fréquemment retrouvé chez les prestataires d'analyses,

Résultat

- Mesure directe de la phytodisponibilité des polluants,
- Approche intégratrice : prend en compte l'interaction des substances entre elles, les autres paramètres physico-chimiques du milieu et les organismes (phytodisponibilité),
- Résultat par rapport à une référence simple à communiquer.

INCONVÉNIENTS

Investigations

- Réalisable au printemps ou début d'été afin de bénéficier d'un maximum d'espèces végétales différentes,

Polluants

- Calcul de l'indice pour un nombre limité de polluants,

Laboratoires, matériel d'analyse

- Pré-traitement des échantillons (lavage et séchage) à réaliser rapidement après prélèvement,

Résultats d'interprétation

- Valeurs de références pour un nombre limité de polluants.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



La technique est aboutie mais encore très peu utilisée sur le terrain.

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase d'échantillonnage sur site est très rapide et peut être réalisée en une journée pour un site de plusieurs hectares. Le pré-traitement des échantillons (lavage et le séchage) doit être mené rapidement après le prélèvement (conservation au frais quelques jours uniquement). Cette étape avant analyse peut prendre du temps si le nombre d'échantillons est élevé (2 jours pour une cinquantaine d'échantillons). Le temps

d'analyse est de l'ordre de la journée pour plusieurs dizaines d'échantillons mais les délais des laboratoires réalisant les analyses peuvent ajouter une contrainte temporelle vis-à-vis de la réception des résultats. Enfin, le traitement des résultats dépend de la taille du site et du nombre de prélèvements mais est de l'ordre de la journée.

PHASE

INVESTIGATIONS

ANALYSE

TRAITEMENT

Délai associé

⌚ ⌚ ⌚

⌚ ⌚ ⌚

⌚ ⌚ ⌚

⌚ : jour / ⌚⌚ : semaine / ⌚⌚⌚ : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

De même que pour les délais, les coûts de l'échantillonnage sont très faibles ; ils correspondent au coût d'un opérateur sur site (attention au travailleur isolé). Le coût d'une analyse en laboratoire est d'une centaine d'euros par échantillon pour la

préparation, l'envoi, l'analyse, la vérification de la qualité et le rapport analytique. À ces coûts s'ajoutent le prix de traitement des résultats obtenus par un ingénieur (environ 1000 € pour un site non complexe).

PHASE

INVESTIGATIONS

ANALYSE

TRAITEMENT

Coût associé

€€€

€€€

€€€

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] *Fiches outils ADEME - Bioindicateurs : des outils biologiques pour des sols durables* – Septembre 2012

[2] *Etude ADEME - Evaluation des transferts et des effets liés la contamination des sols dans le cadre d'un projet de réaménagement urbain à l'aide d'outils de type bioindicateurs* – Septembre 2015

[3] *Rapport ADEME - Identification de friches polluées éligibles à une reconversion écologique TIPOMO* – Juin 2022



L'ÉVALUATION ÉCOTOXICOLOGIQUE DE LA QUALITÉ DES SOLS

DES BIOESSAIS D'ÉCOTOXICITÉ POUR L'ÉVALUATION PAR EXPOSITION DIRECTE DE LA QUALITÉ DU SOL

DESCRIPTION THÉORIQUE DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

Les bioessais d'écotoxicité permettent l'étude des effets **toxiques** des substances, naturelles ou d'origine anthropique, et des matrices environnementales (comme un sol) sur des organismes vivants (microorganismes, végétaux, animaux).

L'évaluation écotoxicologique des sols repose le plus souvent sur des **essais réalisés en laboratoire avec des organismes modèles** dont la biologie et la sensibilité aux polluants sont généralement connues. Il existe deux approches complémentaires : l'**approche par exposition directe** à la matrice sol qui étudie les impacts de la matrice et/ou des polluants qu'elle contient sur des organismes et l'**approche indirecte** qui étudie les effets des polluants mobilisables par l'eau (via un éluât de ce sol) sur des organismes aquatiques. Dans cette fiche, seuls les effets par exposition directe à ce sol sont étudiés.

L'objectif de ces essais est de déterminer la toxicité d'un sol pour une espèce en caractérisant l'effet toxique sur un groupe d'individus de cette espèce. Les critères d'effets qui sont suivis sont variables : on distingue d'une part les effets dits **létaux**, qui entraînent la mort des organismes et qui surviennent souvent dans un court laps de temps après l'exposition au sol (**exposition aiguë**) et d'autre part les effets **sublétaux**, tels que l'inhibition de la reproduction ou de la croissance, qui apparaissent généralement après une exposition plus longue

(**exposition chronique**). Le résultat d'un essai d'écotoxicité s'exprime en pourcentage d'effet observé sur un critère par rapport à un groupe d'individu non exposé au sol à tester. Selon les critères d'effets suivis, les bioessais peuvent renseigner sur la présence de substances ayant un mécanisme d'action spécifique (génotoxique, mutagène, perturbateur du système endocrinien) ou leurs effets.

De très nombreux types d'essais existent pour évaluer les effets sur les organismes d'une ou plusieurs substances présentes dans le sol et leurs protocoles sont pour la plupart normalisés. Ils sont bien documentés dans la littérature scientifique et de nouveaux essais voient le jour chaque année. Une approche par **batteries de bioessais** est généralement préconisée pour caractériser le danger d'une matrice environnementale. Les bioessais qui constituent la batterie mettent en œuvre des organismes de niveaux trophiques et de groupes taxonomiques différents, pertinents pour évaluer les effets de la matrice sur la qualité du sol. Ils permettent également de couvrir les différentes typologies d'effets et sensibilités aux polluants. Le nombre d'essais dans la batterie est rationalisé pour sacrifier le moins d'organismes possible. Les données acquises donnent ainsi une information sur l'écotoxicité du sol testé pour les organismes modèles par rapport à un sol de référence.

Organismes concernés		Bioessais	Norme associée	Essai aigu	Essai chronique	Essai de génotoxicité
"Microfaune Mésosofaune"	Nématodes	Détermination de l'effet toxique d'échantillons de sédiment et de sol sur la croissance, la fertilité et la reproduction de <i>Caenorhabditis elegans</i>	NF ISO 10872		x	
	Acaréens	Inhibition de la reproduction de l'acarien prédateur (<i>Hypoaspis aculeifer</i>) par des contaminants du sol	NF EN ISO 21285		x	
	Collembolés	Essai d'évitement pour contrôler la qualité des sols et les effets des produits chimiques sur le comportement : essai avec des collembolés (<i>Folsomia candida</i>)	NF EN ISO 17512-2	x		
		Inhibition de la reproduction de <i>Collembola</i> (<i>Folsomia candida</i>) par des contaminants du sol	NF EN ISO 11267		x	
	Enchytrées	Effets de contaminants sur les Enchytraeidae (<i>Enchytraeus</i> sp.) - Détermination des effets sur la survie et la reproduction	NF EN ISO 16387		x	
Macrofaune	Lombrics	Détermination de la toxicité aiguë vis-à-vis de <i>Eisenia fetida</i> / <i>Eisenia andrei</i>	NF EN ISO 11268-1	x		
		Détermination des effets sur la reproduction de <i>Eisenia fetida</i> / <i>Eisenia andrei</i>	NF EN ISO 11268-2		x	
		Essai d'évitement pour contrôler la qualité des sols et les effets des produits chimiques sur le comportement - essai avec des vers de terre (<i>Eisenia fetida</i> et <i>Eisenia andrei</i>)	NF EN ISO 17512-1	x		
	Gastéropodes	Effets des polluants vis-à-vis des escargots juvéniles (<i>Helicidae</i>) - Détermination des effets sur la croissance par contamination du sol	NF EN ISO 15952		x	
	Scarabées	Effets des polluants vis-à-vis des larves d'insectes (<i>Oxythrea funesta</i>) - Détermination de la toxicité aiguë	NF EN ISO 20963	x		
Végétaux supérieurs		Détermination des effets des polluants sur la flore du sol - méthode de mesurage de l'inhibition de la croissance des racines	NF EN ISO 11269-1	x		
		Essai de détection de l'émergence des plantules de laitue (<i>Lactuca Sativa</i> L.)	NF ISO 17126	x		
		Détermination des effets des polluants sur la flore du sol - effets des sols contaminés sur l'émergence et la croissance des végétaux supérieurs	NF EN ISO 11269-2	x		
		Toxicité chronique sur les plantes supérieures	NF EN ISO 22030		x	
		Evaluation des effets génotoxiques sur les végétaux supérieurs - Essai des micronoyaux sur <i>Vicia faba</i>	NF EN ISO 29200			x

Principaux bioessais d'écotoxicité normalisés applicables sur des sols pollués.

L'ÉVALUATION ÉCOTOXICOLOGIQUE DE LA QUALITÉ DES SOLS

CONTEXTE D'UTILISATION

La conduite de bioessais peut être pertinente dans le cadre de la gestion des sites et sols pollués, en complément des analyses physico-chimiques classiquement réalisées, car ils intègrent les effets liés à la présence conjointe de divers polluants ainsi que certains paramètres complexes comme la spéciation et la biodisponibilité des polluants.

Ils sont mis en œuvre **sur tous types de sols** capables de supporter la vie. Au besoin, le sol testé est enrichi en nutriments (amendé) pour différencier les effets néfastes liés à la pollution de ceux liés à de faibles concentrations en nutriments. Un sol témoin non pollué et amendé est alors nécessaire pour pouvoir dissocier l'effet lié au polluant de celui lié aux paramètres agro-pédologiques du sol.

Les essais d'écotoxicité sont réalisés avec du sol **prélevé en surface** : la méthode est donc indiquée pour des sols pollués par des dépôts de déchets, des dépôts atmosphériques, des fuites accidentelles, des résidus miniers... ou par remontée d'une pollution souterraine. Les bioessais peuvent également être appliqués dans le cas de la valorisation de **terres excavées** afin de s'assurer de la qualité des terres à évacuer, éventuellement déjà excavées et entreposées.

À quelle étape ?

Les essais d'écotoxicité apportent une information exploitable à n'importe quelle étape dans la gestion d'un site pollué ; néanmoins, certains essais sont plus pertinents lors

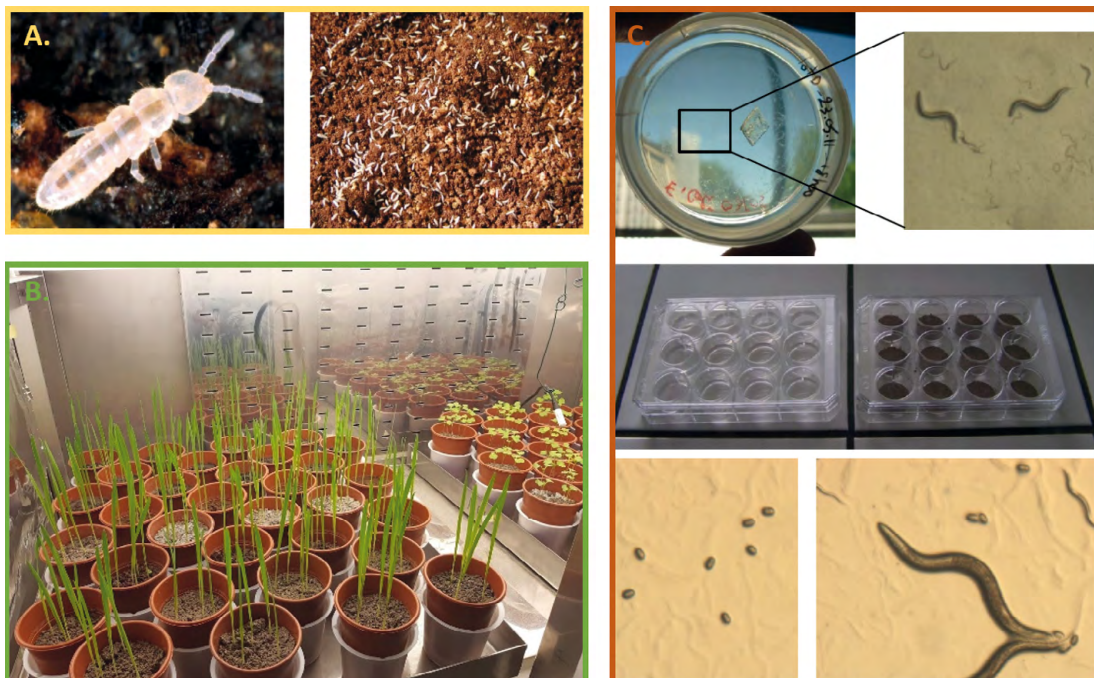
de certaines phases. La batterie de tests choisie dépend des questions associées aux polluants présents.

Lors du **diagnostic**, les bioessais permettent d'appréhender l'évaluation des risques pour les écosystèmes, car ils prennent en compte de nombreux paramètres :

- le danger lié aux substances dans le sol vis-à-vis des organismes,
- l'effet cocktail du mélange des substances présentes,
- les processus liés à la mobilité voire à la biodisponibilité des substances,
- les voies de transfert et d'exposition vers les cibles environnementales.

Lors de la mise en place des mesures de gestion, les bioessais permettent de **s'assurer de la compatibilité** entre le niveau de pollution sur le site ou l'état des terres excavées avec l'usage du site. Lors du **plan de gestion**, les essais aident au choix des techniques à mettre en œuvre et pendant le **plan de conception des travaux (PCT)**, ils permettent d'évaluer l'efficacité du traitement, de manière complémentaire à des résultats d'analyses chimiques. Ils peuvent également être utilisés en phase travaux dans le cadre du **suivi d'une opération de dépollution**.

Enfin, les bioessais peuvent être des outils à intégrer aux plans de **surveillance environnementale**, car ils sont adaptés pour mesurer l'évolution dans le temps des effets sur les organismes liés aux polluants, avant ou après dépollution.



Exemple de bioessais : A. Essai d'inhibition de la reproduction des collemboles par des polluants du sol ; B. Détermination des effets des polluants vis-à-vis des végétaux supérieurs (inhibition de l'émergence et de la croissance) ; C. Détermination des effets des polluants vis-à-vis de la croissance, la fertilité et la reproduction des nématodes.

POLLUANTS CONCERNÉS

Les méthodes sont intégratives et traduisent les effets toxiques de **l'ensemble des substances chimiques** présentes sur les organismes testés, de leur spéciation mais aussi des effets synergiques ou antagonistes qui peuvent avoir lieu lorsque l'on est en présence d'un mélange de substances.

L'effet de certains polluants est plus visible sur certains organismes ; la sélection des essais peut être optimisée en ce sens afin de pouvoir prendre en compte les espèces plus sensibles mais **l'inventaire des polluants dans le sol n'est pas nécessaire** pour garantir l'efficacité de la méthode.



MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel déployé dépend des bioessais envisagés. Ces bioessais sont, sauf exception, réalisés au laboratoire et nécessitent généralement un matériel courant tel que de la verrerie de laboratoire (bécher, cristalliseur...) et du matériel de culture (bain-marie, incubateurs...). L'environnement dédié à la prise en charge, la préparation et le stockage des sols doit être sécurisé s'ils présentent un danger pour le manipulateur (EPI, hottes aspirantes, congélateurs...).

Un environnement contrôlé en température, hygrométrie et éclairage est nécessaire à la fois pour maintenir en élevage les organismes modèles (nématodes, lombrics...) mais aussi

lors des phases d'exposition aux sols à tester. Pour cela, il est utile de disposer de pièces régulées ou de chambres climatiques dédiées.

Enfin, certains matériels optiques ou analytiques peuvent être nécessaires. Il s'agit le plus souvent de microscopes ou loupes binoculaires pour la détermination des critères d'effets ou encore de lecteur de microplaques pour les méthodes nécessitant de la colorimétrie ou de la fluorimétrie. Dans des cas plus spécifiques, du matériel de biologie moléculaire de base peut également être nécessaire pour mesurer certains effets subcellulaires.

MÉTHODOLOGIE

Les investigations sont réalisées suivant trois phases distinctes.

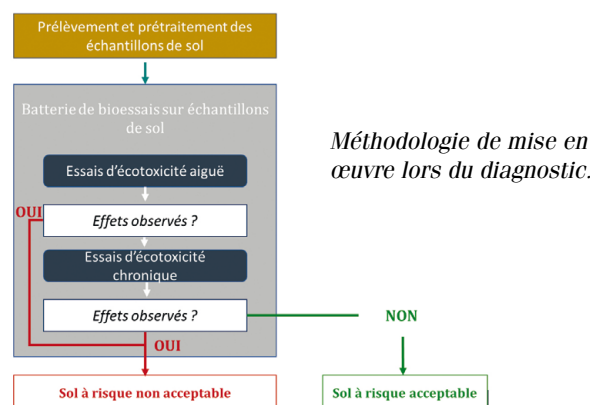
La **collecte des échantillons** se traduit par le prélèvement sur le terrain, à l'aide d'une pelle ou d'une tarière, d'une quantité de sol en un point donné du site ou en plusieurs points sur une zone du site (échantillon composite). Le sol est **prélevé en surface**, généralement dans les 20 premiers cm de profondeur, idéalement moins (5 à 10 cm). Cette profondeur correspond à la zone qui accueille la plus grande densité d'organismes et à la longueur racinaire de nombreux végétaux. Le plan d'échantillonnage (nombre et localisation des échantillons) est à adapter en fonction du site à étudier (superficie, hétérogénéité...). Il est important que les échantillons soient prélevés dans de bonnes conditions et soient représentatifs du sol à tester et de la zone étudiée ; le suivi des préconisations de la norme ISO 18400-203 permet de s'en assurer. Lors du prélèvement, le sol est généralement grossièrement tamisé sur site pour enlever les éventuels cailloux et/ou débris de végétaux. La quantité de sols nécessaire dépend du type de bioessai ou de la batterie de bioessais : de 1 kg de sol pour la réalisation ponctuelle de certains bioessais (essais sur nématode ou sur bactéries) à plus de 30 kg pour les batteries de tests les plus complètes.

Le sol prélevé peut, au besoin, être conservé dans une enceinte réfrigérée ou congelée, dans une durée aussi courte que possible et adaptée aux essais envisagés (selon la norme NF ISO 18400-206), pendant des conditions limitant l'activité microbienne et respectant autant que possible les conditions redox.

La **mise en œuvre des essais** est réalisée en laboratoire. L'échantillon est tamisé à 4 mm ou 2 mm, homogénéisé et caractérisé. A minima le pH, le taux d'humidité et la capacité de rétention d'eau doivent être déterminés. Pour certains tests, une étape de congélation est nécessaire afin de débarrasser l'échantillon de la faune indigène. En fonction de l'objectif à atteindre, le **choix des essais d'écotoxicité** par un spécialiste du domaine et leur mise en œuvre sont différents :

- Lors du **diagnostic**, la réalisation d'une **batterie de bioessais complète** (plus de trois essais) est nécessaire pour caractériser le risque que représente la présence de polluants dans le sol. La sélection de la batterie de tests prend en considération les différents effets mesurés (toxicité aiguë, toxicité chronique, génotoxicité) et les différents niveaux trophiques des organismes testés (végétaux, consommateurs primaires, secondaires, décomposeurs...) pour déterminer quels sont les points les plus préoccupants sur une zone polluée. Dans un premier temps, des essais simples et peu coûteux sont réalisés (essais aigus ou court

terme). Ils permettent d'identifier les zones très polluées qui ont des impacts observables rapidement sur les organismes (mortalité ou germination par exemple). Dans un second temps, des essais plus complexes sont réalisés sur les échantillons pour lesquels aucun effet significatif n'a été démontré lors de la réalisation des essais à court terme. L'objectif est de renseigner les effets à long terme (impact sur la croissance des plantes, succès de la reproduction des invertébrés...) liés à une exposition chronique aux substances polluantes présentes dans le sol.



- Pendant le **plan de conception des travaux et le suivi de dépollution**, les bioessais sélectionnés doivent permettre de choisir entre des techniques de traitement à mettre en œuvre mais aussi de renseigner sur l'efficacité du traitement.
- Lors de la **surveillance environnementale**, les bioessais choisis, rapides et peu coûteux, peuvent être utilisés pour surveiller l'évolution des impacts du sol sur les organismes vivants après vérification de leur pertinence vis-à-vis des concentrations résiduelles à surveiller.

Le **traitement des données et l'interprétation des résultats** font intervenir les compétences d'un spécialiste du domaine. Le résultat des observations réalisées sur les organismes exposés au sol pollué à évaluer sont comparés à ceux obtenus sur un ou plusieurs sols « témoin ». Le résultat s'exprime en pourcentage d'effet observé sur un critère (concentration qui provoque x % d'effet) par rapport à une situation de référence (essai témoin). Pour mettre en évidence un impact sur les organismes testés, le résultat obtenu sur un sol pollué doit être statistiquement différent de celui obtenu sur un sol témoin et doit présenter un effet significatif sur le fonctionnement ou la structure des écosystèmes.

AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Échantillonnage

- Simple à mettre en œuvre,
- Pratique commune avec l'échantillonnage pour analyses chimiques classiques.

Polluants

- Utilisable quels que soient les polluants,
- Connaissance des polluants présents non nécessaire mais recommandée pour la sécurité des manipulateurs.

Laboratoires, matériel d'analyse

- Pas de matériel d'analyse coûteux.

Résultats d'interprétation

- Expression du résultat en pourcentage d'effets par rapport à un témoin simple à communiquer,
- Approche intégratrice : prends en compte l'interaction des substances entre elles, les autres paramètres physicochimiques du milieu, et les organismes (biodisponibilité).

INCONVÉNIENTS

Échantillonnage

- Utilisation jusqu'à 30 kg de sol.

Laboratoires, matériel d'analyse

- Nécessité de maintenir un élevage d'organismes ou de les commander.

Influence sur les résultats et incertitudes

- Certains paramètres du sol (structure, composition) peuvent être un facteur confondant avec l'effet des polluants,
- Influence de l'hétérogénéité spatiale et temporelle des échantillons sur les résultats.

Résultats d'interprétation

- Interprétation des résultats par un spécialiste du bioessai testé,
- Nécessité de connaître la robustesse des tests pour l'interprétation des résultats obtenus.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs développés, technique utilisée sur le terrain

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase d'échantillonnage sur site est rapide : il faut compter 2 heures pour le prélèvement et le tamisage de 3 points. Le temps de réalisation des bioessais est variable selon le bioessai ou la batterie de bioessais : de 24 à 48 h pour les essais les plus courts à plusieurs semaines/mois pour des

essais chroniques avec des organismes ayant un cycle de vie plus long. Le faible nombre de laboratoires privés réalisant les analyses peut également ajouter une contrainte temporelle. Il faut ensuite compter quelques jours pour le traitement des données, la mise en forme et l'interprétation des résultats.

PHASE

DIAGNOSTIC

DÉPOLLUTION (PG, PCT, SUIVI)

SUIVI ENVIRONNEMENTAL

Délai associé

⌘ ⌘ ⌘

⌘ ⌘ ⌘ > ⌘ ⌘ ⌘

⌘ ⌘ ⌘

⌘ : jour / ⌘⌘ : semaine / ⌘⌘⌘ : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts de l'échantillonnage sont faibles et correspondent au coût d'un ou deux opérateurs sur site (les grandes quantités de sols à tamiser sont plus simples à gérer en binôme). Dans l'idéal, les essais sont réalisés en une fois pour un nombre d'échantillons qui dépend des dimensions du laboratoire (5 à 8 échantillons en moyenne). Le coût d'un essai court

terme est compris entre 100 et 300 € alors que celui d'un essai long terme est compris entre 1 000 et 2 000 €. Le coût d'une batterie d'essai complète (court terme + long terme) est estimé entre 2 000 et 5 000 € pour 1 à 3 échantillons. A ces coûts s'ajoute le prix de traitement des résultats obtenus par un spécialiste.

PHASE

DIAGNOSTIC

DÉPOLLUTION (PG, PCT, SUIVI)

SUIVI ENVIRONNEMENTAL

Coût associé

€€€ > €€€

€€€ > €€€

€€€

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Pandard, P. (2006). "Selecting a battery of bioassays for ecotoxicological characterization of wastes." *Science of the Total Environment*
- [2] Thomas, J. M. (1986). "Characterization of Chemical Waste Site Contamination and Determination of Its Extent Using Bioassays." - *Environmental Toxicology and Chemistry*
- [3] Thèse M. Louzon - Développement d'indicateurs chimiques et biologiques pour l'évaluation des risques environnementaux des sites et sols contaminés – octobre 2020
- [4] Norme NF ISO 18400-206 – Qualité du sol – échantillonnage : collecte, manipulation et conservation de sols destinés à l'évaluation de paramètres biologiques fonctionnels et structurels en laboratoire



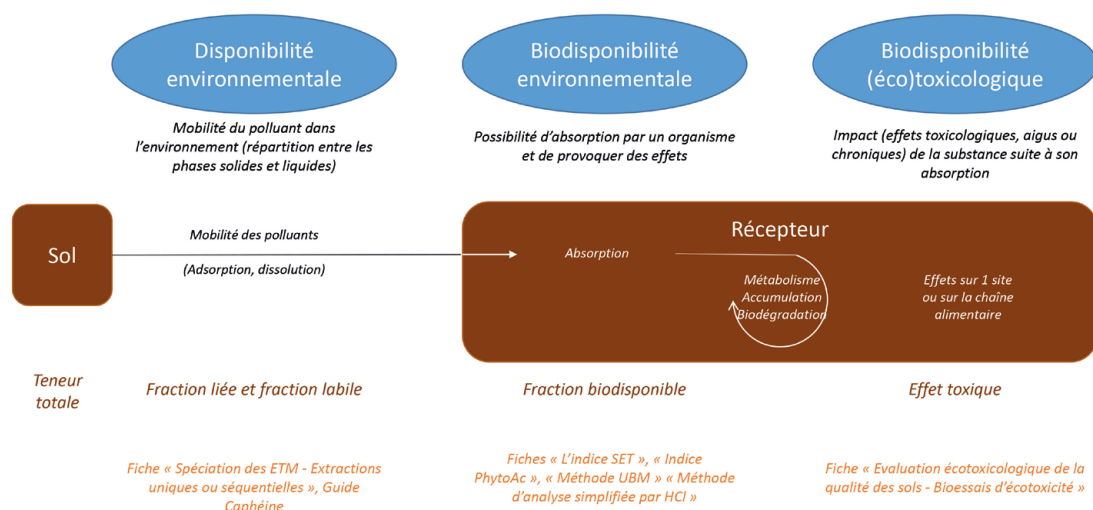
DISPONIBILITÉ ENVIRONNEMENTALE, BIODISPONIBILITÉ ENVIRONNEMENTALE ET BIODISPONIBILITÉ ECOTOXICOLOGIQUE

OUTILS D'ÉVALUATION DES RISQUES ENVIRONNEMENTAUX

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

Dans le domaine des sites et sols pollués, il est usuel d'identifier et de quantifier les polluants dans les différents milieux. C'est la **teneur totale** qui est classiquement mesurée : elle comprend la fraction liée au sol qui n'est pas assimilable par les organismes et la fraction labile qui leur est plus ou moins accessible. Elle ne permet pas d'estimer réellement les impacts d'une pollution car elle surévalue la plupart du temps le risque pour les écosystèmes en intégrant

la partie non accessible aux organismes [1]. Pour améliorer la pertinence de l'évaluation du risque, les mesures de teneurs totales peuvent être **complétées par des analyses de la fraction biodisponible** (ce qui est réellement disponible pour le vivant) ou de la fraction biodisponible (ce qui est assimilé par le vivant) qui renseignent sur le comportement du polluant dans le sol, permettant ainsi une **meilleure caractérisation des milieux et une meilleure évaluation des risques**.



Schématisation des notions de disponibilité environnementale, biodisponibilité environnementale et biodisponibilité écotoxicologique.

La **disponibilité environnementale** gouverne les processus physico-chimiques qui influent sur la **répartition de la substance entre la phase solide et la phase liquide du sol** et donc sur sa **mobilité**. Elle dépend des caractéristiques agropédologiques du sol (typologie, granulométrie, pH, potentiel Redox, teneur en matière organique et en argile...) et du type de pollution (origine, substance et teneur). La caractériser consiste à mesurer la fraction dissoute à partir de la concentration dans l'eau interstitielle des sols directement mobilisable par les organismes. En première approche, il est possible de l'estimer avec des modèles faisant intervenir des coefficients de partition sol/eau.

La **biodisponibilité environnementale** représente la **fraction de la teneur d'une substance réellement assimilée par un organisme qui provoque des effets** [1]. Elle dépend de processus physiologiques régissant l'absorption et la bioaccumulation de la substance et donc du mode d'exposition et/ou d'alimentation des organismes. Elle varie selon les espèces exposées et les substances. L'information sur cette biodisponibilité dans le sol est

rarement recherchée. On peut quantifier la biodisponibilité environnementale à l'aide de bioindicateurs d'accumulation qui mesurent la quantité de polluant réellement assimilée par des organismes vivants exposés aux polluants, sur le terrain ou au laboratoire, et qui permettent une interprétation par rapport à des référentiels. Une analyse plus robuste consiste à utiliser de façon conjointe sur un site des approches chimiques et biologiques pour mesurer la fraction biodisponible dans le sol et son transfert aux organismes exposés.

La **biodisponibilité (éco)toxicologique décrit les effets toxicologiques**, aigus ou chroniques, à la suite de l'absorption par un organisme vivant de la matrice polluée (sol, eau, sédiment). Elle dépend du récepteur biologique, de la matrice et des substances présentes. La mesure de ces effets, par exemple un pourcentage d'inhibition de la croissance d'une plante, rend compte à la fois de la biodisponibilité des polluants et de la toxicité de ces derniers. Ces techniques sont capables de caractériser l'exposition pour les écosystèmes liés à un sol pollué. Elles sont mesurables à l'aide de bioindicateurs d'effet.

CONTEXTE D'UTILISATION

Les outils d'évaluation de l'exposition du vivant s'utilisent **en complément de l'analyse de la teneur totale des substances dans le sol** : ils précisent la mobilité et les transferts de la substance dans l'environnement. La sensibilité de ces techniques dépend du type de sol, des substances polluantes mais aussi des organismes exposés à la pollution.

A quelle étape ?

Les essais pour déterminer la (bio)disponibilité environnementale sont utilisables à toutes les étapes de gestion d'un site pollué mais sont particulièrement importants dans les études d'**évaluation de l'exposition des organismes vivants aux polluants du sol**.

La détermination de la (bio)disponibilité environnementale est une aide au **diagnostic**, dans les procédures d'évaluation des risques écologiques, pour statuer sur le **transfert des polluants du sol vers les matrices environnementales** (eaux et écosystèmes terrestres) et ainsi mieux évaluer

l'exposition puis le risque lié à la pollution. Il existe pour certains essais, un référentiel permettant de déterminer le caractère « anormal » du transfert des polluants vers les organismes vivants [3].

Lors des travaux, au moment **du plan de conception des travaux** (PCT) ou du suivi de dépollution, mais aussi lors de la surveillance environnementale, les données obtenues permettent de **conforter le choix de la technique de dépollution ou du mode de gestion du site** lorsque des solutions fondées sur la nature ont été choisies pour gérer la pollution résiduelle. Ces essais permettent alors d'estimer l'exposition du vivant ou d'orienter vers des mesures de gestion pour limiter l'exposition. Ils peuvent conduire à mieux orienter les modes de gestion et les usages futurs d'un site en reconversion mais ne remplacent pas les mesures qui doivent être réalisées dans les milieux exposés, notamment les eaux souterraines et superficielles.

POLLUANTS CONCERNÉS

L'analyse de la disponibilité et de la biodisponibilité environnementale est possible sur l'ensemble des polluants. Les techniques sont néanmoins différentes selon le type de polluant et il existe plus d'outils pour les polluants inorganiques

que pour les polluants organiques. La biodisponibilité est la plus étudiée pour les polluants inorganiques (As, Pb, Zn, Cd, Cr, Cu, Ni, Hg)

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel pour les essais d'extraction chimique nécessaire à l'estimation de la disponibilité environnementale correspond à du matériel de laboratoire classique avec éventuellement des solvants spécifiques (voir fiche « Extractions uniques ou séquentielles »).

Dans certains cas, la mesure de la bioaccumulation des polluants dans le vivant et la réalisation de bioessais de laboratoire nécessite du matériel spécifique lié à la mise en place d'un élevage de laboratoire et des chambres d'exposition aux conditions contrôlées (température, concentration, durée d'exposition).

MÉTHODOLOGIE

Les données concernant la (bio)disponibilité environnementale sont encore éparpillées, peu nombreuses dans la littérature et donc pas toujours adaptées au contexte étudié : la disponibilité environnementale du polluant dépend de la substance et du type de sol ; sa biodisponibilité environnementale dépend de sa concentration labile et de la capacité des espèces considérées à l'assimiler. Il est recommandé d'utiliser en priorité des **valeurs mesurées dans les milieux d'exposition (sols, eaux souterraines et superficielles) et dans les matrices biologiques (organismes vivants) prélevées directement sur le site d'étude**.

La méthodologie proposée pour l'évaluation de la (bio)disponibilité dépend des objectifs de l'étude :

- Les essais **d'extractions chimiques** sont à privilégier pour évaluer le comportement du polluant dans le sol et son éventuel transfert vers les eaux souterraines ou superficielles (disponibilité environnementale).
- Les essais de **bioaccumulation** dans le vivant et/ou **bioessais** sont à privilégier en complément de la mesure de l'évaluation de la disponibilité environnementale pour

évaluer le comportement du polluant et son transfert vers la chaîne trophique terrestre (biodisponibilité environnementale et (éco)toxicologique).

C'est l'objectif qui détermine l'essai ou la batterie d'essais à mettre en œuvre. La norme NF EN ISO 17402 [2] propose des essais par voie d'exposition spécifique ou par objectif mais ne fournit pas une sélection des meilleures méthodes applicables. Le choix de l'organisme est également guidé par différents critères : sensibilité aux polluants, présence sur le site et niveau dans les chaînes trophiques (producteur, consommateur primaire, consommateur secondaire).

Les quantités de sols à prélever peuvent varier de quelques centaines de grammes à plusieurs kilos (voire dizaines de kilo) dans le cas où l'on souhaite mettre en place une batterie d'essais étendue. En l'absence d'un référentiel adapté, la présence de sols identiques/similaires proches géographiquement en tant qu'**environnement local témoin non pollué** est nécessaire pour pouvoir réaliser des comparaisons. L'échantillon doit être prélevé dans les mêmes conditions (météo, saison). Pour les essais sur le vivant, ce sont les mêmes organismes qui doivent être échantillonnés.



FRACTION DE LA POLLUTION	CATÉGORIE D'OUTIL	OBJECTIF	EXEMPLE D'OUTIL : MÉTHODE / NORME / RÉFÉRENTIEL D'INTERPRÉTATION / MATURITÉ (* Â ***)
Mesure de la disponibilité environnementale	Extraction partielle par solvants (pour polluants organométalliques et ETM*) * Certains ETM tels que l'As et le Hg nécessitent de prendre des précautions particulières	Extraire les fractions disponibles des polluants inorganiques	Extraction des éléments traces biodisponibles (DTPA 0.005M) / NF ISO 14870 / Pas de valeurs seuils de référence / Maturité = ***
			Extraction des éléments traces (Acétate d'ammonium 1M + EDTA 0.01M) et dosage spectrométrique / NF X31-120 / RMQS / Maturité = ***
			Extraction des éléments traces disponibles (HNO ₃ 0.43M) / NF ISO 17586 / Pas de valeurs seuils de référence / Maturité = ***
			Extraction des éléments traces (CaCl ₂ 0.01M) / NEN 5704 / Pas de valeurs seuils de référence / Maturité = ***
			Extraction des éléments traces (NaNO ₃) / - / Pas de valeurs seuils de référence / Maturité = ***
			Extraction des éléments traces facilement solubles (NH ₄ NO ₃ 1M) / NF ISO 19730 / Valeurs fréquemment mesurées dans les sols dans l'annexe de la norme / Maturité = ***
	Extraction partielle par agent adsorbant (pour polluants organiques)	Extraire les fractions biodisponibles des polluants organiques	Extractions uniques ou séquentielles / NF EN ISO 12782, Bureau Communautaire de Référence – BCR : Quevauviller et al., (1993), Leleyter et Prosbt en 1999 adaptée du protocole de Tessier et al. (1979) / Pas de valeurs seuils de référence / Maturité = **
			Techniques d'extraction non exhaustives (Tenax) / XP ISO / TS 16751 / Maturité = **
	Lixiviation (pour polluants inorganiques)	Extraire les fractions solubles	Techniques d'extraction non exhaustives (Cyclodextrine) / XP ISO / TS 16751 / Maturité = **
Lixiviation rapport liquide/solide 2L/kg / NF EN ISO 21268-1 / Pas de valeurs seuils de référence / Maturité = ***			
Lixiviation rapport liquide/solide 10L/kg / NF EN ISO 21268-2 / Pas de valeurs seuils de référence / Maturité = ***			
			Lixiviation par percolation / NF EN ISO 21268-3 / Pas de valeurs seuils de référence / Maturité = ***
Mesure de la biodisponibilité environnementale	Echantillonneurs passifs	Extraire les fractions biodisponibles	DMT (Donnan Membrane Technique) / - / Pas de valeurs seuils de référence / Maturité = *
			DGT (Diffusive Gradient in Thin film, Gradient de Diffusion en couches minces) pour les métaux extractibles à l'eau / - / Pas de valeurs seuils de référence / Maturité = *
			SPMD (Semi Permeable Membrane Device) / - / Pas de valeurs seuils de référence / Maturité = *
			Bougies poreuses / - / Pas de référentiel d'interprétation / Maturité = *
	Bioindicateurs d'accumulation (pour polluants organiques et inorganiques)	Mesurer la bioaccumulation directement dans l'organisme exposé (plante ou invertébré), ponctuelle ou après plusieurs durées d'exposition pour quantifier les flux de transfert.	Indice SET escargots (Somme des excès de transfert) / ISO/DIS 24032 / Valeur de référence calculée par le laboratoire ayant mis en place la méthodologie / Maturité = ***
			Bioaccumulation vers de terre / Essai n°317 OCDE Ligne directrice de l'OCDE 207 / Valeur de référence calculée par le laboratoire ayant mis en place la méthodologie / Maturité = ***
			Indice PhytoAc / - / Valeur de référence calculée par le laboratoire ayant mis en place la méthodologie / Maturité = **
			RHIZOtest / NF EN ISO 16198 / Pas de valeurs seuils de référence / Maturité = ***
Mesure de la biodisponibilité (éco) toxicologique	Bioessais d'écotoxicité	Mesurer les effets toxiques sur les organismes vivants par exposition directe	Voir fiche « Evaluation écotoxicologique de la qualité des sols » / Maturité = ***

Catégories d'outils et exemples d'outils pour caractériser la fraction (bio)disponible ou (éco)toxicologique d'une pollution dans le sol.

INTERPRÉTATION

Les mesures réalisées mettent en évidence l'exposition et/ou l'impact des polluants sur la ressource en eau et/ou sur les organismes terrestres ou aquatiques.

L'idéal est de comparer les résultats obtenus sur sols pollués (concentration dans l'eau interstitielle, teneurs en polluants bioaccumulés dans le vivant...) aux valeurs obtenues sur sol non pollué pour un même organisme vivant ou aux teneurs habituelles rencontrées dans les sols non pollués ou dans le vivant sur des sols non pollués. Néanmoins, l'interprétation, réalisée en fonction du contexte et de l'objectif, est encore peu aisée car il existe peu de référentiels d'interprétation des données. Certains référentiels d'interprétation pour les essais de biodisponibilité environnementale sont disponibles grâce au programme Bioindicateurs de l'ADEME [3].

Points de vigilance :

- La disponibilité et la biodisponibilité environnementale ne sont pas fixes dans le temps, elles répondent aux variations environnementales (météo, saison) et à des processus physico-chimiques (RECORD, 2021). La récolte de végétaux sur le terrain doit être adaptée en conséquence et l'interprétation des résultats ne sera possible que si les échantillonnages ont eu lieu au cours d'une période similaire considérant le cycle de vie des animaux et/ou végétaux examinés.
- Il est nécessaire d'utiliser plusieurs outils pour améliorer la justesse de la mesure de la (bio)disponibilité environnementale. En l'absence de référentiel, le choix de la batterie des essais nécessite une certaine expertise.



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Échantillonnage

- Identique à un prélèvement de sol classique,
- Simple à mettre en œuvre,

Polluants

- Utilisable quels que soient les polluants pour la biodisponibilité environnementale,

Laboratoires, matériel d'analyse

- Essais réalisés en routine par les laboratoires,
- Pas de matériel d'analyse coûteux,

Résultats d'interprétation

- Approche intégratrice : prend en compte l'interaction des substances entre elles, les autres paramètres physico-chimiques du milieu et les organismes,
- Pour les extractions chimiques, une valeur par polluant.

INCONVÉNIENTS

Polluants

- Peu de techniques disponibles pour la mesure de la biodisponibilité des polluants organiques,

Influence sur les résultats et incertitudes

- Certains paramètres du sol (structure, composition) influent sur la biodisponibilité,
- Nécessite de prendre en compte l'évolution temporelle (météo, saison, cycle de vie de l'organisme) de la biodisponibilité,

Résultats d'interprétation

- Peu de référentiels d'interprétation,
- Chaque technique a son domaine d'application et présente des limites dans son utilisation,
- La complémentarité des outils et le choix de la batterie des essais nécessitent une bonne connaissance des outils.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, référentiels d'interprétation en cours de développement, outils peu utilisés sur le terrain et manque de retour d'expérience avec une méthodologie d'utilisation des batteries d'essais

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase d'échantillonnage sur site est similaire à un échantillonnage classique des sols sur un site pollué et peut être réalisée à la même occasion. La durée de mise en œuvre de la technique dépend des polluants et de la

combinaison d'essais sélectionnés : quelques jours pour une extraction à plusieurs mois pour certains essais avec élevage d'organismes.

PHASE

INVESTIGATIONS

ANALYSE (EXPOSITION, EXTRACTION, MESURE) ET TRAITEMENT DES RÉSULTATS

Délai associé



☒: jour / ☒☒: semaine / ☒☒☒: mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts d'analyse peuvent être élevés pour certains des essais qui sont mis en œuvre par des laboratoires spécialisés. Ils sont variables selon l'objectif de la mesure et de l'utilisation ultérieure des données. Pour les tests de lixiviation et ou

d'extraction, ils sont réalisés par les laboratoires commerciaux pour des coûts peu élevés (centaine d'euros pour l'extraction de quelques métaux pour un échantillon).

PHASE

INVESTIGATIONS

ANALYSE (EXPOSITION, EXTRACTION, MESURE) ET TRAITEMENT DES RÉSULTATS

Coût associé



€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] Etude TIPOMO - Identification de friches polluées éligibles à une reconversion écologique - rapport final. INERIS. Mines Saint-Etienne. Août 2022

[2] Norme NF EN ISO 17402 - Lignes directrices pour la sélection et l'application des méthodes d'évaluation de la biodisponibilité des contaminants dans le sol et les matériaux du sol - Août 2021

[3] Bioindicateurs : des outils biologiques pour des sols durables : fiches outils - 2017

[4] Guides du projet de recherche CaPhéInE CAractérisation des PHénomènes de transfert en zone INsaturée des Eléments traces - 2012 - Ademe, BRGM, l'INERIS, EDF et CEA dont Guide « Caractérisation de la mobilité des éléments traces minéraux dans la zone non saturée du sol : diagnostic du site »

[5] Les phytotechnologies appliquées aux sites et sols pollués (nouveaux résultats de recherche et démonstration). 2017 - ADEME, INERIS, ISA-Lille, Mines Saint-Etienne - 2017

LA BIOACCESSIBILITÉ ORALE DES ÉLÉMENTS MÉTALLIQUES

MÉTHODE UBM POUR L'ESTIMATION DE LA BIOACCESSIBILITÉ DE L'As, DU Cd ET DU Pb DANS LES SOLS

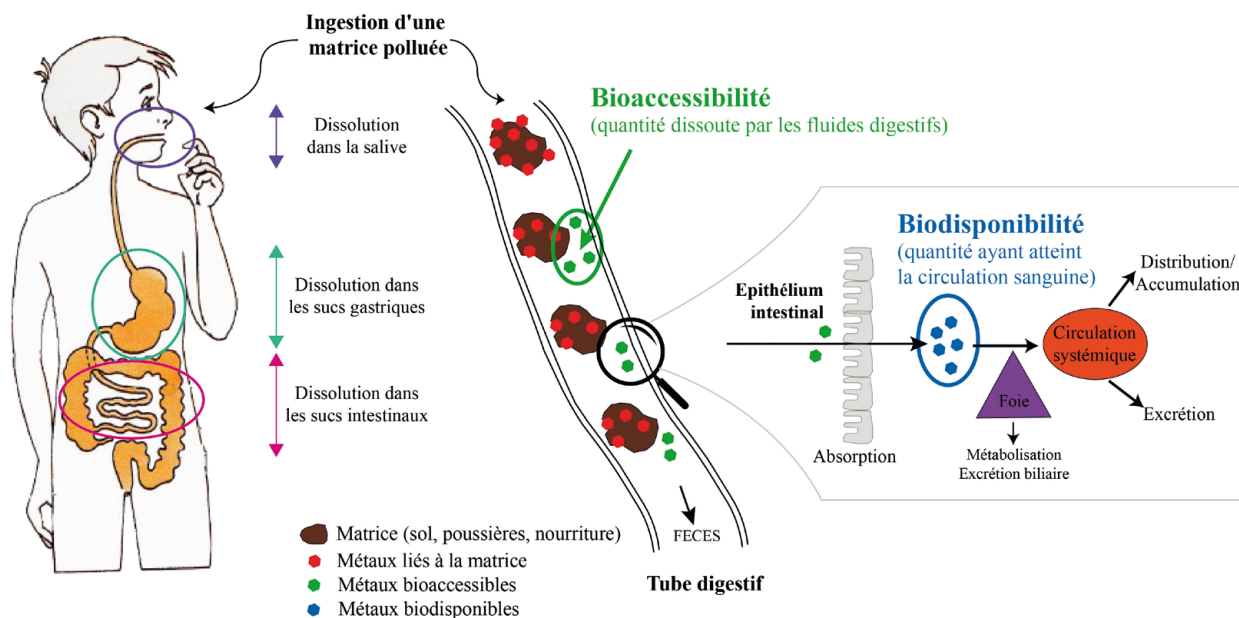
DESCRIPTION THÉORIQUE DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

L'estimation de la **bioaccessibilité** est une méthode d'essai en laboratoire, pour évaluer l'exposition humaine liée à l'ingestion de particules de terre. Elle permet de quantifier la fraction de polluant métallique capable d'être assimilée par l'organisme suite à la digestion par solubilisation dans le tractus gastro-intestinal. L'évaluation de l'exposition est ainsi plus proche des processus chimiques, biologiques et physiques réels.

La détermination de la bioaccessibilité orale est réalisée avec le test normalisé UBM (Unified Bioaccessibility Method, norme ISO 17924 [1]). Cette méthode d'essai a été validée par rapport à un modèle *in vivo* et est considérée comme la

méthode de référence pour l'arsenic, le cadmium et le plomb [2]. Le test UBM simule la libération d'éléments métalliques contenus dans un sol lors du passage par la bouche, l'estomac et l'intestin grêle. Il correspond à une série d'extraction chimiques utilisant des sucs salivaires et gastro-intestinaux synthétiques.

L'utilisation de la bioaccessibilité permet d'estimer la **biodisponibilité** c'est-à-dire la fraction du polluant étudié ayant atteint la circulation sanguine et susceptible de générer un effet toxique. Elle permet ainsi d'affiner l'estimation des expositions.



Schématisation des notions de bioaccessibilité et biodisponibilité en cas d'ingestion d'une matrice contaminée.

CONTEXTE D'UTILISATION

La mesure de la bioaccessibilité est applicable sur des terres provenant de sites et contextes environnementaux très différents c'est-à-dire avec des origines de pollution, des caractéristiques physico-chimiques et des gammes de concentrations en éléments métalliques et/ou organiques variées.

La mesure de la bioaccessibilité est complémentaire aux méthodes chimiques classiques pour un calcul plus réaliste des doses d'exposition lors de l'évaluation quantitative des risques sanitaires. La méthode usuelle consiste à prendre la concentration totale de l'élément dans le sol et pas la fraction biodisponible qui peut induire un effet toxique. Cette démarche

LA BIOACCESSIBILITÉ ORALE DES ÉLÉMENTS MÉTALLIQUES

conduit à une surestimation potentielle de l'exposition et des risques sanitaires.

La décision d'opter ou non pour la réalisation de mesures de bioaccessibilité à l'issue des diagnostics nécessite de tenir compte de différents éléments :

- Le site présente-t-il un risque sanitaire au regard des teneurs totales ?
- L'ingestion de sol est-elle considérée comme une voie d'exposition prépondérante ?
- L'évaluation des expositions et des risques serait-elle suffisamment sensible à une variation de la biodisponibilité ?
- La réalisation de mesures de bioaccessibilité est-elle pertinente tant en termes de coût des opérations de réhabilitation qu'en termes d'opérationnalités vis-à-vis des mesures de réhabilitation ?

Des études exploratoires permettent également de guider le choix des échantillons destinés aux mesures de bioaccessibilités avec le test UBM, comme :

- La mesure de la spéciation, de certains paramètres physico-chimiques de sols comme la granulométrie des sols, le pH, les teneurs en matière organique, CaCO_3 total, Fe libre, Al libre, Al total, Fe total, P_2O_5 total, chlorures ([6] et [8]) ;

- La méthode d'analyse de la bioaccessibilité simplifiée par HCl, comme étape de screening pour l'estimation de la bioaccessibilité de l'As, du Cd et du Pb dans les sols (voir fiche associée et [5]).

À quelle étape ?

La mesure de la bioaccessibilité est une technique mise en œuvre lors du **diagnostic approfondi** de site. Elle fournit des résultats qui permettent d'ajuster l'évaluation des expositions humaines suite à l'ingestion de particules de terres polluées. Prendre en compte la bioaccessibilité au lieu des concentrations totales des polluants permet de mieux évaluer les expositions et les risques sanitaires, et donc d'optimiser les mesures de gestion des sites associés.

Dans la démarche d'**Interprétation de l'État de Milieux** (IEM), son recours permet d'affiner les évaluations quantitatives des risques sanitaires avant de s'engager, si nécessaire, ou le cas échéant dans une démarche de plan de gestion.

Dans la démarche de **plan de gestion** (PG), la prise en compte de la bioaccessibilité est réservée à des situations singulières ou recommandée pour décider de l'intérêt éventuel d'un dépistage dans le cas du plomb et de l'arsenic ([3] et [4]).

POLLUANTS CONCERNÉS

La méthode de mesure de la bioaccessibilité orale par le test UBM est utilisable pour l'As, le Cd et le Pb. Le test UBM a été validé par rapport à un modèle *in vivo* pour ces trois éléments métalliques du fait de leur toxicité et de leur occurrence.

Le protocole peut être utilisé pour d'autres éléments métalliques, cependant l'interprétation des résultats est à réaliser avec précaution. Les données obtenues sont indicatives et ne peuvent pas être intégrées à l'heure actuelle dans des calculs d'expositions et de risques sanitaires.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le conditionnement des échantillons de sol sur le terrain est fait dans un simple flacon car les polluants inorganiques étudiés ne sont pas volatils.

Le matériel nécessaire au laboratoire est composé :

- D'une étuve inférieure à 40 °C pour le séchage des terres ;
- D'une tamiseuse ou d'un broyeur pour la réalisation du tri granulométrique et l'obtention de la fraction fine inférieure à 250 µm ;
- D'une balance de précision d'au moins 1 mg ;
- D'une étuve, bain-marie ou incubateur pouvant maintenir une température de 37 ± 2 °C ;
- D'agitateurs dont agitateurs magnétiques ;
- D'une centrifugeuse pouvant atteindre 4500 g ;

- D'un pH-mètre de précision d'au moins 0,05 unité de pH ;
- De tubes à centrifuger en polycarbonate munis de bouchon à vis en polypropylène ;
- De petits matériels courants (flacons à bouchon filetés en PEHD, pipettes automatiques, fioles jaugées de qualités appropriées).

Les techniques d'analyse des concentrations en polluants sont spécifiques au polluant mais comprennent généralement une analyse par émission couplée à un plasma inductif (ICP-MS ou ICP-OES) ou par spectrométrie d'absorption atomique (SAA).

MÉTHODOLOGIE

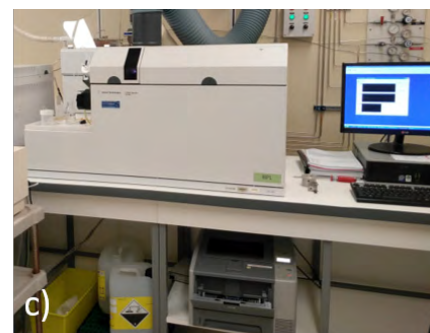
Échantillonnage des sols

L'échantillonnage des sols tient compte du schéma conceptuel d'exposition. Il consiste à prélever le sol qui sera au contact avec l'individu, principalement l'enfant. Cela correspond à la couche 0-3 ou 0-5 cm du sol de surface non remanié pour une pelouse, un parc, ou une aire de jeux ou à la couche 0-30 cm de l'horizon superficiel de sol remanié pour un jardin potager. L'échantillonnage des sols respectera les pratiques usuelles recommandées.

Préparation des échantillons

Les échantillons collectés sont préparés en laboratoire.

Cette étape correspond à un séchage à l'étuve (< 40 °C), puis à un tamisage à 250 µm. Pour l'évaluation de l'exposition humaine par ingestion de particules de terre, il convient de travailler sur la fraction inférieure à 250 µm obtenue par tamisage sans avoir recours à un broyage mécanique. Le plus souvent, le broyage peut entraîner une sous-estimation des concentrations par rapport à celles mesurées sur les échantillons obtenus par tamisage, la fraction fine étant plus représentative de la fraction adhérent aux mains des enfants et donc susceptibles d'être ingérée du fait des comportements main-bouche.



© Ineris

Étapes de traitement des échantillons : a) Extraction avec des solutions digestives à 37°C, b) centrifugation, c) analyse par ICP-MS.

Protocole analytique de digestion

Le protocole analytique de dilution réalisé sur les échantillons séchés, tamisés et homogénéisés est schématisé sur la figure. Ce protocole nécessite une attention particulière sur le strict respect des pH et des températures car les résultats y sont très sensibles.

Les fluides utilisés comme solution digestive de synthèse dans le cadre de ce protocole sont composés de réactifs organiques et inorganiques de composition proche de celle du fluide digestif humain et sont préparés un jour avant la réalisation des extractions pour permettre la bonne dissolution des composés. Ils sont conservés à température ambiante avant la réalisation des extractions et chauffés à 37 °C au moins 2 h avant la mise en œuvre du protocole de digestion. Chaque échantillon est réalisé en 3 réplicats dans les deux phases d'extraction. Afin de vérifier la validité du processus d'extraction, un sol de référence est analysé simultanément pour chaque série, (sol de référence du British Geological Survey (BGS) ou du National Institute of Standards and Technology (NIST)). Pour vérifier l'absence de contamination des réactifs utilisés, un échantillon à blanc doit également être inclus à chaque série par le laboratoire.

Traitement et interprétation des données

En premier lieu, il convient de vérifier la cohérence des résultats avec ceux des réplicats et de s'assurer que les résultats sur les échantillons blancs et de référence sont corrects.

Les résultats pour la phase gastrique et la phase gastro-intestinale sont exprimés en milligrammes de contaminant bioaccessible par kilogramme de matrice solide ou en pourcentage de concentration en contaminant bioaccessible.

$$\text{bioaccessibilité (\%)} = \frac{\text{concentration en métal bioaccessible (mg/kg)}}{\text{concentration en métal total dans l'échantillon (mg/kg)}} \times 100$$

Calcul de la bioaccessibilité

Les résultats de bioaccessibilité exprimés en pourcentage peuvent ensuite être utilisés pour l'évaluation quantitative des risques sanitaires en suivant les modalités ci-dessous. Le recours à des hypothèses et des simplifications, sur la base des travaux conduits en 2009 [2] et 2012 [7] et des données disponibles en termes toxicologiques, ont conduit à la proposition de formulations pour le calcul des doses journalières ajustées pour l'As, le Cd, et le Pb, tenant compte des résultats de bioaccessibilité mesurés avec le test UBM, et validé par un modèle *in vivo*.

$$DJE_{ajustée} = DJE \times BA_{Terre} \times \text{coefficient}$$

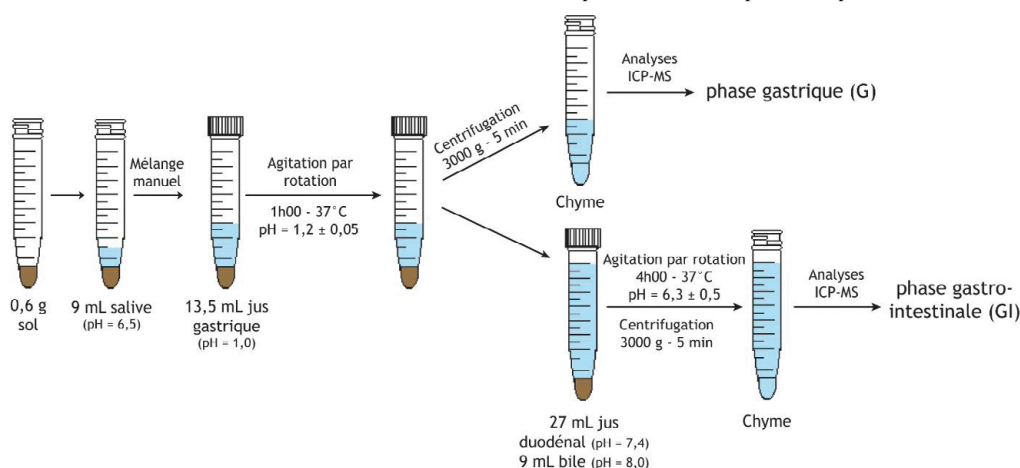
Calcul des doses journalières d'exposition

avec DJE : dose journalière d'exposition, BA_{TERRE} : bioaccessibilité absolue de substance avec la matrice terre obtenue avec le test UBM (sans unité).

Le coefficient prend notamment en compte les bioaccessibilités absolues de l'élément dans le sol et dans la matrice de référence utilisée dans l'étude toxicologique de définition de la VTR (valeur toxicologique de référence) et les taux d'absorption. Ce coefficient est égal à 1 pour l'As et le Cd et 2 pour le Pb. Il est recommandé de prendre en compte la valeur de bioaccessibilité la plus élevée des deux phases [7].

Points de vigilance :

- Respect des modalités de la norme ISO 17924 ;
- Importance de la stabilité des fluides digestifs ;
- Importance du respect des pH.



Schématisation du protocole de digestion *in vitro* UBM.



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Échantillonnage

- Facile.

Laboratoires, matériel d'analyse

- Méthode proche des conditions physiologiques humaines,
- Méthode normée.

Résultats d'analyse :

- Robustes,
- Reproductibles.

INCONVÉNIENTS

Laboratoire

- Peu de laboratoires réalisant ce test en France.

Méthode

- Phases d'extraction longues et complexes,
- Nombreux réactifs nécessaires,
- Coûteuse,
- Réalisable par du personnel expérimenté.

Polluants

- Méthode utilisable pour l'ajustement des doses d'exposition dans les calculs de risques uniquement pour l'As, le Cd et le Pb.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs développés ou en cours de développement, technique peu utilisée sur le terrain

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase d'échantillonnage sur site est rapide. Le temps de préparation des échantillons dépend du taux d'humidité et de la méthode d'obtention de la fraction inférieure à 250 µm. Les **phases d'expérimentation** (préparation et analyse) sont longues et permettent de faire 25 à 30 échantillons

par semaine. Le temps nécessaire au traitement des résultats analytiques pour l'obtention du pourcentage de bioaccessibilités gastrique et gastro-intestinale n'excède pas une journée (un jour de traitement pour une centaine d'échantillons).

PHASE

ÉCHANTILLONNAGE

EXPÉRIMENTATION

TRAITEMENT

Délai associé



⌚ : jour / ⌚⌚ : semaine / ⌚⌚⌚ : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts d'investigations sur le terrain sont faibles : ils sont comparables aux coûts des prélèvements pour analyses chimiques classiques.

Les coûts d'expérimentation sont principalement fonction du temps passé et dépendent directement de la capacité du laboratoire à optimiser la méthode, ce test n'étant

actuellement pas parmi les analyses réalisées en routine.

Le prix de plusieurs centaines d'euros pour la préparation, l'analyse et le traitement d'un échantillon évolue en fonction du nombre d'échantillons et de substances étudiées. Ce prix varie également en fonction des laboratoire mais également selon le contexte.

PHASE

ECHANTILLONNAGE

EXPÉRIMENTATION

TRAITEMENT

Coût associé



€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Norme ISO 17924 - Qualité du sol - Evaluation de l'exposition humaine par ingestion de sol et de matériaux du sol - Mode opératoire pour l'estimation de la bioaccessibilité/biodisponibilité pour l'homme de métaux dans le sol - Octobre 2018
- [2] Caboche J. Validation d'un test de mesure de bioaccessibilité - Application à 4 éléments traces métalliques dans les sols : As, Cd, Pb et Sb. Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Lorraine - INPL, Spécialité : Sciences Agronomiques - 28 septembre 2009
- [3] HCSP - Expositions au plomb : détermination de nouveaux objectifs de gestion - Juin 2014
- [4] HAS - Dépistage, prise en charge et suivi des personnes potentiellement surexposées à l'arsenic inorganique du fait de leur lieu de résidence - Février 2020
- [5] Rapport ADEME - Optimisation de la gestion des sites et sols pollués par une mesure simple de bioaccessibilité - Projet ODESSA - Février 2020
- [6] INERIS - Facteurs d'influence de la bioaccessibilité orale de métaux et métalloïdes dans les sols - Etat de l'art - Caractérisation des propriétés physico-chimiques des sols. Ineris-19-180783-08802-v1.0 - Février 2020
- [7] INVS-INERIS - Quantités de terre et poussières ingérées par un enfant de moins de 6 ans et bioaccessibilité des polluants : état des connaissances et propositions - 2012
- [8] PELERÈNE A. (2016). Bioaccessibilité des polluants métalliques : Apport à l'évaluation de l'exposition des populations vivant sur des sites contaminés. Mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches de l'Université de Lille - Sciences et Technologie, 154 pp.



LA BIOACCESSIBILITÉ ORALE SIMPLIFIÉE

MÉTHODE D'ANALYSE SIMPLIFIÉE PAR HCL POUR L'ESTIMATION DE LA BIOACCESSIBILITÉ DE L'As, DU Cd ET DU Pb DANS LES SOLS

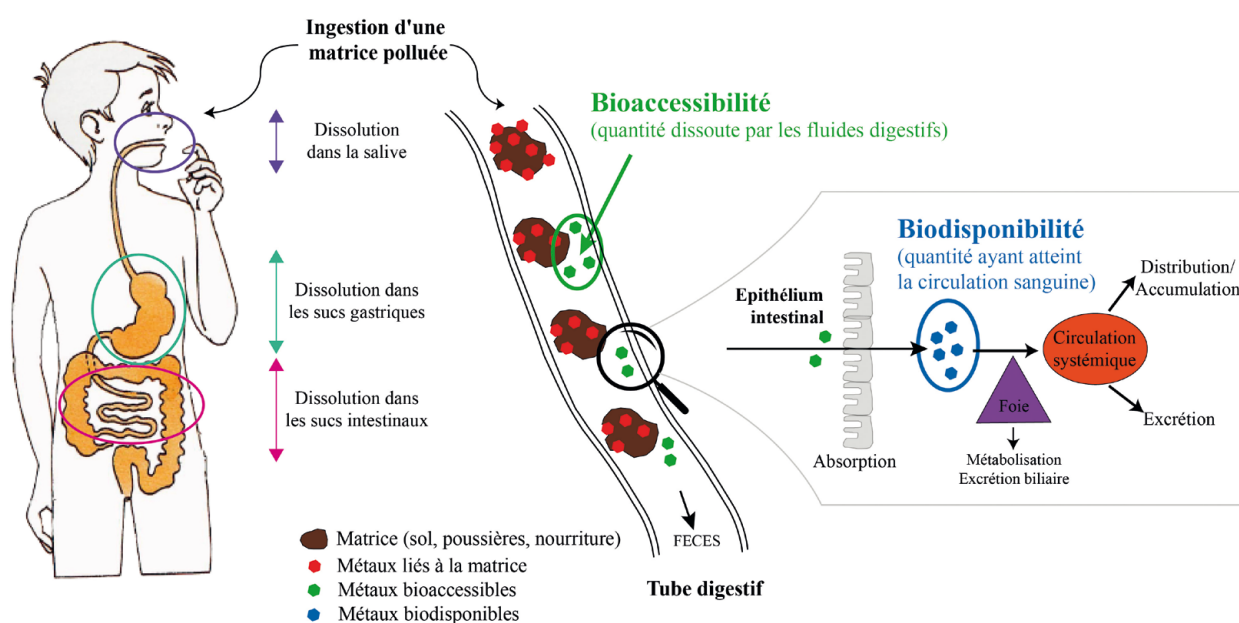
DESCRIPTION THÉORIQUE DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

L'estimation de la bioaccessibilité orale est une méthode de mesure en laboratoire de la biodisponibilité des polluants pour l'Homme en cas d'ingestion de particules de terre. Elle permet de quantifier la fraction de polluant capable d'être assimilée par l'organisme pendant la digestion par solubilisation dans le tractus gastro-intestinal. L'évaluation de l'exposition est ainsi plus précise et permet une optimisation de la gestion des sites pollués.

La bioaccessibilité orale repose sur le test normalisé UBM¹ qui est considéré comme la méthode de référence pour

évaluer la bioaccessibilité de l'As, du Cd et du Pb mais qui n'est pas ou peu mis en œuvre pour des raisons de complexité d'analyse, de temps et de coûts (voir fiche associée).

La méthode d'analyse simplifiée au moyen d'acide chlorhydrique dilué (HCl 0,65 %) repose sur une extraction chimique simple. Elle s'inscrit dans une démarche exploratoire à moindre coût. **Elle permet de choisir les échantillons dont les résultats seront validés par la méthode normalisée UBM.**



Schématisation des notions de bioaccessibilité et biodisponibilité en cas d'ingestion d'une matrice contaminée.

CONTEXTE D'UTILISATION

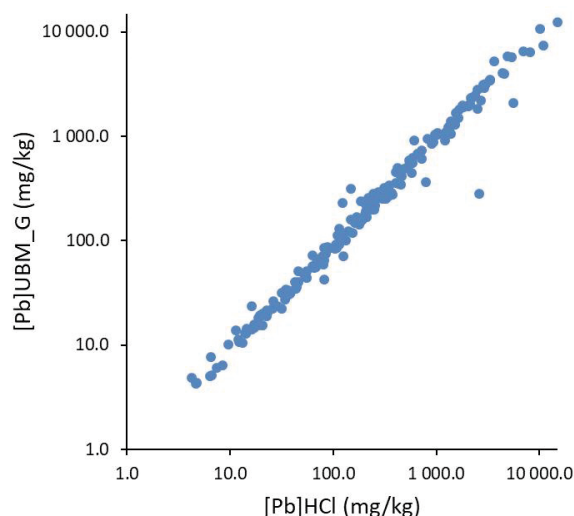
La méthode d'analyse simplifiée par HCl est applicable sur des terres provenant de nombreux sites et dans différents contextes environnementaux c'est-à-dire avec des origines de pollution, des caractéristiques physico-chimiques et des gammes de concentrations en éléments métalliques et/ou organiques variées. Plus spécifiquement, cette technique

d'estimation de la bioaccessibilité orale a été validée pour des gammes de concentrations totales en éléments métalliques variant de 2 à 2 600 mg/kg pour l'As, de 0,2 à 480 mg/kg pour le Cd, et de 4 à 50 000 mg/kg pour le Pb.

La méthode simplifiée à l'HCl permet une approche prospective de la bioaccessibilité orale des polluants au niveau

¹ test UBM normalisé pour Unified Bioaccessibility Method

LA BIOACCESSIBILITÉ ORALE SIMPLIFIÉE



Comparaison des concentrations en Pb mesurées par la méthode simplifiée par HCl et par le test UBM (phase gastrique).

de l'estomac (phase gastrique) mais aussi en considérant l'ensemble du tube digestif (phase gastro-intestinale). Le test UBM reste ensuite nécessaire sur quelques échantillons d'intérêt, sélectionnés grâce à la méthode simplifiée, afin de valider les résultats obtenus par une méthode normalisée et pour ajuster les doses d'expositions dans les évaluations des risques sanitaires.

À quelle étape ?

La bioaccessibilité orale permet d'ajuster l'exposition humaine suite à l'ingestion de particules de terre polluées. Prendre en compte la bioaccessibilité au lieu des concentrations totales des polluants permet de mieux évaluer les expositions et les risques sanitaires, et donc d'optimiser les mesures de gestion des sites associés.

La mesure de la bioaccessibilité avec la méthode simplifiée par HCl est donc utilisable lors de la caractérisation du site pour la qualité des milieux. Elle permet un screening avant de choisir les échantillons pour caractérisation avec le test UBM afin d'ajuster les doses d'exposition.

POLLUANTS CONCERNÉS

La méthode de mesure de la bioaccessibilité orale simplifiée à l'HCl a été déployée uniquement pour l'As, le Cd et le Pb. Le choix de ces trois éléments est basé sur le fait qu'à ce jour le test UBM a été validé et normé par rapport à un modèle *in vivo* pour ces trois éléments métalliques. Ce sont également des polluants d'intérêt du fait de leur toxicité et de leur occurrence.

Le protocole simplifié peut être utilisé pour d'autres éléments métalliques comme le Co, le Cr, le Ni et le Zn mais les données obtenues ne peuvent être considérées qu'à titre indicatif et doivent être utilisées avec précaution pour l'interprétation des résultats. Les résultats ne peuvent pas être utilisés à l'heure actuelle pour ajuster la dose d'exposition dans les calculs de risques sanitaires.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le conditionnement des échantillons de sols sur le terrain est fait dans un simple flacon en verre ou en plastique car les polluants inorganiques étudiés ne sont pas volatils.

Le matériel nécessaire au laboratoire est composé :

- D'une étuve inférieure à 40 °C pour le séchage des terres ;
- D'une tamiseuse pour la réalisation du tri granulométrique et l'obtention de la fraction fine inférieure à 250 µm ;
- D'une balance de précision à 0,01 mg ;
- D'une cuve à ultrasons ou autre matériel permettant le mélange de l'échantillon avec la solution d'HCl diluée ;

- D'une enceinte thermostatée permettant de réaliser la digestion à une température de 37 °C ;
- De petits matériels courants (tubes en polyéthylène de 50 ml, seringues et filtres à 0,45 µm de porosité).

Les techniques d'analyse des concentrations en polluants sont spécifiques au polluant mais comprennent généralement une analyse par émission couplée à un plasma inductif (ICP-MS ou ICP-OES) ou par spectrométrie d'absorption atomique.

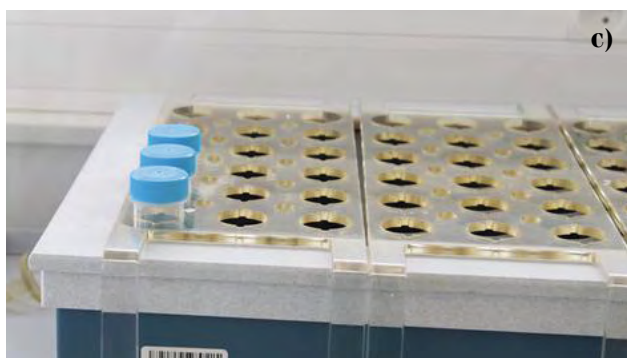
MÉTHODOLOGIE

Échantillonnage des sols

L'échantillonnage des sols tient compte du schéma conceptuel d'exposition. Il consiste à prélever le sol qui sera au contact avec l'individu, principalement l'enfant. Cela correspond à la couche 0-3 ou 0-5 cm du sol de surface non remanié pour une pelouse, un parc, ou une aire de jeux ou à la couche 0-30 cm de l'horizon superficiel de sol remanié pour un jardin potager. L'échantillonnage des sols respectera les pratiques usuelles recommandées.

Préparation des échantillons

Les échantillons collectés sont préparés en laboratoire selon des techniques douces (séchage à l'air puis tamisage à 250 µm). Pour l'évaluation de l'exposition humaine par ingestion de particules de terre, il est indispensable de travailler sur la fraction inférieure à 250 µm obtenue par tamisage sans avoir recours à un broyage mécanique. Le plus souvent, le broyage peut entraîner une sous-estimation des concentrations par rapport à celles mesurées sur les



© Source [5]

Étapes de traitement des échantillons : a) tamisage à 250 µm, b) ajout d'une solution d'HCl, c) agitation par ultrason et chauffage à 37 °C, d) dosage par spectrométrie de masse.

échantillons obtenus par tamisage, la fraction fine étant plus représentative de la fraction adhérent aux mains des enfants et donc susceptibles d'être ingérée du fait des comportements main-bouche.

Protocole de digestion

Le protocole consiste à ajouter dans des tubes en polyéthylène 25 mL d'eau ultra-pure acidifiée à 0,65 % HCl sur une prise d'essai de 30 mg de terre ($\pm 0,5$ % au maximum). Le mélange est homogénéisé par ultrasons pendant 15 minutes. La digestion est ensuite réalisée dans un four graphite pendant 1 heure à 37 °C. Après refroidissement, les échantillons sont filtrés puis dilués au demi dans de l'eau acidifiée afin d'être analysés en ICP-MS. Chaque échantillon est réalisé en 3 réplicats.

Traitement et interprétation des données

Le test simplifié permet d'aboutir dans un premier temps à la mesure des concentrations en As, Cd et/ou Pb extraites à l'HCl. Dans une seconde étape, ces valeurs sont corrigées et utilisées dans un jeu d'équations en vue d'obtenir des gammes de concentrations bioaccessibles.

Par exemple, si après la réalisation du test simplifié à l'HCl sur un échantillon de terre, il est mesuré une concentration en As de 35,0 mg/kg $[As]_{HCl}$, alors la bioaccessibilité prédite $[As]_{UBM}$ sera de 27,6 mg/kg dans la phase gastrique (G) et de 23,2 mg/kg dans la phase gastro-intestinale (GI).

Les concentrations bioaccessibles prédites au moyen du test HCl permettent d'orienter le choix des échantillons destinés à l'analyse par test UBM pour validation et ajustement des expositions. Les échantillons choisis pour validation par test UBM pourront être ceux présentant les risques les plus élevés ou présentant des polluants non usuels.

Points de vigilance :

- Importance de travailler sur une fraction tamisée à 250 µm sans avoir recours à un broyage mécanique.
- Importance de considérer les gammes de concentrations totales en As, Cd et Pb correspondant à la validation de la méthode simplifiée.

Élément	Phase	Équation
As	G	$\log_{10}[As]_{UBM} = 0,83 \times \log_{10}[As]_{HCl} + 0,16$
	GI	$\log_{10}[As]_{UBM} = 0,80 \times \log_{10}[As]_{HCl} + 0,13$
Cd	G	$\log_{10}[Cd]_{UBM} = 1,00 \times \log_{10}[Cd]_{HCl} - 0,01$
	GI	$\log_{10}[Cd]_{UBM} = 1,03 \times \log_{10}[Cd]_{HCl} - 0,41$
Pb	G	$\log_{10}[Pb]_{UBM} = 1,01 \times \log_{10}[Pb]_{HCl} - 0,06$
	GI	$\log_{10}[Pb]_{UBM} = 1,11 \times \log_{10}[Pb]_{HCl} - 1,28$

G : phase gastrique du test UBM ; GI : phase gastro-intestinale du test UBM



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Laboratoires, matériel d'analyse

- Méthode proche des conditions du test normalisé UBM dans la phase gastrique en termes de ratio solide/liquide, pH et température,
- Rapide,
- Peu coûteux,
- Peu de réactifs nécessaires,
- Réalisable par du personnel de laboratoire débutant.

Résultats d'analyse :

- Robustes,
- Reproductibles,
- Utilisables pour réaliser un screening sur un site.

INCONVÉNIENTS

Laboratoire

- Peu de laboratoires réalisant ce test en routine,
- Prise d'essai de terre très faible (30 mg) qui nécessite d'avoir une balance de précision opérationnelle et d'être très rigoureux.

Polluants

- Méthode utilisable seulement pour l'As, le Cd et le Pb dans les gammes de concentration définies.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs développés ou en cours de développement, technique peu utilisée sur le terrain

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase d'échantillonnage sur site est rapide. Les phases d'expérimentation et d'analyse sont très rapides et permettent de faire jusqu'à 96 échantillons (en triplicats, ce qui représente 288 solutions à analyser) par semaine. En comparaison, le

test UBM permet de traiter 25 à 30 échantillons par semaine. Il faut ensuite compter une journée de traitement des données pour environ 100 échantillons.

PHASE

ECHANTILLONNAGE

EXPÉRIMENTATION ET ANALYSE

TRAITEMENT

Délai associé

⌚ ⌚ ⌚

⌚ ⌚ ⌚

⌚ ⌚ ⌚

⌚ : jour / ⌚⌚ : semaine / ⌚⌚⌚ : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts d'investigations sur le terrain sont faibles : ils sont comparables aux coûts des prélèvements pour analyses chimiques classiques. Les coûts d'expérimentation sont principalement fonction du temps passé et dépendent directement de la capacité du laboratoire à optimiser la

méthode, ce test n'étant actuellement pas parmi les analyses réalisées en routine. Il faut compter environ 80 € pour la préparation, l'analyse et le traitement d'un échantillon. Ce prix indicatif peut évoluer selon le contexte et le nombre d'échantillons.

PHASE

ECHANTILLONNAGE

EXPÉRIMENTATION ET ANALYSE

TRAITEMENT

Coût associé

€€€

€€€

€€€

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] Rapport ADEME - Optimisation de la gestion des sites et sols pollués par une mesure simple de bioaccessibilité - Projet ODESSA - Février 2020

[2] Norme ISO 17924 - Qualité du sol - Évaluation de l'exposition humaine par ingestion de sol et de matériaux du sol - Mode opératoire pour l'estimation de la bioaccessibilité/biodisponibilité pour l'homme de métaux dans le sol - Octobre 2018

[3] Rapport INERIS – Facteurs d'influence de la bioaccessibilité orale de métaux et métalloïdes dans les sols – État de l'art – Caractérisation des propriétés physico-chimiques des sols. Ineris-19-180783-08802-v1.0 – Février 2020

[4] Projet ODESSA Présentation vidéo de la biodisponibilité et de la méthode d'analyse simplifiée n°1 et n°2

[5] INVS-INERIS – Quantités de terre et poussières ingérées par un enfant de moins de 6 ans et bioaccessibilité des polluants : état des connaissances et propositions - 2012

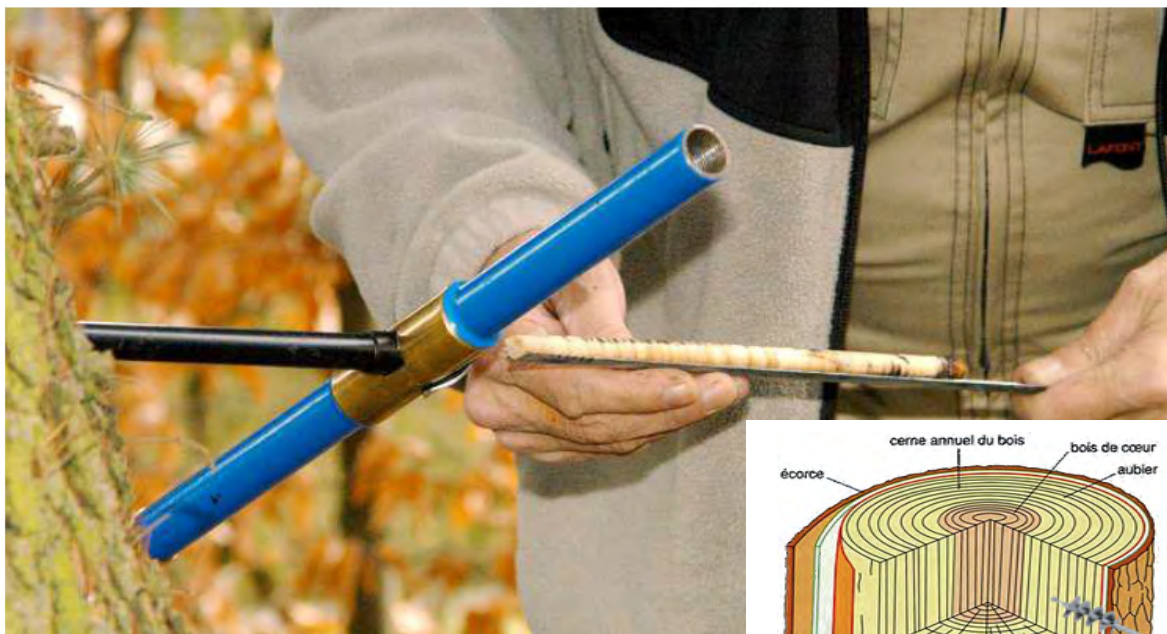


LA DENDROCHIMIE

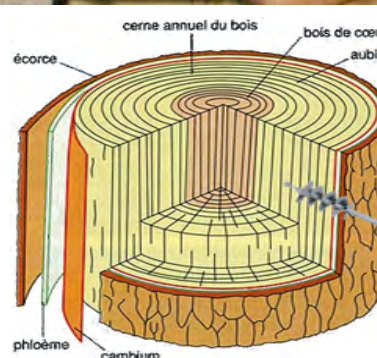
DESCRIPTION THÉORIQUE DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

La dendrochimie est un outil d'aide à la datation de la pollution et à la recherche de responsabilités. La technique repose sur le fait que les végétaux puisent, dans le sol et dans la nappe, les nutriments nécessaires à leur développement. Ils sont ainsi susceptibles de capter certains polluants présents dans les sols ou le sous-sol.

La dendrochimie permet de retracer, via les cernes de bois issus d'une carotte prélevée dans l'arbre, l'histoire d'une pollution ou la vitesse de migration d'un panache. Elle est utilisée en procédure judiciaire essentiellement en Allemagne, Belgique, France et Etats-Unis.



© JC BALOUET



d'après Raphaël Passas, 2008

CONTEXTE D'UTILISATION

La dendrochimie est une technique qui est utilisable sur **des sites présentant des arbres** supposés antérieurs à la pollution. Les arbres peuvent être sur pieds ou déjà coupés car il est possible d'échantillonner une souche, dès lors qu'elle n'est pas dégradée et que la date de la coupe est connue. Les arbres seront plus ou moins de bons indicateurs en fonction de leur essence. Il est également important que des arbres de référence puissent être échantillonnés hors-site et que la pollution soit accessible par le système racinaire.

La **connaissance du type de polluant** avant le début des investigations est essentielle afin d'échantillonner assez de matière et de cibler les espèces les plus pertinentes. A noter que les arbres en bordures d'océan sont peu exploitables pour des pollutions en COHV et en polluants d'origines fossiles.

Cette technique s'utilise **en complément de sondages** : les sondages de sol et piézomètres permettent d'identifier une pollution et ses caractéristiques (extension et profondeur) ; la dendrochimie permet de compléter les investigations en datant la pollution.

Les résultats permettent de retracer à l'année près un épisode de pollution mais ils ne permettent pas de quantifier précisément un polluant. Les limites de détection dans le bois pour la dendrochimie sont de l'ordre du ppm. Elles dépendent du polluant et de la technique d'analyse. La précision spatiale de cette technique sera d'autant plus fine que le nombre d'arbres investigués sera important.

À quelle étape ?

La dendrochimie est essentiellement une technique utilisée pour la caractérisation de pollutions lors du diagnostic. Elle n'est pas utilisée pour le suivi de dépollution ou la surveillance environnementale car les échelles de temps sont de l'ordre de la dizaine d'année ; le phytoscreening lui sera préféré pour ces phases de suivi.

LA DENDROCHIMIE

POLLUANTS CONCERNÉS

Les méthodes d'analyse utilisées par la dendrochimie ne donnent accès qu'aux **polluants élémentaires ou aux éléments traceurs de pollution**, comme le chlore pour les COHV ou le soufre, le vanadium, le nickel, le chlore ou le plomb pour les carburants fossiles.

Les polluants volatils ne sont pas détectables directement en dendrochimie mais des marqueurs sont recherchés (chlore pour les COHV chlorés, plomb pour les essences antérieures aux années 2000, etc.).

Le tableau suivant présente les polluants pour lesquels la dendrochimie est applicable.

	Composés organiques						Composés inorganiques	
Famille de polluants	COHV	Phénol/ chlorophénol	PCB	HCT (n-alcanes)	HAP	BTEX	ETM	Explosifs
Dendrochimie adaptée	Oui (sauf pour le chlorure de vinyle)	Non étudié	Non	Oui (surtout C24-C29)	Oui (pour les composés les moins volatils) (sauf pour les conifères)	Oui	Oui (surtout pour Mn, Pb, V, Ni) Non adapté pour le Cr et le Mo avec EDXRF Non adapté pour l'As et le Hg pour LA/ICPMS	Non étudié
Limite de détection dans le bois	ppm	Non étudié	Ppb à sub-ppb	ppm	ppm	ppm	Ppm 0.001 ppb pour le Hg	Non étudié
Echantillon	Carotte Ø = 1cm	Non étudié	Carotte Ø = 1cm et de plus de 1 g	Carotte Ø = 1cm	Carotte Ø = 1cm	Carotte Ø = 1cm	Carotte Ø = 1cm Carotte Ø = 0,5 cm et de plus de 0.05 g pour le Hg	Non étudié
Préparation et extraction	Lamelle 2 mm	Non étudié	Congélation, broyage, ASE ou Soxhlet	Lamelle 2 mm	Lamelle 2 mm	Lamelle 2 mm	Lamelle 2 mm ou calcination	Non étudié

Les mécanismes qui influencent sur l'assimilation des polluants par les arbres sont :

- la profondeur de la pollution (et donc l'accès racinaire) ;
- l'espèce pour les inorganiques (pas d'influence identifiée pour les organiques) ;

- le climat et la saison via l'évapotranspiration et la précipitation ;
- la rhizodégradation (via les champignons mycorhiziens) ;
- le coefficient de partage octanol-eau (Log Kow) : pour un coefficient faible, l'assimilation augmente avec la teneur en matière organique du sol.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel nécessaire pour l'échantillonnage est spécifique mais simple et facilement transportable : une tarière dite de Pressler permet de réaliser une carotte de 10 mm de diamètre dans l'arbre et une sangle de maintien peut permettre de démarrer plus facilement pour les bois durs (Jim-Gem increment borer). Tous les outils doivent être doublés, voire disposer de pièces de rechange, car l'équipement peut casser.

Pour l'analyse en laboratoire, seuls certains laboratoires spécialisés ont le matériel adapté. La technique d'analyse est à adapter au polluant recherché. La plus courante est la spectrométrie par fluorescence X à dispersion d'énergie (EDXRF) qui nécessite la préparation de l'échantillon (séchage

et préparation d'une lame). Cette technique de mesure est très reproductible, avec une variance inférieure à 1%. Pour les très faibles concentrations, les laboratoires utiliseront un spectromètre de masse à plasma à couplage inductif et à ablation laser (LA-ICP-MS).

Pour le mercure, une phase de combustion est également nécessaire après la phase de séchage.

Enfin, un logiciel est ensuite nécessaire pour l'interprétation des données. Par exemple, le logiciel libre Scanchem (INRAE), développé lors du projet PIT, est téléchargeable gratuitement sur internet mais nécessite une certaine expertise pour l'interpréter.



MÉTHODOLOGIE

Les investigations par dendrochimie sont réalisées suivant deux phases distinctes : l'échantillonnage sur le terrain puis la préparation et l'analyse en laboratoire. Une analyse des résultats doit être réalisée par un expert.

Au préalable, il convient de vérifier l'adéquation du site à la dendrochimie (densité d'arbre suffisante sur le tracé supposé du panache et de la source potentielle de pollution, profondeur et direction de la nappe en cohérence avec l'accès du système racinaire à la pollution).

Échantillonnage

L'échantillonnage peut être réalisé à n'importe quelle période de l'année. La première étape consiste à repérer une sélection d'arbres à échantillonner. Dans l'idéal, les arbres choisis pour l'échantillonnage seront de la même espèce, du même âge et de la même taille, en bonne santé et les zones échantillonnées ne devront pas être cicatrisées, infectées ou pourries, ni être dans les zones d'intersection de branche. Une fois les arbres choisis, il est important de collecter le plus d'information à leur sujet (référence, numérotation, mesure du diamètre à hauteur de poitrine, géolocalisation, photographie, ...). Un échantillon témoin, servant de référence, peut également être réalisé hors du site, sur un arbre de la même espèce et non impacté par la pollution. Il permettra de retracer des épisodes de sécheresse ou de gel qui peuvent influencer la croissance de l'arbre.

L'échantillonnage requiert d'être à deux car l'exercice nécessite une certaine force physique. Il convient de prélever les carottes les plus longues possible et non de se limiter à des carottes courtes, faute de capacité physique sur le terrain. Il est réalisé à la tarière à hauteur de poitrine et en excluant l'écorce. Il est également possible d'échantillonner à partir d'un tronçon de bois pour les arbres morts. La tarière est à rincer à l'éthanol entre 2 prélèvements afin de ne pas propager de pathogènes entre les arbres et pas à l'eau de javel, pouvant induire une contamination de la carotte. Celle-ci est manipulée avec des gants ou des tenailles et placée dans un moule en bois, permettant de la maintenir intacte. La plaie de l'arbre est ensuite stérilisée ou rebouchée (avec du mastic ou un extrait d'arbre de la même essence) selon le souhait du propriétaire. Ces prélèvements sont sans danger pour l'arbre échantillonné lorsqu'ils sont réalisés dans les règles de l'art.

Certaines techniques analytiques comme la GCxGC MS pour les PCB nécessitent plus de matière et obligent plusieurs carottages par arbres ou l'utilisation de tarière plus conséquente (12 mm de diamètre).

Préparation et analyse de l'échantillon

Après réception, le laboratoire vérifie l'humidité de la carotte ; un arbre malade ou mort, qui ne sera pas représentatif, présente une humidité inférieure à 40 %.

Pour l'analyse des traceurs des COHV, des BTEX et des ETM, la préparation de l'échantillon par le laboratoire consiste à un séchage puis un ponçage et un polissage des carottes et la découpe d'une lamelle de 2 mm d'épaisseur à la scie le long de la carotte. La lamelle est analysée par EDXRF par scan linéaire (6 000 points de mesure sur une carotte de 30 cm).

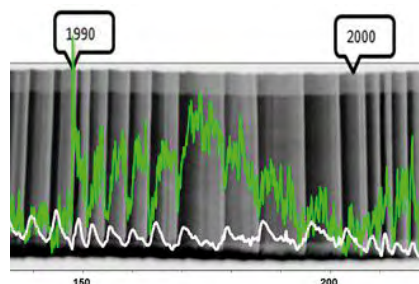
Pour l'analyse des PCB et du mercure, la carotte est segmentée et les cernes sont analysés individuellement après calcination (Hg) ou congélation (PCB).

Interprétation

L'interprétation des résultats d'analyse est réalisée par un expert qui saura gérer le traitement d'une grande quantité de données.

Le résultat obtenu est une donnée semi-quantitative : la teneur obtenue dans l'arbre ne correspond pas à la teneur présente dans les sols ou la nappe. Par contre, la datation de la pollution obtenue est précise à l'année près.

La dendrochimie peut distinguer l'arrivée brutale d'une pollution ou la migration progressive d'un panache notamment lorsque plusieurs arbres peuvent être échantillonnés le long d'un gradient hydraulique.



Analyse via EDXRF dans le cas d'une pollution aux solvants chlorés (PIT 2015).

Points de vigilance dans l'interprétation

- L'absence de pollution dans les cernes ne permet pas de conclure à l'absence de pollution des sols et des eaux souterraines (faux-négatifs notamment dans le cas de la présence de plusieurs nappes superposées).
- Certains polluants (HAP, toluène) sont présents naturellement dans les arbres et peuvent conduire à des faux-positifs si cette donnée n'est pas prise en compte.
- Les anomalies détectées sont souvent suivies par une diminution dans les cernes suivants malgré la présence continue du polluant. Ce phénomène peut être attribué à un mécanisme de compensation de l'arbre.
- Le salage des routes peut induire un marquage au chlore des cernes. L'échantillonnage d'un arbre de référence exposé aux mêmes conditions d'usage du terrain (actuel et passé) est donc très important.



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Echantillonnage

- Mise en place rapide,
- Investigation possible dans des zones difficiles d'accès (milieu urbain ou industriel, présence de nombreux réseaux enterrés compliquant la réalisation de sondages),
- Réalisable par du personnel débutant,
- Prélèvement peu coûteux,
- Peu d'équipement nécessaire,
- Peu d'effets environnementaux par rapport aux méthodes de prélèvement conventionnelles (pas d'effet sur l'arbre échantillonné, bilan carbone, etc).

Polluant

- Datation de la pollution et historique des épisodes de pollution,
- Utilisable avec des polluants, organiques et inorganiques, présentant des marqueurs caractéristiques,
- Permet de différencier des pollutions asynchrones.

INCONVÉNIENTS

Echantillonnage

- Nécessite de vieux arbres.

Polluant

- Nécessité de connaître les pollutions recherchées et leurs marqueurs,
- Nécessité de la maturité de l'arbre lorsque la pollution arrive à l'arbre,
- Artefacts possibles (salage des routes, embruns océaniques).

Laboratoires, matériel d'analyse

- Analyse par EDXRF non développée pour la dendrochimie actuellement en France,
- Nécessite des méthodes analytiques avec une très faible limite de détection,
- Coût d'analyse élevé actuellement

Influence sur les résultats et incertitudes

- Possibilité de translocation radiale entre les cernes de croissance pour certains polluants,
- Délais d'absorption des polluants par les arbres (dû au temps de migration du polluant de la source aux racines),
- Influence du site (profondeur de la pollution, vitesse de propagation du panache, influence des couches imperméables).

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs développés, technique utilisée sur le terrain

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase d'échantillonnage sur site est très rapide, l'obtention d'une carotte est réalisée en moins d'une heure (réalisation jusqu'à 10 carottes par jour). Par contre, les délais d'analyse sont relativement longs ; il faut compter environ

20 heures de comptage pour l'analyse EDXRD d'une carotte de 30 cm de long et une demi-journée de traitement des données par un expert. Le faible nombre de laboratoires réalisant les analyses peut ajouter une contrainte temporelle.

PHASE

PRÉLÈVEMENT

ANALYSE

TRAITEMENT

Délai associé



⌚ : jour / ⌚⌚ : semaine / ⌚⌚⌚ : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts de l'échantillonnage sur le terrain sont faibles ; ils correspondent au coût de deux opérateurs sur site. L'acquisition du matériel de prélèvement a un prix compris entre 150 et 1000 € selon le modèle choisi (jusqu'à 800 € pour une tarière de 50 cm de long et de 12 mm de diamètre).

Le coût d'une analyse en laboratoire est de 1500 € par carotte pour la préparation, l'envoi, l'analyse, la vérification de la qualité et le rapport analytique. À ces coûts s'ajoute le prix de traitement des résultats obtenus par un expert.

PHASE

PRÉLÈVEMENT

ANALYSE

TRAITEMENT

Coût associé



€ < 100 € / €€ < 1000 € / €€€ > 1000 €

POUR EN SAVOIR PLUS - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] *Méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués*, Avril 2017

[2] *Guide méthodologique Ademe - Pollution investigation by trees (PIT)*, Aout 2015

[3] *Présentation PIT aux Rencontres nationales de la recherche sur les sites et sols pollués – 18 et 19 novembre 2014*

[4] *Présentation à la journée technique d'information et de retour d'expérience de la gestion des sites et sols pollués du 07 novembre 2019*



LE PHYTOSCREENING

DESCRIPTION THÉORIQUE DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

Le phytoscreening est une technique de reconnaissance rapide sur site qui utilise les arbres comme bio-indicateurs des pollutions actuelles. C'est une technique qui permet de réaliser un diagnostic rapide du site à un instant t pour les polluants volatils et non-volatils et utile pour le choix de l'implantation d'ouvrages plus classiques (piézomètres et sondages). Il se distingue de la dendrochimie par les échantillons prélevés et par l'objectif de l'étude : le phytoscreening fournit des informations sur l'extension spatiale de la pollution à un instant donné alors que la dendrochimie se focalise sur la dimension temporelle de la pollution.

Le phytoscreening repose sur le fait que les végétaux puisent dans le sol, dans les gaz du sol et dans la nappe les nutriments nécessaires à leur développement. Ils sont ainsi susceptibles de capter certains polluants présents dans les sols, les gaz du sol ou dans la nappe.

Le prélèvement d'échantillons de végétaux est réalisé à partir de carottes de bois ou de copeaux prélevés sous l'écorce des arbres. Les échantillons collectés permettent de donner une information semi-quantitative sur l'ensemble des eaux et des gaz collectés à différentes profondeurs et donc de représenter une cartographie 2D de la pollution.



© JC BALOUET

Source [2]

CONTEXTE D'UTILISATION

Le phytoscreening est une technique applicable sur de nombreux sites à partir du moment où des arbres ou arbustes sont présents. Il convient de vérifier **la profondeur de la nappe** et l'existence d'éventuel niveau étanche qui empêcherait l'accès du système racinaire à la pollution.

En milieu urbain ou industriel, il permet de déterminer la présence d'une source et de préciser l'extension de la pollution avec des mesures semi-quantitatives. Cette technique présente un réel intérêt lors de la présence de nombreux réseaux enterrés compliquant la réalisation de sondages.

Les limites de détection dans le bois peuvent être très basses (ppb à ppt). Elles dépendent du polluant et de la technique d'analyse. Les concentrations dans les arbres pourront être détectées lorsque les concentrations dans les eaux souterraines seront supérieures à $5 \mu\text{g/L}$ pour les composés organiques volatils et les concentrations dans

les sols supérieures à 20 mg/kg pour les éléments traces métalliques. Cependant, **l'absence de polluants dans la sève de l'arbre ne peut pas être utilisée comme preuve absolue d'absence de pollution dans les sols ou les eaux souterraines**. Il peut arriver que certains arbres soient des faux-négatifs, résultant de facteurs influençant leur assimilation rhizosphérique (physiologique, pédologique, parasitaire, remblais étanches, etc.).

À quelle étape ?

Le phytoscreening est essentiellement une technique utilisée pour la caractérisation de pollutions. Elle permet une cartographie rapide, non intrusive et à moindre coût pour optimiser les travaux de sondages lors des diagnostics.

Son utilisation peut être étendue au suivi d'une dépollution et à la surveillance après travaux car les transferts vers les cernes externes de l'arbre sont saisonniers.

LE PHYTOSCREENING

POLLUANTS CONCERNÉS

Le phytoscreening est utilisable pour la majorité des polluants, organiques ou inorganiques, présentés dans le tableau suivant.

	Composés organiques						Composés inorganiques	
Famille de polluants	COHV	Phénol/ chlorophénol	PCB	HCT (n-alcanes)	HAP	BTEX	ETM	Explosifs
Présence naturelle	Non	Non étudié	Peu adapté	Oui (surtout C24-C29)	Non (sauf dans les conifères)	Non (sauf pour le toluène)	Oui	Non étudié
Phytoscreening adapté	Oui (sauf pour le chlorure de vinyle)	Non étudié	Peu adapté	Oui (sauf pour les conifères)	Oui (pour les composés les moins volatils) (sauf pour les conifères)	Oui	Oui Non adapté pour le Cr et le Mo avec EDXRF Non adapté pour l'As et le Hg pour LA/ICPMS	Non étudié

Les mécanismes qui influencent sur l'assimilation des polluants par les arbres sont :

- la profondeur de la pollution (et donc l'accès racinaire) ;
- l'espèce pour les inorganiques (pas d'influence identifiée pour les organiques) ;

- le climat et la saison via l'évapotranspiration et la précipitation ;
- la rhizodégradation (via les champignons mycorhiziens) ;
- le coefficient de partage octanol-eau (Log Kow) : pour un coefficient faible, l'assimilation augmente avec la teneur en matière organique du sol.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

L'outillage est simple, facilement transportable, et permet d'échantillonner jusqu'à une cinquantaine de carottes par jour. Un marteau échantillonneur 5 mm et une tarière hélicoïdale pourront être utilisés. Les techniques d'analyses

sont spécifiques au polluant et à la matrice prélevée mais comprennent généralement une analyse par spectrométrie en phase gazeuse pour les composés organiques.

MÉTHODOLOGIE

Les investigations par phytoscreening sont réalisées suivant deux phases distinctes : l'échantillonnage sur le terrain puis la préparation et l'analyse en laboratoire.

Échantillonnage

L'échantillonnage doit être réalisé durant la période d'activité végétale (printemps-été).

Il convient de disposer de plusieurs arbres préférentiellement de la même espèce, surtout pour les composés inorganiques. Le plan d'échantillonnage dépend de l'étape de gestion du site (détermination d'une source, d'un panache, screening régulier) et de l'accessibilité. Parce que le système racinaire s'étend autour de l'arbre, les techniques dites de phytoscreening cardinal, prises vers le Nord, Est, Sud et Ouest autour du tronc, permettent, lorsqu'il existe peu

d'arbres sur site, de gagner une information directionnelle sur le panache.

Des arbres de contrôle doivent également être échantillonnés pour déterminer les valeurs de fond (par exemple pour le Hg).

Un petit marteau échantillonneur ou une tarière à bois permettent, une fois l'écorce enlevée, de prélever des carottes ou de petits copeaux des premières cernes externes. Le prélèvement est réalisé entre 30 et 60 cm de hauteur. Il est important de collecter le maximum d'informations sur les arbres prélevés (référencement de l'arbre, espèce, numérotation, mesure du diamètre à hauteur de poitrine, géolocalisation, photographie, indice de parasitisme). Il est également possible de coupler l'échantillonnage avec une analyse directe sur site.

Préparation de l'échantillon et méthode d'extraction

Une fois prélevés, les échantillons sont envoyés au laboratoire pour préparation et analyse.

Le tableau suivant présente les types d'analyses réalisées en fonction des polluants.

	Composés organiques						Composés inorganiques	
Famille de polluants	COHV	Phénol/ chlorophénol	PCB	HCT (n-alcanes)	HAP	BTEX	ETM	Explosifs
Technique d'analyse	GC/ECD/ SPME	Non étudié	GC/ECD/ SPME	GC/FID	GCxGC/ToFMS (ne fonctionne pas pour les composés dont le point d'ébullition est inférieur à 71°C)	GC/FID/ SPME	ICP/MS (Pour le Hg : séchage/ combustion/ AFS)	Non étudié

GC : chromatographie gazeuse, ECD : détecteur à capture d'électrons, SPME : micro-extraction sur phase solide, FID : détecteur à ionisation de flamme,
ICP/MS : Analyse par spectrométrie de masse couplée à un plasma inductif, GCxGC : chromatographie gazeuse bidimensionnelle, ToFMS : spectrométrie de masse à temps de vol

Spécificité selon les polluants

Les composés volatils (COHV, BTEX) seront échantillonnés en conservant un maximum l'intégrité des cernes de bois et placés dans des flacons de type headspace. Si la présence de COHV est recherchée, tout contact avec la pluie lors de l'échantillonnage doit être évité.

Les composés non-volatils ou inorganiques pourront être échantillonnés sous forme de copeaux, ce qui permet d'en récupérer un plus gros poids. Les échantillons seront congelés pour des analyses en hydrocarbures, en HAP ou en dioxines/furanes.

Interprétation

Les résultats d'analyse dans les échantillons de bois sont à comparer et calibrer avec des analyses chimiques réalisées sur des échantillons de sol, d'eau ou de gaz prélevés à proximité.



© ADEME - H. Roussel

Réalisation d'un prélèvement pour phytoscreening.



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Echantillonnage

- Mise en place rapide,
- Investigation possible dans des zones difficiles d'accès (milieu urbain ou industriel, présence de nombreux réseaux enterrés compliquant la réalisation de sondages),
- Réalisable par du personnel débutant,
- Peu coûteux, peu d'équipement nécessaire,
- Peu d'effets environnementaux par rapport aux méthodes de prélèvement conventionnelles.
- Possibilité d'échantillonner des arbustes (rosiers, vignes, etc.)

Polluant

- Utilisable avec de nombreux polluants, organiques et inorganiques.

INCONVÉNIENTS

Echantillonnage

- Prélèvement uniquement en période de sève active.
- Ne donne pas la profondeur de pollution, résultats en 2D uniquement.

Laboratoires, matériel d'analyse

- Les analyses nécessitent du matériel spécifique (laboratoires peu répandus).

Résultats d'analyses

- Technique semi-quantitative.

Influence sur les résultats et incertitudes

- Influence du site (profondeur de la pollution, influence des océans, influence des couches imperméables).
- Influence de l'espèce d'arbre, surtout pour les inorganiques.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs développés, technique utilisée sur le terrain

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase d'échantillonnage sur site est très rapide, l'échantillonnage est réalisé en quelques minutes (jusqu'à une cinquantaine d'arbres par jour). Des délais courts entre l'échantillonnage et l'analyse sont nécessaires (5 jours

maximum pour les COHV, 2 jours maximum pour les BTEX). Le temps d'analyse et de traitement des données est du même ordre de grandeur que pour des analyses chimiques de sols ou d'eau.

PHASE

PRÉLÈVEMENT

ANALYSE

TRAITEMENT

Délai associé



⌚: jour / ⌚⌚: semaine / ⌚⌚⌚: mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

De même que pour les délais, les coûts de l'échantillonnage sont très faibles ; ils correspondent au coût de l'opérateur sur site. L'analyse de copeaux de bois en laboratoire peut

varier entre 100 et 200 € par échantillon selon les composés analysés pour la préparation, l'envoi, la vérification de la qualité et le rapport analytique.

PHASE

PRÉLÈVEMENT

ANALYSE

TRAITEMENT

Coût associé



€ < 100 € / €€ < 1000 € / €€€ > 1000 €

POUR EN SAVOIR PLUS - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] *Méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués*, Avril 2017

[2] *Guide méthodologique Ademe - Pollution investigation by trees (PIT)*, Aout 2015

[3] *Présentation à la journée technique d'information et de retour d'expérience de la gestion des sites et sols pollués du 7 novembre 2019*

[4] *Code de bonnes pratiques pour l'utilisation de techniques alternatives d'investigation du sol - Bruxelles environnement*



LES PHYTOTECHNOLOGIES

UTILISATION DES ESPÈCES VÉGÉTALES POUR UNE GESTION ET RÉDUCTION DES RISQUES SUR UN SITE POLLUÉ

DESCRIPTION THÉORIQUE DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

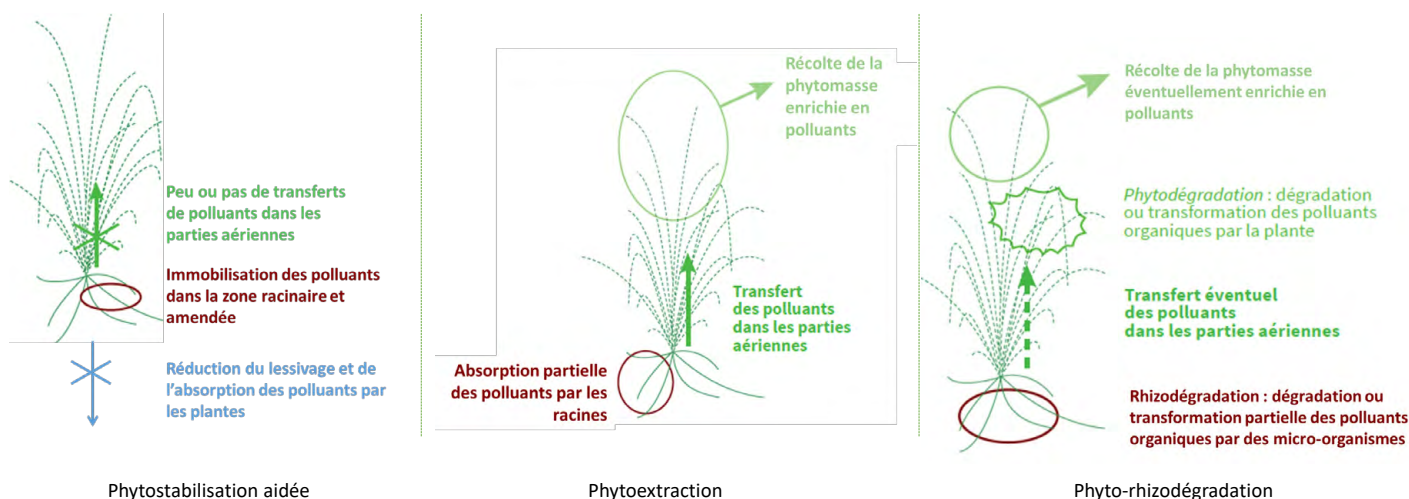
Les **phytotechnologies** sont des **méthodes de gestion des sites pollués**. Ces écotechnologies sont fondées sur l'utilisation d'espèces végétales, herbacées et/ou ligneuses, pour **maîtriser les sources de pollution et réduire les transferts et les expositions** (usagers, écosystèmes). La phytostabilisation aidée et, dans une moindre mesure, la phytoextraction et la phyto-rhizodégradation sont les principales phytotechnologies qui bénéficient de retours d'expériences importants.

La **phytostabilisation aidée** est une technique de gestion qui repose sur l'utilisation combinée d'espèces végétales et d'amendements du sol pour limiter la mobilité des polluants dans le sol et les transferts vers les différents compartiments de l'environnement et de la chaîne trophique. Les espèces végétales sélectionnées tolèrent les polluants présents sur site et ne doivent pas avoir un comportement accumulateur.

La **phytoextraction** est une technique de dépollution des sols qui utilise des espèces végétales capables d'accumuler

certains polluants inorganiques dans leurs parties aériennes. La dépollution des sols avec ces (hyper)accumulateurs n'est cependant que partielle puisque les plantes n'ont accès qu'à une partie des polluants du sol : la fraction phytodisponible. La dépollution nécessite la récolte régulière de la biomasse végétale (phytomasse). Enrichie en polluants, cette phytomasse devra intégrer une ou des filières afin de permettre sa valorisation ou le cas échéant son élimination.

La **phyto-rhizodégradation** est une technique de dépollution qui permet la dégradation des polluants organiques en composés plus simples et moins toxiques, grâce à l'action combinée d'espèces végétales et de microorganismes. La plupart des polluants organiques étant totalement ou en partie hydrophobes, ils sont en général peu transférés dans les parties aériennes des espèces végétales. Ils sont dégradés dans la zone des racines de ces dernières, la rhizosphère, grâce aux microorganismes bactériens et fongiques stimulés par l'exsudation racinaire.



Principe de fonctionnement de la phytostabilisation aidée, de la phytoextraction et de la phyto-rhizodégradation.

L'objectif premier de ces trois phytotechnologies est de **réduire autant que possible, voire supprimer, les transferts des polluants** par envol de poussière, ruissellement et lixiviation. La limitation des transferts se fait via divers mécanismes (modification du bilan hydrique, précipitation/sorption/dégradation des polluants dans le sol rhizosphérique ou translocation) et grâce à la couverture

du sol par les espèces végétales. L'objectif secondaire de la phytoextraction et de la phyto-rhizodégradation est de **diminuer les concentrations en polluants dans les sols** avec une efficacité qui est fonction notamment de la durée de mise en œuvre de ces phytotechnologies sur le sol pollué et du contexte.

LES PHYTOTECHNOLOGIES

CONTEXTE D'UTILISATION

Les phytotechnologies peuvent s'appliquer *in situ* voire sur site dans des **contextes variés de sites pollués** (sols agricoles, sites miniers, friches, sites délaissés, sites de gestion de sédiments...), en milieu urbain dans un contexte de renaturation, ou en milieu péri-urbain ou rural. Elles peuvent être appliquées **de manière définitive** pour l'aménagement paysager d'un site **ou de manière temporaire** tel qu'un parc ou espace vert en attente d'un projet bâti.

La pollution peut être présente au niveau du sol mais aussi au niveau de la nappe superficielle. La gestion des sols se limite en profondeur à la zone d'influence des racines qui varie en fonction de l'espèce végétale utilisée (de quelques dizaines de centimètres jusqu'à quelques mètres) et de celle des amendements (de quelques centimètres à une quinzaine de centimètres).

Dans le cas de sites avec plusieurs polluants et en fonction de leur nature, plusieurs phytotechnologies peuvent être envisagées sur un même site. Ces techniques peuvent également être utilisées sur une ou plusieurs parties du site et de **manière indépendante, en complément ou à la suite d'un traitement par des techniques de dépollution conventionnelles**, pour la gestion de la pollution résiduelle.

Les phytotechnologies sont généralement mises en œuvre sur des sites avec peu de pression foncière. On parle de **phytomanagement** lorsque ces techniques, basées sur

l'utilisation d'espèces végétales, combinent sur le long terme :

- Une gestion de la pollution en maîtrisant les risques environnementaux et sanitaires,
 - Et une contribution à de nombreux enjeux de société pour un développement durable : reconversion de friches et sites délaissés, zéro artificialisation nette, énergies renouvelables (production de phytomasse valorisable en matière et/ou énergie ou mise en place au pied d'éoliennes ou des panneaux photovoltaïques), biodiversité, adaptation au changement climatique (réduction des îlots de chaleur).
- Le phytomanagement est le terme utilisé pour décrire **un mode de gestion technologique et managérial qui met en avant la valorisation du foncier** pour un site pollué, valorisation rendue possible grâce aux bénéfices rendus par les phytotechnologies. Ce concept est de plus en plus utilisé par les professionnels en contexte de sites dégradés mais non pollués.

À quelle étape ?

Évaluées dans le cadre du plan de gestion et du plan de conception des travaux, elles sont utilisées lors des **étapes de dépollution ou de gestion de la pollution. La surveillance du site**, intégrée dans la mise en œuvre, permet de s'assurer de la compatibilité entre les performances de la technique appliquée et les usages du site.

POLLUANTS CONCERNÉS

La **phytostabilisation aidée** et la **phytoextraction** sont adaptées pour la gestion des sols impactés par les **composés inorganiques**. Les polluants concernés sont les éléments traces métalliques (ETM) porteurs d'enjeux sanitaires et environnementaux, c'est-à-dire les métaux (ex. : Cd, Pb, Cu) et les métalloïdes (ex. : As). Parmi les métaux, le Zn et le Ni lorsqu'ils sont présents en excès ainsi que les terres rares, considérés comme des matières premières stratégiques,

peuvent également être extraits du sol par phytoextraction.

La **phyto-rhizodégradation** est adaptée dès lors que le sol présente des **polluants organiques susceptibles d'être dégradés** par les espèces végétales et les microorganismes. Les polluants bénéficiant de retour d'expérience sont les hydrocarbures dont les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP). D'autres composés comme les BTEX ou les PCB sont étudiés dans le cadre de projets de recherche.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le **matériel** utilisé pour la mise en œuvre, le suivi, et la récolte de la phytomasse produite lorsque nécessaire, n'est généralement pas spécifique. Il est celui utilisé dans les **secteurs agricole et forestier** ou dans les services espaces verts des collectivités : engins pour préparer le sol avant semis ou plantation, pour épandre les amendements du sol, pour semer, repiquer et récolter les espèces végétales ou pour entretenir les espaces verts. La disponibilité du matériel nécessaire à la récolte de la phytomasse produite sur site pollué peut être limitante et doit être anticipée dès le début du projet.

La plupart des espèces végétales (plantes vivaces, arbres...) sont disponibles chez les semenciers, les pépiniéristes et dans les catalogues des professionnels du

végétal. De même, la plupart des amendements chimiques ou biologiques (organiques ou micro-organismes) utilisables sont commercialisés. Il faut cependant signaler l'absence de commercialisation de la plupart des espèces végétales (hyper) accumulatrices de métaux utilisables en phytoextraction, plantes souvent spécifiques à certains polluants. Cette limitation devrait disparaître puisque plusieurs structures développent des itinéraires culturaux (choix du fertilisant, de l'amendement, besoin en irrigation, fréquence de coupe...) adaptés à ces espèces.

Les méthodologies et matériel employés lors du suivi pour le prélèvement et l'analyse des sols, des espèces végétales et des eaux souterraines sont identiques à ceux utilisés de manière conventionnelle lors de la gestion d'un site pollué.



© Serpol



© Ineris

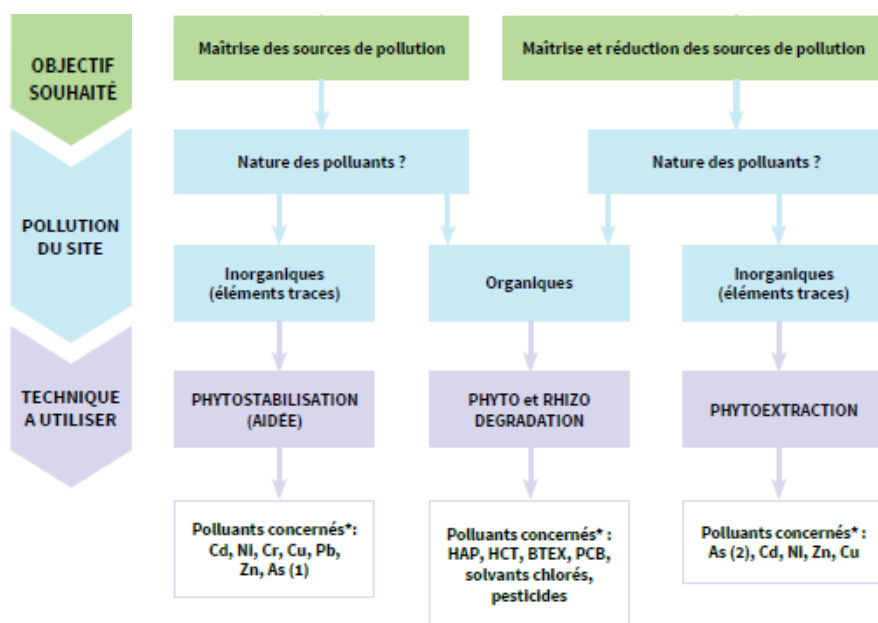
Mise en place des semences et culture obtenue.

MÉTHODOLOGIE

Le choix de la **phytotechnologie** retenue doit prendre en considération plusieurs critères :

- L'usage futur du site,
- L'objectif de gestion (maîtrise et réduction des transferts de pollution ou des sources d'exposition) et le délai associé,

- Le(s) type(s) de polluants présents sur le site,
- Les caractéristiques du site (bâti, topographie, hydrogéologie...),
- Les caractéristiques du sol (pH, structure du sol, fertilité...).



Choix des phytotechnologies selon le site, les objectifs souhaités et les polluants.

© ADEME/Ineris, 2012

** en lien avec les connaissances du moment*

(1) : l'immobilisation de l'As peut être réversible en fonction du cycle de la matière organique

(2) : la présence de Cu peut affecter négativement les performances de la phytoextraction de l'As

Caractérisation du site

La caractérisation chimique et agronomique du site permet de collecter l'ensemble des informations pour vérifier la faisabilité de la technique comme mesure de gestion. À l'issue de cette étape sont définis : **les espèces végétales, les amendements éventuels, les itinéraires culturels et le programme de suivi des performances**. Les espèces végétales peuvent être choisies non comestibles pour l'homme et la faune en fonction de l'usage envisagé, et de préférence indigènes et non invasives. A cette étape du projet, une expertise en agronomie et biologie végétale est nécessaire.

Mise en œuvre

En accord avec la méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués, des essais, en laboratoires et/ou sur site au niveau de certaines zones, dimensionnés au regard des enjeux associés au site, peuvent être nécessaires pour **évaluer la faisabilité et les bénéfices attendus**.

La mise en œuvre consiste ensuite à **préparer le site** (défrichage, déboisement ou désherbage éventuels, aplanissement du terrain, gestion des eaux de ruissellement...), puis **préparer le sol** (décompactage, épandage, bâchage éventuels) avant le semis ou la plantation.

Suivi des performances et entretien

Il est important de réaliser un **suivi des performances via des prélèvements** (sol, espèces végétales, eau, poussières...) et un entretien lors du cycle de culture (arrosage, lutte contre les adventices et les ravageurs).

Pour s'assurer de la performance sur le long terme, l'entretien peut conduire à répéter tout ou partie de l'itinéraire culturel (amendements et espèces végétales).

Récolte de la phytomasse

La récolte de la phytomasse peut être réalisée de manière unique ou périodique, selon l'itinéraire culturel et la durée de la gestion du site. Elle peut être valorisée, si une voie de valorisation existe et est appropriée.

Points de vigilance :

- Le phytomanagement est à l'interface de nombreux contextes réglementaires, en lien avec les sites et sols pollués, les amendements et la phytomasse récoltée. Certains points comme le statut de la phytomasse (déchet ou produit) ou sa valorisation dans des filières existantes ou à développer ne sont pas encore bien encadrés.
- Pour la phytostabilisation aidée, il n'existe pas d'amendement universel pour réduire la mobilité et la biodisponibilité des polluants pour l'ensemble des sols pollués. Les amendements sont spécifiques à la nature des polluants et leur efficacité dépend des paramètres influant sur la mobilité et la biodisponibilité des polluants dans le sol.
- La réalisation d'essais préliminaires, a minima au laboratoire et si possible *in situ*, pour s'assurer de la pertinence des amendements et des espèces végétales retenus au regard des caractéristiques pédologiques, du degré de pollution et des conditions environnementales du site à gérer est fortement conseillée.
- Comme tout mode de gestion d'un site, la mise en place de ces techniques nécessite une conservation de la mémoire de la pollution laissée en place et des éventuelles restrictions d'usages pour notamment éviter l'exposition des populations.



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Polluants

- Différentes techniques applicables selon les polluants présents.

Mise en œuvre

- Traitement *in situ* des pollutions diffuses,
- Techniques de mise en œuvre éprouvées,
- Maîtrise du choix des espèces végétales,
- Pas de nécessité d'apport de terre pour réduire l'exposition et le transfert,
- Technique utilisable de manière indépendante ou en soutien à d'autres mesures de gestion,

Performance

- Mesure de gestion adaptée pour de grandes surfaces,
- Préservation et/ou amélioration des fonctions du sol,
- Bénéfices au travers de la création de valeurs marchandes et non marchandes (valorisation phytomasse, biodiversité, bien-être des populations...).

INCONVÉNIENTS

Polluants

- Pollution avec de multiples polluants non maîtrisée,
- Des teneurs élevées en polluants phytodisponibles peuvent être limitantes.

Mise en œuvre

- Nécessite un suivi avec des visites régulières,
- Peu d'encadrement par la réglementation.

Performance

- Limitée à la zone d'enracinement des espèces végétales et de travail du sol si utilisation d'amendements,
- Performances dépendantes des conditions affectant les espèces végétales (météo, ravageurs, maladies...),
- Difficulté d'afficher des objectifs et des mesures de résultats de performance,
- Nécessité de suivi des risques résiduels pour l'environnement (faune, flore ...) et la santé.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

Phytostabilisation aidée ++ Phytoextraction – / +. Phytorhizodégradation – / +

Les phytotechnologies nécessitent et font l'objet de nombreuses recherches appliquées et de tests. Elles s'appuient sur des compétences existantes mais disséminées et le retour d'expérience est inégal selon la technique.

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

Le phytomanagement est un mode de gestion d'un site qui peut demander **quelques mois à plusieurs dizaines d'années**. Néanmoins, **les interventions sur site sont ponctuelles** (un à plusieurs jours).

La mise en œuvre peut être réalisée sur une période de quelques jours selon l'état initial du sol et la superficie à traiter. La présence sur site pour le suivi des performances dépend du nombre de paramètres mesurés, de la fréquence

des mesures et de la durée de gestion. L'entretien peut être réalisé en une journée ou quelques jours selon la croissance des espèces conditionnée par la météo et se répète sur la période de gestion. Enfin, l'étape de récolte de la phytomasse dépend de la superficie à récolter; une grande réactivité est parfois nécessaire au regard de la météo et de l'étape ultérieure de valorisation.

PHASE

MISE EN ŒUVRE SUR SITE

SUIVI DES PERFORMANCES ET ENTRETIEN

Délai associé



⌘: jour / ⌘⌘: semaine / ⌘⌘⌘: mois / ⌘⌘⌘⌘: année / ⌘⌘⌘⌘⌘: dizaine d'années

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Le coût de mise en œuvre des phytotechnologies est équivalent à celui de gestion d'espace agricole ou forestier et la rentabilité augmente avec la superficie à traiter. Le coût de suivi et d'entretien est équivalent à celui d'un site non pollué avec un surcoût lié à la gestion de la pollution, variable selon le site et non négligeable vis-à-vis des coûts de mise en œuvre. Si

les filières existent, la vente de la phytomasse peut représenter un revenu, faible pour la filière bois énergie ou plus conséquent sur d'autres filières encore à l'étude. Les **coûts totaux sont très disparates et dépendent fortement du site**. Les coûts connus se réfèrent à des coûts de mise en œuvre et varient très fortement d'un site à l'autre (de 2 à plus de 40 €/m²).

PHASE

MISE EN ŒUVRE SUR SITE

SUIVI DES PERFORMANCES ET ENTRETIEN

Coût associé



€ < 100 € / €€ < 1000 € / €€€ < 10000 € / €€€€ < 100000 € / €€€€€ > 100000 €

POUR EN SAVOIR PLUS - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] *Les phytotechnologies appliquées aux sites et sols pollués (nouveaux résultats de recherche et démonstration)*, 2017 - ADEME, INERIS, ISA-Lille, Mines Saint-Etienne - 2017.

[2] *Les phytotechnologies appliquées aux sites et sols pollués : Etat de l'art et guide de mise en œuvre* - edp sciences, ADEME/Ineris - 2012

[3] « Applicabilité des phytotechnologies dans la gestion des pollutions des sols » - Ineris - 2019

[4] *Qu'est-ce que le phytomanagement?* - Fiche IDfriches Auvergne-Rhône-Alpes - Avril 2021.



LA SPÉCIATION DES ÉLÉMENTS TRACES MÉTALLIQUES

TECHNIQUES DE SÉPARATION CHIMIQUE

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

Pour la chimie, la spéciation définit l'**état de valence et/ou les états de complexation** des éléments chimiques, métaux et métalloïdes (arsenic III ou V, antimoine III ou V, chrome III ou VI, mercure élémentaire, inorganique et méthylmercure,...) (Conil et Clozel, 1999). En sciences du sol, la notion de spéciation a une portée plus générale : il s'agit de l'**association des métaux et métalloïdes** (cations ou anions) **avec les différentes phases porteuses du sol** (matrices) qui, selon les ions, influe sur la distribution (localisation) de ces derniers au sein ou à la surface des phases porteuses.

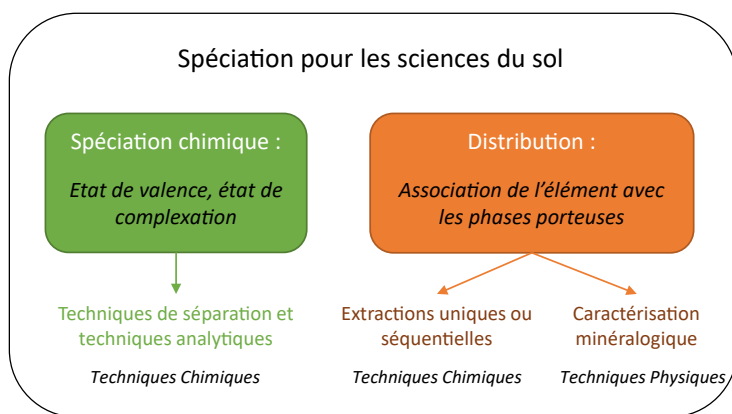
Il existe plusieurs techniques complémentaires de caractérisation de la spéciation des métaux et métalloïdes :

- techniques physiques (voir fiche « caractérisation minéralogique »),
- techniques chimiques (voir fiche « extraction séquentielle » et présente fiche).

Les techniques mises en œuvre peuvent être plus ou moins

simples, rapides et coûteuses. Le choix de la technique dépend à la fois des éléments chimiques, des objectifs et des enjeux de l'étude.

Pour caractériser la **spéciation chimique** des métaux et métalloïdes, et quantifier la distribution massique de chaque forme dans les sols, eaux ou végétaux, plusieurs techniques sont disponibles. Pour les sols, la spéciation implique une première étape d'extraction (conservative) des espèces, non nécessaire pour les eaux. Ensuite, les techniques consistent à combiner une **séparation chimique et/ou physico-chimique** avec un ou plusieurs réactifs spécifiques à l'élément étudié et une **analyse de la solution obtenue**. L'étude de la spéciation chimique permet **d'appréhender la mobilité et les mécanismes de transfert** des polluants et de **comprendre leur comportement** actuel et/ou futur, **prévoir les évolutions** selon les conditions du milieu et **évaluer les enjeux environnementaux et sanitaires** associés.



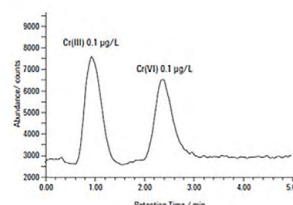
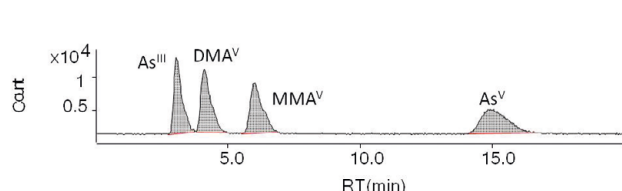
Définition et techniques de caractérisation de la spéciation des métaux et métalloïdes.

CONTEXTE D'UTILISATION

L'étude de la spéciation chimique est principalement utilisée sur des sites avec des contaminations en métaux et métalloïdes qui présentent des états de valence différents.

Les techniques analytiques qui déterminent la spéciation

chimique s'utilisent **en complément de l'analyse de la teneur totale** en polluant qui ne permet pas d'en distinguer les formes chimiques.



© Ineris

Chromatogrammes montrant la séparation des formes chimiques de l'arsenic (As) et du chrome (Cr) obtenus par LC-ICP-MS

LA SPÉCIATION DES ÉLÉMENTS TRACES MÉTALLIQUES

À quelle étape ?

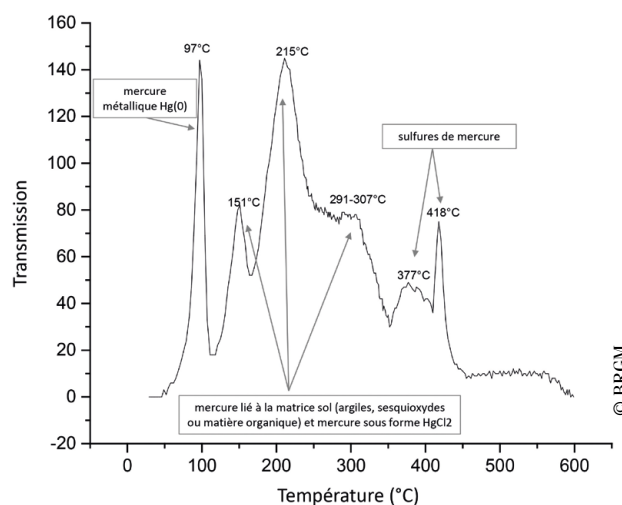
L'étude de la spéciation chimique est essentiellement réalisée lors de l'étape de **diagnostic d'un site pollué** et du choix de la démarche de gestion du site (interprétation de l'état des milieux (IEM) et plan de gestion (PG)) ou pour le **suivi environnemental d'un site**.

La connaissance de la spéciation chimique permet :

- Une meilleure évaluation des expositions et des risques sanitaires lors de l'**interprétation de l'état des milieux (IEM) ou du plan de gestion (PG)** ;
- Le choix de VTR spécifiques à la forme chimique à utiliser, si elles sont disponibles (VTR orales spécifiques disponibles pour le Cr(III) et le Cr(VI), ce qui n'est pas le cas pour l'As(III) et l'As(V)) ;
- L'accès à une information importante car la toxicité, la mobilité, la biodisponibilité et la bioaccessibilité (voir fiche associée) d'un métal dans les sols dépendent également de sa spéciation, qui influence ses interactions et son affinité pour les autres constituants du sol ;
- Le choix de données écotoxicologiques spécifiques et de concentrations sans effet prévisible pour l'environnement associées à la forme chimique en présence ;
- L'amélioration de la connaissance de l'accumulation des métaux et métalloïdes dans les denrées alimentaires (plantes potagères, poissons). Par exemple, l'accumulation dans les plantes potagères varie selon la substance, sa spéciation, les paramètres physico-chimiques des sols, les espèces cultivées, les variétés et les organes. En ce qui concerne le Cr(VI), ce dernier s'accumule moins que le Cr(III) dans les poissons, a contrario dans les invertébrés, le Cr(VI) s'accumule plus que le Cr(III). Le Hg est toxique pour les êtres humains et présente un problème environnemental car les formes organiques peuvent s'accumuler dans la chaîne alimentaire.

Connaître la spéciation chimique argumente les choix de techniques de dépollution lors de l'élaboration du **plan de gestion (PG)** et peut être nécessaire lors des essais de faisabilité du **plan de conception des travaux (PCT)** ou pour le **suivi de dépollution**. La spéciation des éléments influence leur comportement et leur toxicité, ce qui permet d'orienter le choix de la technique. Par exemple, le Cr(VI) est fortement soluble et toxique, et le Cr(III) est moins toxique et très peu soluble.

Enfin, l'étude de la spéciation permet de réaliser la **surveillance environnementale**, en s'assurant que les métaux et métalloïdes concernés sont bien sous la ou les formes chimiques attendues (résultats de dépollution, apparition de nouvelles formes, contraintes réglementaires...).



Thermogramme d'un sol pollué au mercure avec différentes formes (Hg(0)) et espèces du mercure (HgS) obtenu par thermodésorption

POLLUANTS CONCERNÉS

L'étude de la spéciation chimique s'applique aux métaux et métalloïdes rencontrés fréquemment dans les sites pollués et qui existent sous différents états d'oxydation : As, Cr, Hg et Sb. Des techniques de spéciations chimiques sont également

disponibles pour les différentes formes de l'étain, du sélénium, de l'uranium et du brome, mais ne sont pas abordés dans cette fiche.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel pour le prélèvement des échantillons de chacune des matrices concernées (sols, eaux, végétaux) est identique à celui pour leur prélèvement pour analyses chimique classique.

Le matériel nécessaire au laboratoire dépend de la matrice, des métaux et métalloïdes et de la technique analytique mise en œuvre. Il est composé :

- du matériel de laboratoire nécessaire à la réalisation de l'extraction (bouteilles, flacons, colonnes, tubes à centrifuger, agitateur mécanique, centrifugeuse,...),
- de réactifs spécifiques,
- de résine pour une matrice eau,
- de dispositifs analytiques pour caractériser les composés et connaître leur concentration.

MÉTHODOLOGIE

Préparation des échantillons

L'échantillon utilisé pour les analyses chimiques classiques peut être utilisé car les prises d'essais sont très faibles (quelques grammes).

Les échantillons de sols ou de végétaux collectés suivent une étape de préparation en laboratoire préalable aux analyses. Selon la technique choisie, les échantillons suivent

un séchage à l'étuve (température < 40°C) et un tamisage (selon la fraction en cohérence avec les objectifs de l'étude) ou une étape d'extraction pour faire passer l'élément de la phase solide à la phase eau, sans altérer la spéciation. L'étape d'extraction pour les végétaux nécessite une mise au point préalable car elle dépend de chaque type de végétal.

Pour les échantillons d'eau, le prélèvement est également

réalisé de manière classique, mais il est important de stopper le processus d'oxydation des formes réduites pour certains éléments comme l'As, le Mo et le Se [2]. Il est possible de filtrer à 0,22 µm dans un tube stérile plein d'azote et de transporter l'échantillon au frais ce qui permet de stopper la réaction ou de réaliser immédiatement la séparation chimique sur le terrain à l'aide de résines échangeuses d'ions et d'acidification.

Protocole analytique

La technique analytique à appliquer, par du personnel expérimenté, varie en fonction des matrices et des métaux et métalloïdes concernés : plusieurs protocoles peuvent être mis en œuvre.

Il convient de réaliser ces protocoles en triplicat sur certains échantillons, *a minima* un triplicat par lot de 10 échantillons, à titre de contrôle qualité des résultats.

MÉTAUX ET MÉTALLOÏDES	MATRICE ÉTUDIÉE	MODE D'EXTRACTION	MODE DE SÉPARATION	RÉACTIFS	TECHNIQUE ANALYTIQUE	COMPOSÉS IDENTIFIÉS ET QUANTIFIÉS
As	Sol	Acides phosphorique et ascorbique [7]	Résine échangeuse d'ions sur colonne de type Hamilton PRP X-100 (PS-DVB / tri-méthylammonium)	Acides ascorbique et phosphorique	LC-ICP-MS [1]	Formes inorganiques : As(III), As(V). Formes organiques : DMA(V), MMA(V)
	Eau	/	Résine échangeuse d'ions (AG 1-X8Biorad, Hercules, CA, USA)	NaOH, acide acétique (H ₂ O UP, HCl) [2]	SAA, ICP	Formes inorganiques : As(III), As(V)
Cr	Sol	Extraction alcaline	Résine échangeuse d'ions sur colonne de type Hamilton PRP X-100 (PS-DVB / tri-méthylammonium). Résine échangeuse d'ions sur colonne de type Thermo AS7 (DVB / Ammonium quaternaire alkyle)	Sulfate d'ammonium et hydroxyde d'ammonium (stabilisation des échantillons pour éviter les interconversions Cr(III)/Cr(VI))	LC-ICP-MS CEI-UV + ICP-OES ou ICP-MS	Cr(III), Cr(VI), Cr(VI) + Cr total, Cr(III) par soustraction
	Eau	/	Résine échangeuse d'ions sur colonne de type Hamilton PRP X-100 (PS-DVB / tri-méthylammonium)	/	HPLC-ICPMS	Cr(VI) et du Cr(III) [3]
Hg	Sol	Eau régale (HNO ₃ , HCl) en four micro-ondes	Extraction à l'eau régale (HNO ₃ , HCl)	/	GC-ICP-MS SAA ICP-MS	Hg total Hg inorganique, Méthylmercure
	Sol	Thermodésorption couplée à la SAA [4]	/	/	SAA	En fonction de la température, les différentes espèces de mercure se décomposent : Hg ⁰ , HgCl ₂ , HgO, HgS, etc.
Sb	Sol	Acide phtalique	Résine échangeuse d'ions sur colonne Hamilton PRP X-100 (PS-DVB / tri-méthylammonium)	Acide phtalique	LC-ICP-MS	Sb(III), Sb(V)

As(III) : Arsenic inorganique trivalent / **As(V)** : Arsenic inorganique pentavalent / **DMA(V)** : Acide diméthylarsinique (V) / **MMA(V)** : Acide monométhyl arsinique (V) / **Sb(III)** : Antimoine inorganique trivalent / **Sb(V)** : Antimoine inorganique pentavalent, **H₂O UP** : Eau Ultra Pure
ICP-MS : Spectrométrie de Masse à Plasma à Couplage Inductif / **GC-ICP-MS** : Chromatographie Gazeuse couplée à la Spectrométrie de Masse à Plasma à Couplage Inductif / **LC-ICP-MS** : Chromatographie Liquide couplée à la Spectrométrie de Masse à Plasma à Couplage Inductif, **ICP-OES** : Spectrométrie d'Émission Optique à Plasma à Couplage Inductif / **CEI-UV** : Chromatographie d'Échange d'Ions avec détection UV / **SAA** : Spectrométrie d'Absorption Atomique équipé potentiellement d'un four électrothermique et/ou un générateur d'hydrures / **HPLC-ICP-MS** : chromatographie liquide à haute pression couplée à la Spectrométrie de Masse à Plasma à Couplage Inductif.

Principales techniques de spéciation chimique pour caractériser les différentes formes des métaux et métalloïdes

Les concentrations sont obtenues pour chaque forme chimique.

La connaissance de certains paramètres du milieu qui influent sur la spéciation chimique (pH, potentiel d'oxydo-réduction Eh, température, teneur en eau, teneur en matière organique...) est complémentaire aux résultats pour prévoir les évolutions possibles dans le temps et dans l'espace de la forme des polluants.

Points de vigilance

- Une attention particulière, spécifique à chaque technique, doit être portée aux conditions de transport et de conservation des échantillons afin de ne pas modifier

les équilibres chimiques qui sont influencés par le pH, la température et la luminosité. Dans ce même objectif, les eaux doivent être filtrées sur le terrain et au besoin acidifiées après séparation *in situ*.

- Les résultats obtenus par certaines techniques présentent des interférences. C'est le cas du dosage du Cr(VI) par chromatographie ionique en fonction des concentrations en sulfure et en Fe(III) ou en présence d'échantillons fortement alcalins.
- Lors de la caractérisation de la spéciation du mercure par thermodésorption, l'identification des pics des courbes de désorption thermique peut s'avérer complexe en cas de chevauchement de pics.



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Échantillonnage

- Facile à mettre en œuvre,
- Réalisable sur sols, végétaux ou eaux selon les protocoles,

Laboratoires, matériel d'analyse

- Matériel d'analyse classique de laboratoire pour la plupart des techniques,

Résultats d'analyse

- Résultats quantitatifs,
- Robustes et reproductibles,

Interprétation des résultats

- Choix de paramètres spécifiques à la forme étudiée,
- Délais courts.

INCONVÉNIENTS

Polluants

- Techniques adaptées uniquement pour quelques métaux et métalloïdes,

Laboratoires, analyses

- Peu de laboratoires réalisant les analyses de certaines formes du Hg ou de l'As en routine,
- Besoin de personnel compétent et expérimenté,
- Nécessité de matériel spécifique pour l'analyse de la spéciation du mercure par thermodésorption,
- Coût potentiellement élevé selon les éléments considérés.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, interfaces et logiciels développés ou en cours de développement, technique utilisée sur le terrain

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

Le temps de préparation des échantillons de sols dépend de leur taux d'humidité et de la fraction de tamisage. Les phases d'expérimentation et d'analyse, d'une durée comprise entre 1 journée et 1 semaine, dépendent de la matrice, de la substance et de la technique associée, et du nombre

d'échantillons. Pour le traitement des résultats, il faut compter au minimum une demi-journée. Le faible nombre de laboratoires réalisant les analyses particulièrement pour certaines formes du Hg (Hg⁰, HgCl₂, HgO, HgS) peut ajouter une contrainte temporelle.

PHASE

EXPÉRIMENTATION ET ANALYSE

TRAITEMENT

Délai associé



⌚ : jour / ⌚⌚ : semaine / ⌚⌚⌚ : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Le coût d'expérimentation et d'une analyse dépend également de la matrice et de la substance étudiée et est de 200 à 500 € par échantillon, pour un lot de 5 échantillons.

Ce prix inclut la préparation, les analyses, la vérification de la qualité et le rapport analytique.

PHASE

EXPÉRIMENTATION ET ANALYSE

TRAITEMENT

Coût associé



€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Norme expérimentale XP T 90-140 : Qualité de l'eau - Détermination de quatre formes chimiques de l'arsenic - Méthode par chromatographie liquide à haute pression (CLHP) couplée à un spectromètre de masse avec plasma induit par haute fréquence (ICP-MS) - Février 2013
- [2] Protocole adapté de Kim MJ. - Separation of inorganic arsenic species in groundwater using ion exchange method. Bull Environ Contam Toxicol 67 : 46-51. - 2001
- [3] Aquaref - Développement d'une méthode pour le dosage du Cr(VI) et du Cr(III) par HPLC-ICPMS en ESU - 2020
- [4] Biester, H., Scholz, C. - Determination of mercury binding forms in contaminated soils : Mercury pyrolysis versus sequential extractions - Environ. Sci. Technol. (1997)
- [5] Guide méthodologique de l'arsenic appliqué à la gestion des sites et sols pollués Rapport BRGM/RP-52066-FR – Janvier 2003
- [6] Carvalho C et al. - Mercury speciation in contaminated soils by thermal release analysis - Water, Air, and Soil Pollution (1996)
- [7] Gallardo MV, et al., Speciation analysis of arsenic in environmental solids Reference Materials by high-performance liquid chromatography-hydride generation-atomic fluorescence spectrometry following orthophosphoric acid extraction - 2001



LA SPÉCIATION DES ÉLÉMENTS TRACES MÉTALLIQUES

TECHNIQUES D'EXTRACTION UNIQUES OU SÉQUENTIELLES

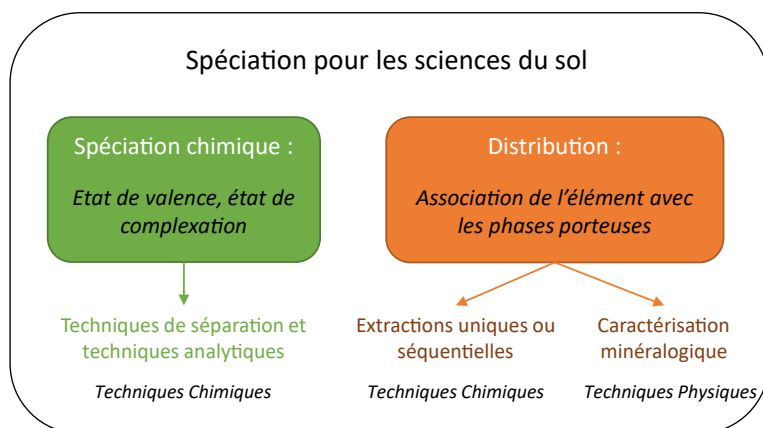
DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

Pour la chimie, la spéciation définit **l'état de valence et/ou les états de complexation** des éléments chimiques, métaux et métalloïdes (arsenic III et V, antimoine III et V, chrome III et VI, mercure élémentaire, inorganique et méthylmercure...) (Conil et Clozel, 1999). En sciences du sol, la notion de spéciation a une portée plus générale : il s'agit de **l'association des métaux et métalloïdes** (cations ou anions) **avec les différentes phases porteuses du sol** (matrices) qui, selon les ions, influe sur la distribution (localisation) de ces derniers au sein des phases porteuses.

Il existe plusieurs techniques complémentaires de caractérisation de la spéciation des métaux et métalloïdes :

- techniques physiques (voir fiche « Caractérisation minéralogique »),
- techniques chimiques (voir présente fiche et fiche « spéciation chimique »).

Les techniques mises en œuvre peuvent être plus ou moins simples, rapides et coûteuses. Le choix de la technique dépend à la fois des éléments chimiques, des objectifs et des enjeux de l'étude.



Définition et techniques de caractérisation de la spéciation des métaux et métalloïdes

Les extractions uniques ou séquentielles sont un ensemble de techniques chimiques qui permettent de comprendre la distribution des métaux et métalloïdes dans les sols, sur différentes **phases porteuses**.

Les métaux ont une affinité pour les différentes phases porteuses du sol qui dépend de leurs propriétés chimiques et atomiques (rayon, charge...), mais aussi des conditions physico-chimiques du milieu. Les techniques d'extraction consistent à extraire en solution les fractions solides en utilisant un réactif spécifique à cette fraction. Les techniques d'extraction unique se focalisent sur une ou des fractions particulières alors que les techniques d'extractions séquentielles consistent à mettre en solution l'une après l'autre les fractions solides par l'utilisation d'une séquence de réactifs spécifiques. Les éléments métalliques reliés aux fractions solides sont libérés lorsque ces dernières sont extraites. L'extraction, plus ou moins sélective, des différentes fractions solides du sol participant à la rétention des métaux permet ainsi d'**évaluer la distribution des métaux dans les sols**.

Les résultats peuvent être interprétés en termes de **mobilité potentielle** dans l'environnement de ces métaux ou métalloïdes ou de redistribution potentielle vers d'autres phases porteuses. Les résultats des techniques d'extractions séquentielles peuvent également permettre d'appréhender la variabilité de **biodisponibilité/bioaccessibilité** de ces éléments.

Il existe un grand nombre de techniques (ou protocoles) d'extractions uniques ou séquentielles, dont le nombre d'étapes, la nature des réactifs utilisés et leurs dosages sont variables. Actuellement, une seule technique est normalisée (norme NF EN ISO 12782, parties 1 à 5 [4]). Les résultats de ces extractions sont destinés à être utilisés comme données d'entrée dans des modèles géochimiques pour prédire le comportement des métaux et métalloïdes. Une autre technique n'est pas normalisée, mais harmonisée au niveau européen (Bureau Communautaire de Référence – BCR : Quevauviller et al., 1993). Une troisième technique plus complète (Leleyter et Prosbt en 1999 ; adaptée du protocole de Tessier et al. (1979)) comporte neuf étapes d'extraction. Ce sont ces trois techniques qui sont présentées ci-après.

LA SPÉCIATION DES ÉLÉMENTS TRACES MÉTALLIQUES

CONTEXTE D'UTILISATION

Les techniques d'extractions séquentielles présentées sont utilisées sur des sols pollués par des métaux et métalloïdes uniquement. Elles ne sont pas faites pour évaluer la spéciation des polluants organiques.

Ces techniques permettent d'estimer **la distribution des métaux et métalloïdes** dans les différentes phases du sol. Il est possible d'atteindre des teneurs très faibles pour chacun des métaux ou métalloïdes considérés (de l'ordre du centième de mg/kg au mg/kg selon les éléments), correspondant aux limites de quantification couramment admises par des analyses effectuées par ICP-AES. L'information fournie est ainsi **quantitative**.

La distribution des métaux et métalloïdes au sein des phases du sol étant souvent identifiée comme un paramètre influençant l'exposition des organismes à ces éléments et donc la bioaccessibilité, les techniques d'extractions séquentielles peuvent également permettre d'**expliquer des variations de bioaccessibilité** des métaux et métalloïdes dans les sols (voir fiche sur la bioaccessibilité UBM).

Il est nécessaire au préalable de déterminer le ou les métaux et métalloïdes qui sont rencontrés et pour lesquels un enjeu particulier est constaté, en termes de risque de transfert dans l'environnement car les techniques d'extractions séquentielles permettent d'**affiner l'analyse en contenu total** pour un métal ou métalloïde donné. Si une analyse en contenu total permet de répondre aux questionnements de l'étude, il n'est

pas nécessaire d'aller jusqu'à la mise en œuvre des techniques d'extractions séquentielles qui peuvent être complexes.

Ces techniques peuvent s'utiliser **en compléments des techniques de caractérisation minéralogique** (à chaque étape de l'extraction) **ou des analyses de spéciation chimique** (voir fiches associées), ce qui permet dans certains cas de lever les incertitudes d'interprétation des résultats. En effet, différents constituants peuvent être dissous lors d'une même étape et libérer en même temps les métaux et métalloïdes associés.

À quelle étape ?

Les techniques d'extraction uniques ou séquentielles sont utilisables principalement :

- Lors de l'étape de **diagnostic** afin d'obtenir des informations plus détaillées sur la distribution des métaux et métalloïdes dans les différents constituants du sol, et ainsi d'**anticiper leur redistribution dans le sol et/ou leur mobilité dans l'environnement**,
- Au stade de certains plans de gestion (PG), lors du **choix de la méthode de dépollution et de son suivi** et éventuellement pendant la **surveillance environnementale** afin d'**évaluer si la spéciation des métaux et métalloïdes a évolué vers des formes plus stables (forme chimique ou comportement)** dans l'environnement.

POLLUANTS CONCERNÉS

Les polluants concernés par les techniques présentées sont des **métaux et métalloïdes**. Certaines techniques ont seulement été validées pour des éléments particuliers ; c'est

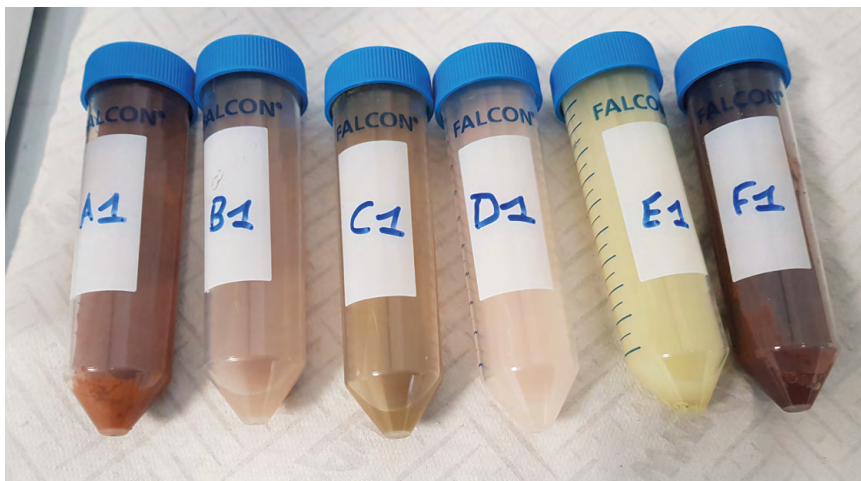
le cas de la technique du BCR validée pour le Cd, le Cr, le Cu, le Ni, le Pb et le Zn.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel pour le prélèvement des échantillons est identique à celui pour un prélèvement d'analyse chimique classique.

Le matériel déployé est composé :

- du matériel de laboratoire nécessaire à la réalisation de l'extraction, qui dépend des essais réalisés et de l'étape d'extraction (bouteilles, flacons, tubes à centrifuger, agitateur mécanique, centrifugeuse, bain thermostaté, pH-mètre,...),
- de réactifs spécifiques pour chaque technique et chaque étape d'extraction,
- de dispositifs analytiques pour analyser les différents extraits (par ICP-AES pour la plupart des métaux et métalloïdes).



Différents sols à la première étape du protocole de Tessier – A1 : Hausmannite (Mn_3O_4), B1 : sol argileux, C1 : argile à fort taux de FeIII, D1 : kaolinite, E1 : argile à fort taux de FeII, F1 : Pyrolusite (MnO_2)

MÉTHODOLOGIE

Le principe pour chaque technique présentée est de soumettre un échantillon à un réactif spécifique ou à une série ordonnée de réactifs de capacité d'extraction croissante pour dissoudre les différentes phases d'un métal. L'échantillon utilisé pour les analyses chimiques classiques peut être utilisé car les prises d'essais sont très faibles (de quelques grammes à dizaines de grammes).

Il convient de réaliser la technique en triplicat sur certains échantillons, *a minima* un triplicat par lot de 10 échantillons, à titre de contrôle qualité des résultats.

Extraction en une seule étape (NF EN ISO 12782)

Chaque norme de la série NF EN ISO 12782 propose un protocole composé d'une seule d'extraction avec un extractant spécifique. Les 3 premiers protocoles visent à extraire les (hydr)oxydes de fer et d'aluminium présents dans l'échantillon solide sous différentes phases minéralogiques alors que les 2 derniers visent à caractériser la quantité et la nature de la matière organique de l'échantillon solide (partie 4) et liquide (partie 5). Le protocole est choisi selon l'objectif de l'étude.

Les résultats obtenus sont des paramètres d'entrée de modèles géochimiques. Ils permettent de prendre en compte le rôle des différents constituants sur la distribution des métaux et métalloïdes dans l'échantillon si la base de données du modèle géochimique dispose de constantes de solubilités et de réactions de chimisorption (ou complexation) adaptées.

Extractions BCR en trois étapes successives

La technique BCR permet de mettre en évidence la distribution des métaux et métalloïdes dans le sol selon trois fractions distinctes, chacune extraite par un extractant différent :

Étape 1 : La fraction **échangeable** est la partie soluble des métaux et métalloïdes dissous ou adsorbés sur les minéraux argileux, les (hydr)oxydes de fer et d'aluminium et la matière organique avec lesquels les métaux et métalloïdes ont de faibles interactions électrostatiques.

Étape 2 : La fraction **réductible** correspond aux métaux

et métalloïdes associés aux (hydr)oxydes cristallisés (principalement de fer, d'aluminium et de manganèse).

Étape 3 : La fraction **oxydable** représente les métaux et métalloïdes complexés à la matière organique.

À l'issue de ces trois étapes, il est possible de déterminer la fraction **résiduelle**, c'est-à-dire le ou les constituants qui n'ont pas été attaqués par les étapes précédentes. Elle est majoritairement composée de minéraux silicatés.

Extractions en neuf étapes successives selon Leleyter et Probst (1999), adapté de Tessier et al.

Ce protocole permet de détailler la phase oxydante en distinguant les oxydes de manganèse, les oxydes de fer amorphes et les oxydes de fer cristallins. Il est composé de plusieurs étapes avec plusieurs extractants pour connaître 9 fractions : solubles, échangeables, acido-solubles, liées aux oxydes de Mn, aux oxydes de Fe amorphes, aux oxydes de Fe cristallins, à la matière organique, aux sulfures et la fraction résiduelle.

Points de vigilance pour les 3 techniques :

- Importance du mode de conservation des échantillons afin de ne pas modifier les équilibres chimiques ([1], [4], [6]).
- Transformation possible des phases labiles lors de la préparation des échantillons (séchage notamment).
- Manque de sélectivité des réactifs utilisés : les réactifs peuvent dissoudre plusieurs phases en même temps ou la solubilisation d'une espèce peut être incomplète.
- Redistribution possible des métaux ou métalloïdes sur les résidus d'extraction au cours du processus. La ré-adsorption des espèces solubilisées sur d'autres phases solides peut entraîner une sous-estimation de la fraction recherchée.
- Pour certaines techniques, le pH doit être vérifié de manière précise en raison de son importance sur les résultats ([4],[6]).
- Les techniques d'extraction permettent une identification des phases porteuses de manière indirecte, à travers leur dissolution, à confirmer par des techniques minéralogiques.

PHASE PORTEUSE	NORME NF EN ISO 12782 (parties indépendantes)	BCR EN 3 ÉTAPES	TECHNIQUE DE LELEYTER ET PROBST (1999) adaptée du protocole de Tessier
Fraction soluble			Étape 1 à l'eau ultra pure
Éléments échangeables		Étape 1 à l'acide acétique	Étape 2 au nitrate de magnésium
Fraction acido-soluble			Étape 3 à l'acétate de sodium et l'acide acétique
Fraction liée aux oxydes de manganèse			Étape 4a au chlorure d'hydroxylammonium
Fraction liée aux oxydes de fer amorphes	NF EN ISO 12782-1 à l'acide ascorbique		Étape 4b à l'oxalate d'ammonium et l'acide oxalique
Fraction liée aux oxydes de fer cristallins	NF EN ISO 12782-2 au dithionite	Étape 2 au chlorure d'hydroxylammonium	Étape 4c à l'oxalate d'ammonium, l'acide oxalique et l'acide ascorbique
(Hydr)oxydes d'aluminium	NF EN ISO 12782-3 à l'acide oxalique et oxalate d'ammonium	Étape 2 au chlorure d'hydroxylammonium	
Fraction liée à la matière organique	NF EN ISO 12782-4 (sol) NF EN ISO 12782-5 (eau) à partir d'une résine spécifique (DAX-8)	Étape 3 au peroxyde d'hydrogène	Étape 5a à l'eau oxygénée
Fraction liée aux sulfures			Étape 5b à l'acide nitrique
Fraction résiduelle		Par différence entre la teneur totale et les résultats des étapes 1 à 3	Étape 6 à l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique

Synthèse des 3 protocoles : phase porteuse extraite à chaque étape



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Échantillonnage

- Identique à celui des prélèvements usuels,

Laboratoire, analyses

- Matériel d'analyse classique de laboratoire,

Investigations

- Choix de la technique (coût et délais) selon les enjeux associés au site,

Résultats d'analyse

- Robuste et reproductible,

- Quantitatifs,

Résultats d'interprétation

- Meilleure compréhension des phénomènes actuels et futurs sur le site,

- Permet la sélection et le suivi de techniques de dépollution appropriées.

INCONVÉNIENTS

Échantillonnage

- Réalisable uniquement sur la matrice sol,

Laboratoire, analyses

- Peu de laboratoires réalisant ces analyses en routine,

- Nombre de réactifs, fonction des protocoles,

Polluants

- Métaux ou métalloïdes uniquement et présents dans la matrice sol,

Résultats d'interprétation

- Interprétation complexe,

- Besoin de personnel compétent et expérimenté,

- Traitement avec modélisation chimique long.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, technique utilisée sur le terrain

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

Les délais d'extraction sont relativement longs et dépendent du protocole retenu et du nombre d'échantillons. Il faut compter un à plusieurs jours pour la réalisation des différentes étapes d'extraction avec les analyses associées et le traitement des données par un expert. Si le traitement

comporte une modélisation géochimique, il peut nécessiter plusieurs jours voire plusieurs semaines, selon la complexité de l'étude et le degré de connaissance à apporter. Le faible nombre de laboratoires réalisant ce type d'extractions et d'experts qualifiés peut ajouter une contrainte temporelle.

PHASE

EXPÉRIMENTATION ET ANALYSE

TRAITEMENT

INTERPRÉTATION DES DONNÉES

Délai associé

⌘ ⌘ ⌘

⌘ ⌘ ⌘

⌘ ⌘ ⌘

⌘: jour / ⌘⌘: semaine / ⌘⌘⌘: mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Le coût d'une extraction en laboratoire dépend du protocole choisi et est compris entre 800 et 1 300 € par échantillon. Ce prix inclut les différentes étapes d'extraction, les analyses, la vérification de la qualité et le rapport analytique. Il est

dégressif avec le nombre d'échantillons car il correspond essentiellement à du temps passé par l'opérateur. À ce coût s'ajoute le prix de traitement des résultats de modélisation obtenus par un expert.

PHASE

EXPÉRIMENTATION ET ANALYSE

TRAITEMENT

INTERPRÉTATION DES DONNÉES

Coût associé

€€€

€€€

€€€

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Cornu S., Clozel B. *Extractions séquentielles et spéciation des éléments traces métalliques dans les sols naturels. Analyse critique, Étude et Gestion des sols*, 2000
- [2] Galvez-Cloutier R., Dubé J.S. *An evaluation of fresh water sediments contamination : The Lachine canal sediments case, Montreal, Canada. Part II. Heavy metal particulate speciation study. Water, Air, and Soil Pollution*, 1998
- [3] Leleyter L., Probst J.L. *A new sequential extraction procedure for the speciation of particulate trace elements in river sediments. International Journal of Environmental Analytical Chemistry*, 1999
- [4] Norme NF EN ISO 12782 - Qualité du sol - Paramètres pour la modélisation géochimique de la lixiviation et de la spéciation des constituants des sols et des matériaux - Parties 1 à 5 - 2012
- [5] Quevauviller Ph. et al. (1993). *Improvement of analytical measurements within the BCR-programme : Single and sequential extraction procedures applied to soil and sediment analysis. Int J Environ Anal Chem.*
- [6] Tessier A. et al., (1979) *Sequential Extraction Procedure for the Speciation of Particulate Trace Metals. Analytical Chemistry*.



LA SPÉCIATION DES ÉLÉMENTS TRACES MÉTALLIQUES

TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION MINÉRALOGIQUE

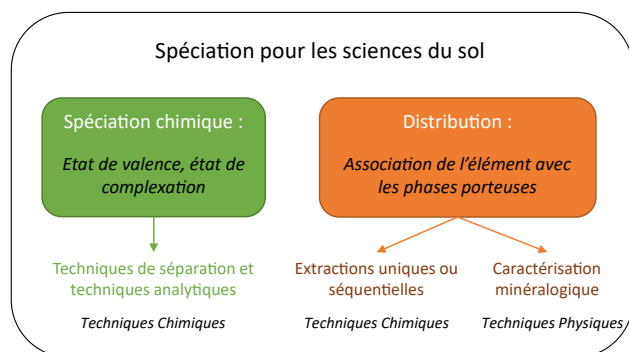
DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

Pour la chimie, la spéciation définit **l'état de valence et/ou les états de complexation** des éléments chimiques, métaux et métalloïdes (arsenic III ou V, antimoine III ou V, chrome III ou VI, mercure élémentaire, inorganique et méthylmercure,...) (Conil et Clozel, 1999). En sciences du sol, la notion de spéciation a une portée plus générale : il s'agit de **l'association des métaux et métalloïdes** (cations ou anions) **avec les différentes phases porteuses du sol** (matrices) qui, selon les ions, influe sur la distribution (localisation) de ces derniers au sein des phases porteuses.

Il existe plusieurs techniques complémentaires de caractérisation de la spéciation des métaux et métalloïdes :

- techniques physiques (voir présente fiche),
- techniques chimiques (voir fiche « extraction séquentielle » et fiche « spéciation chimique »).

Les techniques mises en œuvre peuvent être plus ou moins simples, rapides et coûteuses. Le choix de la technique dépend à la fois des éléments chimiques, des objectifs et des enjeux de l'étude.



Définition et techniques de caractérisation de la spéciation des métaux et métalloïdes.

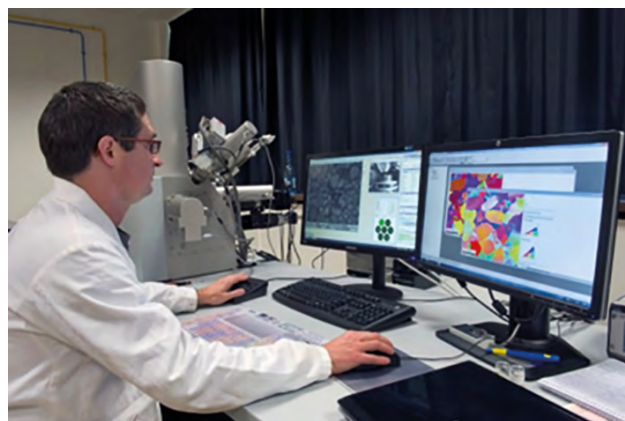
Les techniques de caractérisation minéralogique permettent de déterminer la **composition minéralogique d'un sol** (nature et quantité de chaque minéral présent) et éventuellement de préciser la **répartition de métaux et métalloïdes dans ces minéraux**. Les techniques les plus accessibles en matière de coût et de laboratoires disponibles sont :

- **La microscopie optique** qui permet d'identifier des phases minérales et d'évaluer leur taille et leur texture. Elle permet aussi de cibler certaines zones d'intérêt à étudier plus en détail avec d'autres techniques.

- **La diffraction des rayons X (DRX)** est l'un des outils les plus utilisés pour identifier et quantifier les proportions massiques des phases minérales constitutives d'un échantillon.

- **La microscopie électronique à balayage (MEB)** permet d'observer et caractériser, de manière ponctuelle, les particules présentes dans un échantillon. C'est une technique complémentaire à la microscopie optique et à la diffractométrie des rayons X. Les deux modes d'imagerie (électrons secondaires et rétrodiffusés) permettent d'étudier simultanément la morphologie et la composition chimique des phases minérales analysées. Couplée à un spectromètre à dispersion d'énergie (EDS), elle peut analyser les rayons X émis par les minéraux sous l'impact du faisceau d'électrons et ainsi évaluer la répartition des métaux et métalloïdes dans les différents minéraux du sol et réaliser une analyse chimique de l'échantillon à l'échelle microscopique.

La microscopie optique et la microscopie électronique à balayage (MEB) sont des techniques **d'imagerie** et reposent sur l'interaction entre un échantillon de sol et un flux de photons ou d'électrons alors que la DRX est une **technique d'analyse globale** de la minéralogie d'un échantillon préalablement broyé fondée sur la diffraction des rayons X sur la matière cristallisée (c'est à dire essentiellement les minéraux du sol, en contexte sites et sols pollués).



© BRGM, laboratoire d'Orléans

Analyses par microscope électronique à balayage (MEB) et caractérisation cristallographique des minéraux.



POLLUANTS CONCERNÉS

Les polluants concernés sont uniquement les **métaux et métalloïdes**, qu'ils soient sous forme élémentaire (par exemple, le plomb natif, très rare) ou constituants de certains minéraux indicateurs d'une pollution (par exemple, le plomb est constituant de la galène). Ces techniques permettent également de mettre en évidence la présence de certains minéraux qui peuvent impacter les conditions physico-

chimiques du milieu (par exemple, la présence de pyrite peut acidifier le milieu et ainsi influencer sur la mobilité de certains éléments).

Ces techniques ne peuvent pas être utilisées en présence de mercure élémentaire sans prendre de précautions particulières, sous peine d'endommager les différents capteurs.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel pour le prélèvement des échantillons est identique à celui pour un prélèvement d'analyse chimique classique. L'utilisation d'un cylindre avec ajout d'une résine peut être préconisée pour garder la structure de l'échantillon. Il est possible d'utiliser ces techniques d'imagerie ou de diffraction avec le même échantillon de sol, à la suite des analyses chimiques classiques.

Le matériel déployé est composé :

- du matériel nécessaire à la préparation des échantillons : pour la réalisation de sections polies ou de lames minces pour les techniques microscopiques et pour le broyage de l'échantillon pour la DRX.
- des différents dispositifs analytiques : microscope optique, microscope électronique à balayage éventuellement couplé à un détecteur EDS, diffractomètre pour l'analyse DRX.

MÉTHODOLOGIE

Le nombre d'échantillons à caractériser dépend du site et de ses caractéristiques, mais aussi des objectifs et peut évoluer de manière itérative au regard des données acquises. Seuls quelques échantillons par site sont sélectionnés (rarement plus de 10 échantillons par site). Les échantillons à analyser par des techniques de caractérisation minéralogique sont choisis à partir des résultats des analyses en contenu total.

La microscopie optique

L'échantillon de sol doit être préparé avec une imprégnation de l'échantillon dans de la résine et au choix la réalisation d'une lame mince (observation en lumière transmise) ou d'une section polie (observation en lumière réfléchie). L'échantillon est ensuite observé directement à l'aide du microscope optique.

La microscopie électronique à balayage (MEB)

La mesure peut se faire, comme pour la microscopie optique, sur une section polie après imprégnation d'un échantillon de sol par une résine ou encore, sur une lame mince issue d'un bloc de sol imprégné de résine pour lequel on aura pris soin de préserver la structure.

L'acquisition des rayons X peut se faire sur toute la surface de l'image (analyse chimique globale ou cartographie élémentaire) ou de manière ponctuelle (micro-analyse) pour la détermination de la stoechiométrie des minéraux (formule chimique et contenu en éléments de substitution).

L'investigation est ponctuelle, et nécessite de passer beaucoup de temps pour avoir une information exhaustive sur la globalité de l'échantillon.

La diffraction des rayons X (DRX)

Avant analyse, l'échantillon de sol est broyé et micronisé de manière à atteindre une granulométrie qui se situe

autour de 10-20 μm . L'analyse de la poudre obtenue est ensuite effectuée à l'aide d'un diffractomètre. Pour les échantillons contenant des minéraux argileux, des analyses supplémentaires peuvent être réalisées après récupération de la fraction inférieure à 2 μm pour permettre une identification plus précise des phases argileuses. La fraction inférieure à 2 μm est déposée sur une lame de verre (dépôt orienté) et analysée après différents traitements physico-chimiques (glycolation, traitement thermique...). Les résultats obtenus, appelés diffractogrammes, sont interprétés à partir des références internationales ICDD (base de données du Centre International des Données de Diffraction) ou COD (Crystallography Open Database) et permettent d'identifier la nature des cristaux présents. La précision d'analyse dépend des conditions analytiques qui sont utilisées et du temps de mesure.

Points de vigilance :

- Au MEB, les analyses par spectrométrie EDS présentent les limites suivantes :
 - l'enregistrement d'une énergie correspondant à un élément donné (pic) peut être influencé par les interférences avec les énergies d'autres éléments chimiques,
 - la limite de détection est seulement de l'ordre de 1 000 à 10 000 mg/kg pour un élément présent dans un minéral donné,
 - la microanalyse ne permet pas d'observer les éléments légers (H, Li et Be) ni la valence des atomes.
- Certaines phases mal cristallisées comme certains hydroxydes (amorphes) ne permettent pas la diffraction des rayons X.

AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Échantillonnage

- Facile à mettre en œuvre,
- Sans spécificité par rapport aux prélèvements usuels,
- Réalisable en même temps que celui pour analyse chimique,

Polluants

- Accès à la répartition des métaux et métalloïdes dans les minéraux du sol,
- Connaissance de la minéralogie globale d'un échantillon et donc potentiellement des minéraux porteurs de pollution,

Résultats d'interprétation

- Résultats quantitatifs pour la DRX.

INCONVÉNIENTS

Échantillonnage

- Réalisable uniquement sur la matrice sol,

Préparation des échantillons

- Préparation particulière (lames minces, sections polies, lames orientées) avant l'analyse,

Polluants

- Limité aux polluants inorganiques présents dans la matrice sol,

Laboratoires, matériel d'analyse

- Matériel d'analyse présent dans certains laboratoires universitaires uniquement,

Investigations

- Nombreuses analyses au MEB nécessaires et donc temps d'analyse important pour être exhaustif et représentatif,

Résultats d'interprétation

- Interprétation effectuée par un expert,
- Au MEB, interférences entre éléments chimiques,
- Limites de détection élevées.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, interfaces et logiciels développés ou en cours de développement, technique utilisée sur le terrain

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase de préparation des échantillons nécessite un à plusieurs jours en fonction de la technique utilisée. Les délais d'analyse peuvent être longs pour la microscopie optique et le MEB : il faut compter environ 2 à 4 heures d'observation au MEB par échantillon pour être suffisamment exhaustif (le traitement des données est compris dans ce délai). Pour la DRX, l'analyse est plus rapide et surtout ne mobilise pas l'opérateur pendant l'analyse. Elle peut varier de quelques minutes à plusieurs heures en fonction de la nature de

l'échantillon et des minéraux recherchés, mais le temps d'acquisition est généralement d'une heure, ce qui permet d'avoir une bonne résolution et très peu de bruit. Par contre, un traitement spécifique des données doit être effectué par un expert. Le délai est de 5 à 10 jours ouvrés entre la réception des échantillons et l'envoi du rapport. Le faible nombre de laboratoires réalisant les analyses peut ajouter une contrainte temporelle.

PHASE

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

ANALYSE ET TRAITEMENT

Délai associé



⌚ : jour / ⌚⌚ : semaine / ⌚⌚⌚ : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts de préparation des échantillons sont de l'ordre d'une cinquantaine d'euros par échantillons pour la microscopie optique et le MEB. Ces coûts sont moins élevés pour la DRX, sauf si une lame orientée doit être réalisée dans le cas d'échantillons contenant des minéraux argileux. Le coût d'une analyse d'une

journée au MEB, correspondant à deux échantillons, est de l'ordre de 1000 €, traitement compris. Le coût d'une analyse DRX est de l'ordre de 80-100 € HT par échantillon pour une analyse sur poudre avec semi-quantification uniquement (préparation des échantillons incluse).

PHASE

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

ANALYSE ET TRAITEMENT

Coût associé



€ < 100 € / €€ < 1000 € / €€€ > 1000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Guide « Caractérisation de la mobilité des éléments traces minéraux dans la zone non saturée du sol : diagnostic du site », CaPhéInE : CARactérisation des PHÉnomènes de transfert en zone INSaturée des Éléments traces. Mars 2012.
- [2] REITERRE : Réutilisation intégrée des terres excavées – compréhension des phénomènes de mise en solution des contaminants et préservation de la ressource en eau – Rapport BRGM/RP-65531-FR – Septembre 2016



LA GÉOSTATISTIQUE

DESCRIPTION THÉORIQUE DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

La géostatistique regroupe un ensemble de méthodes mathématiques qui permet, à partir de données géoréférencées (localisation X, Y et Z), de comprendre les phénomènes et de les représenter spatialement. L'analyse des données à partir de laquelle sont modélisés les phénomènes permet notamment leur interpolation, c'est-à-dire la prédiction d'une variable en un point non mesuré. Elle permet également de fournir un niveau d'incertitude de l'interpolation au niveau local.

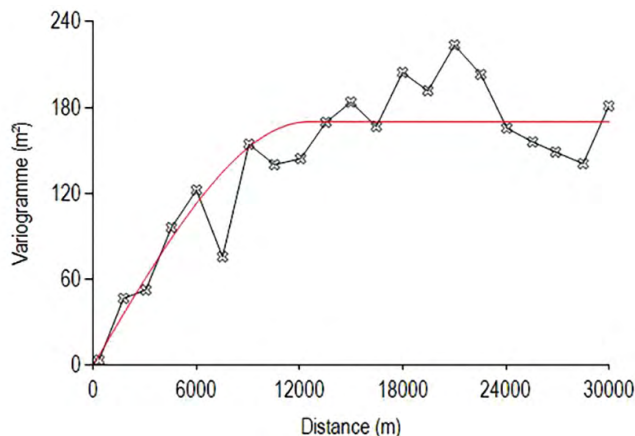
La géostatistique étudie des variables physiques régionalisées c'est-à-dire qui varient selon la position dans l'espace et dans le temps : c'est le cas d'une cote piézométrique, d'une concentration, d'un flux, ou de la profondeur et l'épaisseur d'une couche géologique. L'étude géostatistique permet de modéliser théoriquement les variations de la variable dans l'espace et éventuellement d'exploiter les relations entre cette variable et d'autres variables disponibles pour améliorer la qualité des prédictions.

Le variogramme, le krigeage et les simulations conditionnelles sont les outils et méthodes les plus courants. **Le variogramme permet de quantifier et d'analyser la continuité spatiale d'un phénomène, c'est à dire de**

mesurer le degré de ressemblance d'une variable en fonction de la distance et de la direction. L'ajustement du variogramme expérimental aboutit à un modèle théorique.

Le krigeage est un estimateur linéaire exact, non biaisé, basé sur le variogramme. Il tient compte de la distance entre les données et les points cibles (grille), d'éventuelles anisotropies et permet d'utiliser des variables auxiliaires corrélées avec le phénomène étudié. Cette technique minimise la variance d'estimation et assure la meilleure estimation globale d'une variable. Le krigeage est utilisé pour estimer une quantité moyenne locale d'un polluant dans un milieu.

Des **simulations conditionnelles** permettent d'obtenir des cartes équiprobables en conservant la même distribution statistique que le phénomène étudié ou de gérer des valeurs censurées pour prendre en compte les valeurs inférieures aux limites de détection par exemple. **Les simulations géostatistiques sont fréquemment utilisées pour calculer les risques de dépassement de seuil et pour les cartographier** (par exemple, 90 % des simulations obtenues dépassent le seuil choisi).



© B. Bourgin, BRGM.

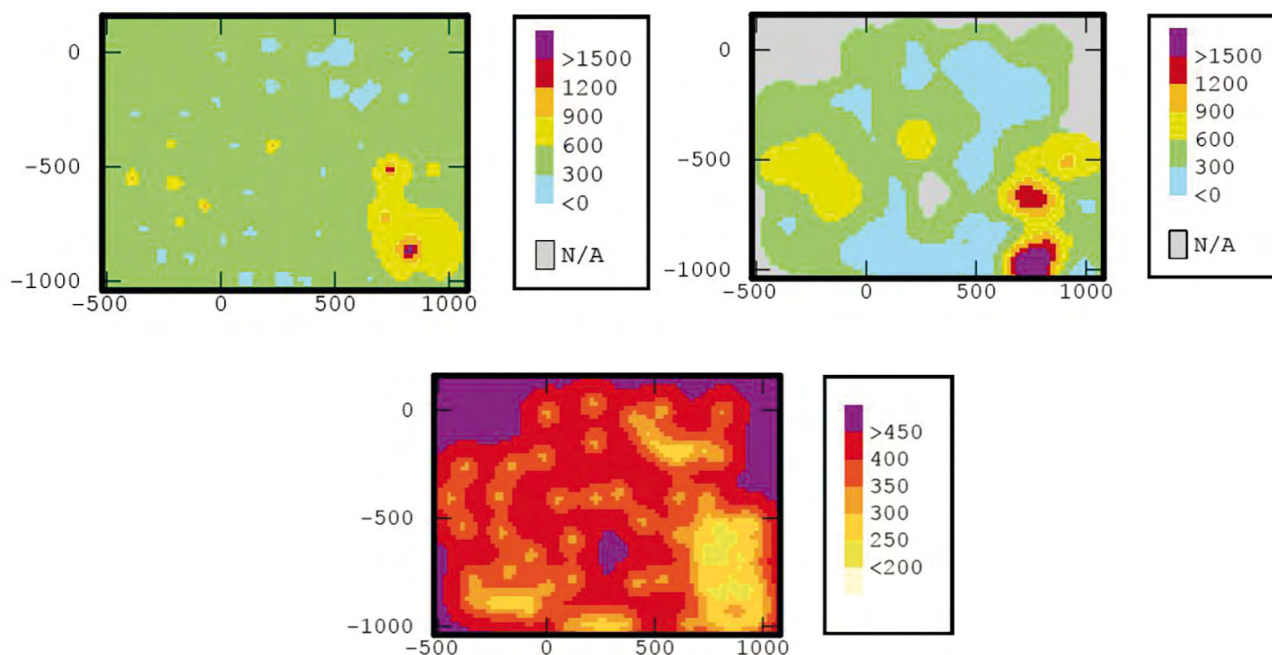
Le variogramme théorique (en rouge) modélise la variation des teneurs mesurées (en noir) avec la distance

Dans le cadre de l'étude des sites et sols pollués, un modèle géostatistique peut être utilisé dès la phase d'investigations et actualisé jusqu'à la phase de travaux. L'utilisation du modèle estimé est différente selon l'étape de gestion du site. La géostatistique peut ainsi permettre d'identifier les zones présentant des incertitudes (zones blanches ou lacunes de points) et nécessitant des investigations complémentaires. Elle permet l'optimisation du réseau de points de mesure pour délimiter une pollution sur la base d'éléments ou d'hypothèses factuelles. La géostatistique peut enfin permettre de mieux

estimer la quantité de polluant dans un milieu ou d'améliorer l'estimation du volume de terres susceptibles de dépasser une concentration seuil.

À l'issue d'une étude géostatistique, le niveau de connaissance du site est estimé à l'aide de la représentation graphique continue 2D ou 3D de la variable choisie et de l'indice de confiance associé à cette représentation graphique. La restitution visuelle peut correspondre au krigeage ou à des cartes de probabilité de dépassement de seuil. Le krigeage est toujours accompagné de sa carte d'incertitude.

LA GÉOSTATISTIQUE



Cartographie des teneurs sans géostatistique, avec géostatistique et incertitude associée à la carte géostatistique – Source [1]

CONTEXTE D'UTILISATION

La plus-value des géostatistiques réside dans les études de sites à enjeux et/ou les sites pour lesquels les jeux de données sont suffisamment importants. En revanche, elles ne sont pas nécessaires dans les situations d'actions simples et pas adaptées dans le cas de sites remblayés, profondément remaniés ou à géologie complexe. Il est possible d'utiliser la géostatistique uniquement pour l'analyse des données pour la définition de volumes de terres à traiter ou pour l'aménagement d'un site en lien avec une évaluation des risques sanitaires. L'ampleur de l'étude géostatistique doit dépendre de l'enjeu associé à l'étude et de la pollution.

Par ailleurs, le lien avec le métier des SSP est primordial afin de pouvoir comprendre les phénomènes modélisés et que la situation représentée corresponde le plus possible à la réalité du terrain. Lorsque les phénomènes modélisés sont issus d'une activité anthropique, l'analyse variographique peut être délicate.

La réussite de cette méthode dépend de la qualité des données d'entrée. Les données doivent être en nombre suffisant au droit du site (avec un minimum de 30 valeurs) et de qualité homogène. Des données sont de qualité homogène si par exemple les échantillons ont été collectés sur un même horizon, acquis avec la même méthodologie si les coupes lithologiques de sondages ont été relevées par un même opérateur, ou si les analyses proviennent d'un même laboratoire. Il est important d'examiner l'erreur de l'estimation qui est donnée par la variance de krigeage. La cartographie de cette erreur permet d'identifier les zones les moins informées par les données et pour lesquelles l'acquisition de données complémentaires peut être judicieuse. Attention cependant, la vraie incertitude a plusieurs sources : l'incertitude du krigeage liée à la modélisation théorique du variogramme et celles des erreurs issues de l'incertitude des données (représentativité de l'échantillon, erreur de mesures, erreur d'analyse).

La géostatistique est un outil d'aide à la décision et de justification dans l'implantation de nouvelles investigations. Elle permet d'apporter des éléments techniques avec une représentation compréhensible par un public non-sachant.

À quelle étape ?

La géostatistique est essentiellement utilisée lors du **diagnostic**. Lors de cette étape, la géostatistique permet d'orienter la stratégie d'échantillonnage en produisant des cartes d'incertitudes. Elle permet une meilleure compréhension de la pollution et l'identification des sources ainsi que des voies de migration.

À la fin des phases d'investigations, les modélisations permettent une représentation graphique des variables d'études. Ces cartes donnent une information sur l'état des milieux et servent également de base pour l'élaboration de scénarios de gestion (bilan massique, volumes à traiter, masses de polluants mises en jeu...). L'estimation de l'incertitude associée aux masses permet le dimensionnement des travaux.

Lors des étapes de **dépollution et de suivi**, la géostatistique est utilisée à des fins de représentations graphiques d'une variable à un instant t.

Lors des étapes de réhabilitation des friches, la géostatistique, couplée à l'évaluation des risques sanitaires permet une optimisation des plans de réaménagement.

Enfin, à chaque étape de gestion, la géostatistique est un outil de communication avec les différents acteurs du projet (maître d'ouvrage, riverains, administration).

La géostatistique est également un des outils utilisés pour déterminer les valeurs de fonds pédogéochimiques anthropisés ou naturels à l'échelle d'un territoire.

POLLUANTS CONCERNÉS

La géostatistique est applicable quel que soit le type de polluant. Néanmoins, la fiabilité des résultats dépend de la qualité des données d'entrée. L'analyse spatiale est

particulièrement adaptée à la modélisation d'un phénomène de diffusion ou d'interaction spatiale. Il est également possible d'utiliser les corrélations entre substances ou phénomènes.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Un ordinateur équipé d'un logiciel adapté aux méthodes géostatistiques est nécessaire pour la réalisation des traitements. Plusieurs logiciels sont disponibles et se

différencient selon les cas d'étude plus ou moins complexes. L'utilisation des logiciels de géostatistique nécessite néanmoins une expertise poussée.

MÉTHODOLOGIE

Une étude géostatistique commence par l'analyse exploratoire des données qui consiste notamment à valider les données d'entrées, vérifier leur homogénéité, identifier des données aberrantes et rechercher les corrélations judicieuses pour utiliser le maximum de données représentatives. Des processus de traitement des données initiales peuvent être réalisés pour garantir leur homogénéité (régularisation pour palier des variations de taille du support d'analyse, declustering pour prendre en compte les effets de données groupées) ou pour satisfaire les hypothèses de calcul (transformation log-normale par exemple dans le cas d'une distribution non normale du jeu de données initiales).

À l'issue de la phase d'analyse exploratoire des données, la variographie permet de modéliser par un ou plusieurs variogrammes théoriques les variations spatiales des données.

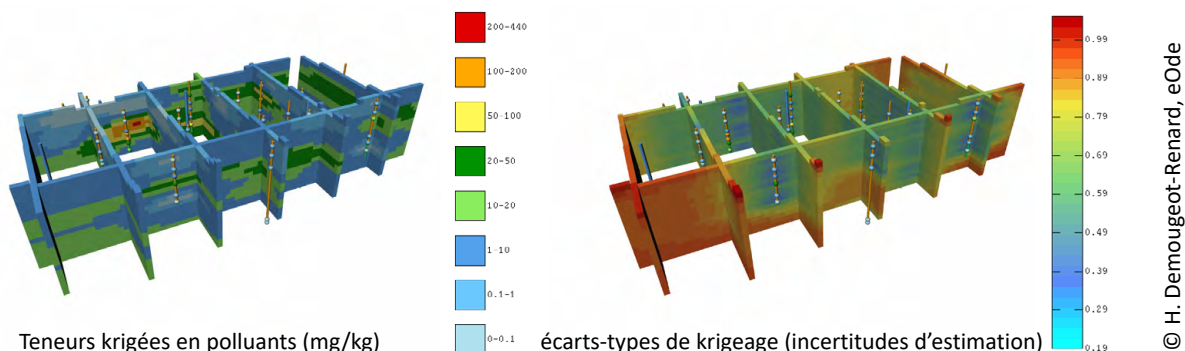
Le modèle de variogramme obtenu permet ensuite de réaliser une interpolation en chaque point de l'espace et de la représenter sur une cartographie. Selon les besoins, il est possible de réaliser un krigeage qui donne une estimation de la variable ou bien de générer un grand nombre de simulations respectant les données du phénomène étudié et sur lesquelles un traitement statistique permet de calculer des probabilités. Les probabilités de dépassement de seuil donnent également le risque qui est associé au choix d'une concentration seuil

(prise en compte d'une terre non polluée comme polluée ou inversement).

Les conclusions de l'analyse dépendent de l'objectif et du stade de gestion du site : elle peut conduire à une stratégie d'échantillonnage complémentaire, ou à un volume de terres impactées ou à traiter.

Points de vigilance :

- Une étude géostatistique doit être réalisée en concertation avec des spécialistes en SSP.
- Les cartes diffusées à l'issue d'une étude géostatistique sont simples et efficaces pour la transmission d'un message mais il est essentiel que la méthode de calcul soit comprise par les acteurs manipulant ces cartes afin de les interpréter correctement. Les légendes utilisées (intervalles de valeurs, couleurs,...) doivent être réfléchies pour qu'elles n'orientent pas voire ne faussent pas la représentation des résultats.
- Les changements de support inhérents à la méthode d'échantillonnage (usage de plusieurs outils) ou au passage du support de point (échantillon) aux blocs de terre (unité de surface ou de volume de dépollution) sont des questions à première vue annexes mais délicates tant leur effet dans l'estimation de la quantité de terres polluées est significatif.



Résultat de traitement : krigeage 3D de teneurs en polluant et incertitude associée.



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Polluants

- Utilisable avec l'ensemble des polluants,
- Exploitation de variables auxiliaires potentiellement corrélées.

Matériel

- Ne nécessite qu'un logiciel de géostatistique appliqué aux sites pollués,

Influence sur les résultats et incertitudes

- Quantification des incertitudes associées à la modélisation géostatistique,

Résultats d'interprétation

- Outil d'aide à la décision,
- Appui à la communication.

INCONVÉNIENTS

Données

- Nécessite un nombre minimal de données géoréférencées (X, Y, Z),
- Importance de données de qualité et homogènes,
- Temps de qualification des données et de mise en forme potentiellement long.

Interprétation

- Nécessite une très bonne expertise du sujet malgré l'apparence de cartes simples.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs développés, technique utilisée sur le terrain

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

Les délais associés à une étude géostatistique dépendent de la quantité et de la qualité des données disponibles, de la connaissance du phénomène et du type de gestion possible ou attendue. La durée d'une étude géostatistique peut être d'une journée si les données sont de bonne qualité, informatisées, géoréférencées et s'il y a une bonne connaissance préalable

des phénomènes. Une étude plus poussée intégrant un travail préparatoire sur les données, une réflexion sur les phénomènes étudiés et une modélisation multicritères sur un site complexe peut durer plusieurs semaines voire plusieurs mois.

PHASE

Délai associé

⌘ : jour / ⌘⌘ : semaine / ⌘⌘⌘ : mois

TRAITEMENT



ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts de traitement sont associés à la durée de la prestation et peuvent varier de plusieurs centaines d'euros pour une étude simple à plusieurs dizaines de milliers d'euros dans

le cas d'une étude très complexe. Le coût annuel de la licence des logiciels est de plusieurs milliers d'euro, il dépend des fonctionnalités du logiciel et du besoin en support technique.

PHASE

Coût associé

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

TRAITEMENT



POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] *Géostatistique appliquée aux sites et sols pollués- Manuel méthodologique et exemples d'applications – GeoSiPol – Novembre 2005*

[2] *Journée technique sur la géostatistique appliquée aux sites pollués – REX et perspectives ADEME - 23 janvier 2019*

[3] *Fiches techniques – GeoSiPol: Fiche n°1: Comment passer des analyses chimiques à la cartographie des teneurs en polluants?, Fiche n°2: Comment délimiter et quantifier les zones à dépolluer?, Fiche n°3: Comment intégrer toute l'information, de l'historique aux analyses de site?, Fiche n°4: Quel est l'apport de la Géostatistique à l'échantillonnage des sites pollués?*

[4] *Guide de détermination des valeurs de fonds dans les sols – Échelle d'un site – ADEME novembre 2018, pages 87 - 98*

[5] *La modélisation géostatistique des milieux anthropisés - HDR Chantal de Fouquet, Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2006*

[6] *Caractérisation géostatistique de pollutions industrielles de sols: cas des hydrocarbures aromatiques polycycliques sur d'anciens sites de cokeries - Thèse Nicolas Jeannée, Mines de Paris – mai 2001*



LE COUPLAGE DE MESURES DE TERRAIN ET DE LA GÉOSTATISTIQUE

DES OUTILS ET MÉTHODES POUR L'OPTIMISATION D'UNE CAMPAGNE D'INVESTIGATIONS

DESCRIPTION THÉORIQUE DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

Le couplage itératif de la géostatistique avec des mesures de terrain regroupe un ensemble d'outils et de méthodes mathématiques qui peut permettre, à partir des résultats de mesures de terrain, de **conduire et rationaliser une campagne d'investigations**. L'objectif est de réduire au mieux pendant la campagne de terrain l'incertitude sur la localisation de la pollution ou encore sur l'estimation d'un volume de sols pollués dont la teneur excède une valeur cible (seuil, objectif...).

Cette **démarche itérative** repose sur les étapes de collecte et d'analyse des données mesurées sur site et de traitement géostatistique qui sont à répéter à chaque phase. Le traitement géostatistique mis à jour au fur et à mesure permet d'actualiser le modèle de pollution des sols, des gaz et eaux souterraines et le modèle d'incertitudes spatiales. Grâce au modèle d'incertitudes, il est possible de proposer un nouveau plan d'investigations (sondages, piézomètres...) pour la phase suivante, dans les zones classées comme trop incertaines. L'actualisation de ce traitement géostatistique permet de décider à chaque itération de diminuer encore l'incertitude sur les estimations et donc d'améliorer considérablement l'évaluation de l'état de pollution d'un site. Ce traitement peut être réalisé en temps réel, après l'acquisition de chaque nouvelle donnée, ou à une fréquence choisie qui détermine le nombre de données à traiter et à positionner à chaque itération.

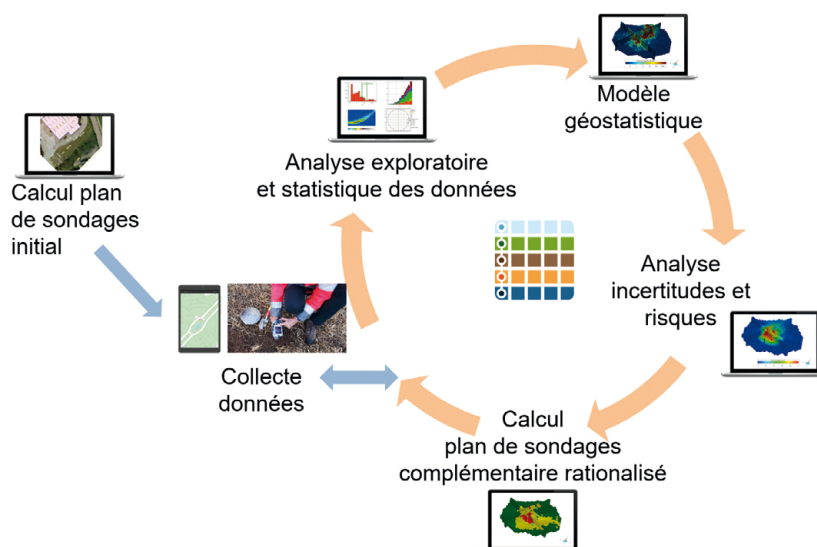
Le **couplage des outils de mesures rapides sur site avec un traitement géostatistique** permet donc une conduite de campagnes d'investigations rationalisée : à chaque itération,

le niveau de connaissance de la pollution est mis à jour pour décider de l'intérêt d'apporter de nouvelles données.

La démarche de couplage permet de répondre aux exigences suivantes :

- **Tenir compte des contraintes de coûts et de délais d'une campagne d'investigations.** Pour que les campagnes de terrain et de modélisation puissent s'enchaîner sans délai d'attente ou perte de temps pour l'opérateur de terrain ou le modélisateur, le transfert des données de terrain, le traitement géostatistique et la récupération du positionnement des prochains points de sondages (X, Y) ou d'échantillonnage (Z) doivent être convenablement synchronisés (via tablettes, GPS, connexion WIFI, drones...).
- **Être utilisable dans une grande variété de situations de pollution** (2D ou 3D, mono ou multi-polluants), **de contraintes de terrain** (inaccessibilité de certaines zones à l'échantillonnage) **et de contextes réglementaires** (valeurs seuils, valeurs cibles, taux d'abattement...). Les programmes de traitement géostatistique ont donc été conçus pour être les plus généraux possibles.

Cette démarche suppose de connaître sans délai l'état de pollution des échantillons collectés, condition que les outils de mesures sur site remplissent. Le couplage avec l'XRF portable est le plus fréquent, celui avec d'autres outils est en cours de développement (LIBS, GC MS portable, PID, hyperspectral...) à partir du moment où une interface d'échange des données est disponible pour exploiter les résultats dans le modèle géostatistique.



Principe du couplage mesures de terrain et traitement géostatistique, utilisable à une fréquence choisie.

LE COUPLAGE DE MESURES DE TERRAIN ET DE LA GÉOSTATISTIQUE

CONTEXTE D'UTILISATION

Le couplage avec des mesures de terrain permet la conduite d'une **unique campagne d'investigations** dans des temps plus courts que ne le permettent les campagnes successives d'analyses des sols en laboratoire : il n'y a pas d'attente liée aux délais analytiques puis à l'organisation d'une nouvelle campagne de terrain.

La réussite de la démarche dépend de la qualité et de la quantité des données acquises. Les données doivent être en nombre suffisant au droit du site (un minimum de 30 valeurs est recommandé) et de qualité homogène (taille et nature des échantillons, prélèvements sur un même horizon et acquis avec la même méthodologie). Les limites de quantification dépendent du polluant et de la technique de mesure de terrain mais sont maintenant suffisamment basses pour acquérir des données de qualité, notamment pour les ETM (éléments traces métalliques).

Enfin, les experts en géostatistique et en sites et sols pollués doivent pouvoir communiquer pour bien comprendre les phénomènes modélisés. D'un point de vue pratique, la démarche suppose de comprendre et définir convenablement les incertitudes à considérer par la suite dans la démarche de gestion, de réaménagement ou de dépollution de site.

La communication vers un public non-sachant est facilitée par les cartes obtenues mais nécessite une présentation simplifiée de celle-ci.

À quelle étape ?

Le couplage de la géostatistique avec les mesures de terrain est possible à l'issue des étapes préalables de levée de doute et d'études historique, documentaire et mémorielle. Il est surtout utilisé lors de **diagnostics** pour cartographier les pollutions ou estimer des masses de polluants ou de volumes de sols pollués, tout en quantifiant les incertitudes relatives à ces estimations.

Cependant, l'obtention très rapide de cartographies ou d'estimation de quantités en fait un outil adapté :

- Au **suivi de dépollution** pour optimiser les volumes impactés à traiter,
- A la **gestion des déblais** pour l'orientation en un temps réduit des terres excavées en filières appropriées,
- A la **validation des travaux de dépollution** pour implanter les analyses de récolement des travaux et apporter un indice de fiabilité important à ces résultats. C'est un atout déterminant pour l'étude des risques résiduels.

POLLUANTS CONCERNÉS

La démarche est applicable **quel que soit le type de polluant**, dès lors qu'une **corrélation spatiale** peut être établie à partir des données d'entrée. L'analyse spatiale s'applique en particulier à des pollutions diffuses conditionnées

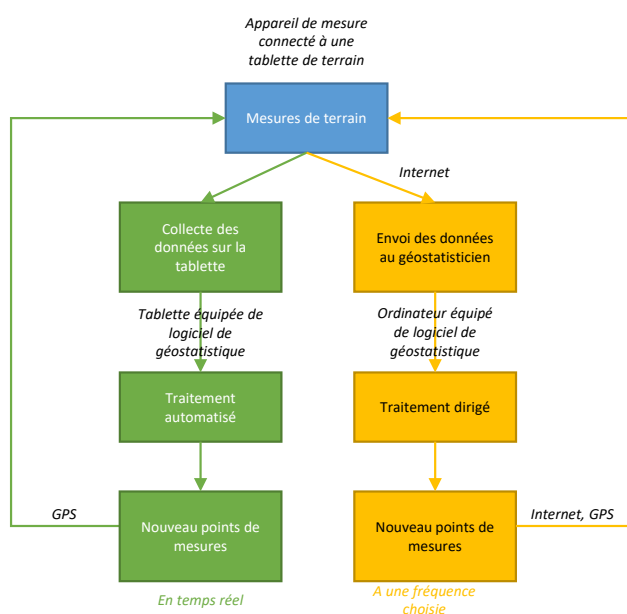
par une ou plusieurs sources de pollution et un processus de migration de la pollution. Il est également possible de prendre en compte des corrélations entre polluants et des données indirectes (PID, odeur, couleur, typologie du sol).

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

La technique de mesure de terrain doit être adaptée **au couplage**, de manière à pouvoir déverser dans le logiciel de traitement géostatistique les données au fur et à mesure de leur acquisition.

La collecte des données peut se faire à partir de l'appareil de mesure de terrain lui-même ou d'un téléphone ou d'une tablette associée. L'opérateur de terrain doit également disposer de techniques **de positionnement géographique précis** (GPS différentiel permettant une précision de l'ordre du centimètre).

Pour le traitement géostatistique, **une tablette de terrain ou un ordinateur** équipé de programmes de traitement géostatistique adapté est nécessaire. Plusieurs logiciels sont disponibles et se différencient selon les méthodes qu'ils proposent et les facilités d'utilisation qu'ils offrent (avec ou sans traitement automatisé) pour guider l'utilisateur dans la réalisation des différentes tâches du traitement géostatistique. L'utilisation des logiciels de géostatistique nécessite néanmoins une certaine expertise y compris sur l'application aux SSP.



Deux exemples de couplage : traitement géostatistique complètement automatisé à gauche, traitement semi-automatisé ou dirigé avec intervention d'un géostatisticien à droite.

MÉTHODOLOGIE

Une **étape préalable** est nécessaire pour **valider la technique de mesure de terrain** en fonction des polluants à mesurer et de la nature des sols. Il convient aussi de vérifier le bon fonctionnement des modes et formats d'échanges de données numériques entre les différents appareils utilisés : de mesures de terrain, tablette, serveur d'échange, ordinateur...

Dans le cas de données déjà acquises sur le site, la vérification de la qualité des données d'entrée du modèle est un point primordial pour la réalisation de la modélisation. Un premier modèle géostatistique de la pollution des sols peut être créé selon l'approche recommandée par le groupe de travail GeoSiPol.

Sur le terrain, chaque étape repose sur les phases de collecte des données puis de traitement géostatistique.

Il est possible d'enregistrer en temps réel les valeurs fournies par l'appareil de terrain (indice globalisant PID en mV, teneur non corrigée en ETM fourni par le XRF...) ou bien une variable déduite des valeurs de terrain, après correction (mg/kg...). Cette deuxième possibilité nécessite une relation entre la variable et les valeurs de terrain (relation entre teneurs en COHV et mesure PID, teneur en ETM mesurée en laboratoire et teneur mesurée par le XRF de terrain...) et donc une campagne préalable sur le terrain mais permet d'appliquer des seuils (valeurs réglementaires d'acceptation en décharge, seuils de gestion de pollution...) ce qui offre davantage de possibilités en termes de résultats opérationnels.

La réalisation d'analyses complémentaires en laboratoire permet également de corréler les mesures de terrain aux analyses en laboratoire lorsque des résultats de mesure certifiés sont nécessaires.

Le traitement géostatistique comprend ensuite :

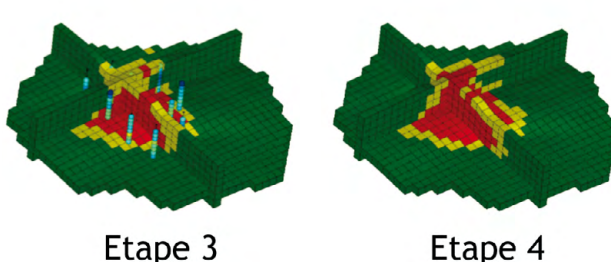
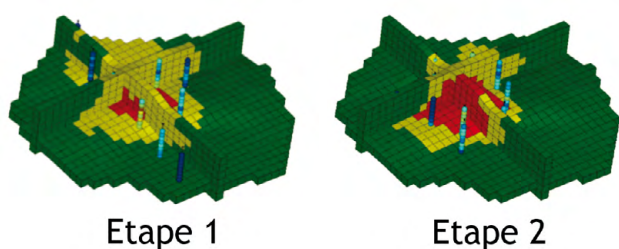
- **La mise à jour du modèle géostatistique** de pollution des sols (mise à jour possible des modèles statistiques, de

tendances spatiales, de variogrammes ou co-variogrammes, de corrélation entre polluants),

- **La mise à jour du modèle d'incertitudes spatiales** avec la quantification et la proposition d'une délimitation des volumes de sols pollués par rapport à des critères de dépassement de seuils relatifs à un scénario de gestion d'une pollution. Les seuils peuvent être des seuils de teneurs (teneurs limites en polluant au-delà desquelles les sols doivent être traités, mis en décharge ou valorisés) ou des seuils de risque (indices de risque ou excès de risque individuel au-dessus desquels les sols sont considérés comme susceptibles de nuire à l'homme et son environnement) ou un objectif de réhabilitation (dans le cas d'un abattement de masse de polluant).
- **Le calcul d'un nouveau plan d'investigations** (2D ou 3D) pour l'itération suivante qui repose sur une méthode de calcul qui détermine la stratégie d'échantillonnage : nombre de nouveaux points d'investigations à calculer (dépend du mode opératoire utilisé, en temps réel ou à une fréquence choisie) et positionnement pour lever au mieux les incertitudes à l'intérieur de la zone incertaine (une répartition de type régulière est généralement recommandée avec des adaptations possibles).

La mise à jour du traitement peut être réalisée en temps réel, après l'acquisition de chaque nouvelle donnée, ou à une fréquence choisie qui détermine le nombre de données à traiter et à positionner à chaque itération. Dans tous les cas, l'efficacité de la démarche dépend pour beaucoup de la méthode de calcul de plans d'investigations utilisée.

Les étapes de mesures sur site et de traitement géostatistique des données sont répétées jusqu'à ce que la classification des sols ait atteint un niveau de précision acceptable ou bien lorsque le coût ou la durée de reconnaissance est épuisé.



© KIDOVA



Classement des mailles de terres en fonction de l'avancée de la campagne d'investigations.

Points de vigilance

- Une étude géostatistique fournit des estimations qui conviennent d'être complétées et/ou validées par une expertise en sites et sols pollués.
- La préparation de la campagne de terrain et la communication entre les différents opérateurs sont des éléments cruciaux dans la démarche.
- La démarche proposée permet de rationaliser l'échantillonnage d'un site dont la pollution présente une certaine continuité spatiale. Elle sera inefficace si le phénomène de pollution n'est pas structuré, c'est-à-dire s'il présente un effet de pépite pur (répartition purement aléatoire des teneurs). Sans corrélations spatiales à exploiter, le seul avantage des méthodes géostatistiques par rapport à des méthodes statistiques plus classiques est de permettre de quantifier l'incertitude associée aux cartographies produites.

AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Investigations

- Augmentation du nombre de mesures,
- Numérisation immédiate des données collectées (transferts de données et erreurs de saisie réduites),
- Meilleur positionnement des points d'investigations,
- Campagne d'investigations unique possible.

Polluants

- Utilisable avec l'ensemble des polluants (selon l'appareil de mesure de terrain),
- Utilisation possible d'informations indirectes sur l'état de pollution des sols.

Influence sur les résultats et incertitudes

- Quantification des incertitudes des résultats de la modélisation géostatistique.

Résultats et interprétation

- Outil d'aide à la décision et d'appui à la communication,
- Résultats en temps réel ou quasi-temps réel.

INCONVÉNIENTS

Investigations

- Campagne de terrain plus longue et donc plus onéreuse.

Données

- Importance de données de qualité et homogènes,
- Importance de données d'entrée géolocalisées.

Matériel

- Besoin de matériel de terrain adapté, connecté et permettant des analyses fiables (limites de quantification faibles, reproductibilité),
- Besoin d'une bonne gestion de la recharge des batteries.

Résultats d'interprétation

- Besoin de personnel formé à la géostatistique pour préparer et suivre les campagnes de reconnaissance,
- Vigilance à conserver pour les représentations (codes de couleur, gammes de teneurs représentées au risque d'une vision erronée de la situation).

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, interfaces et logiciels développés ou en cours de développement, technique utilisée sur le terrain

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La durée de la phase sur site est optimisée. Les traitements géostatistiques sont réalisés automatiquement à l'entrée des nouvelles données ou de manière différée en fin de journée. Des phases de préparation de l'étude préalable au terrain et de traitement final de l'ensemble des données par une

personne formée à la géostatistique sont également à prendre en compte. La durée de la campagne dépend du site, de l'étude et de l'outil de mesure de terrain. Elle peut varier entre quelques jours et plusieurs semaines.

PHASE

ACQUISITION DU MATÉRIEL

CAMPAGNE D'INVESTIGATIONS (PAR ÉCHANTILLON)

Délai associé

–



⌚: jour / ⌚⌚: semaine / ⌚⌚⌚: mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

De même que pour les délais, les coûts liés à la campagne de terrain dépendent principalement de l'outil de mesure de terrain utilisé. Les coûts d'acquisition ou de location du matériel pour collecter les données et les traiter (ordinateur,

tablette, logiciel) sont de quelques milliers d'euros. Bien que certains traitements soient automatiques, il convient d'intégrer le coût de préparation et de validation des résultats par une personne formée à la géostatistique.

PHASE

ACQUISITION DU MATÉRIEL

CAMPAGNE D'INVESTIGATIONS (PAR ÉCHANTILLON)

Coût associé

€€€

€€€

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] *Reconnaissance assistée de sites pollués par l'utilisation conjointe de mesures rapides sur site et de traitements géostatistiques - Conception et validation d'une démarche itérative de reconnaissance - Rapport final REPERAGE, Novembre 2008*
- [2] *Projet FUI « MATRICE » : Outil de prospection intégré et d'analyse en temps réel pour améliorer les diagnostics - Novembre 2008 et présentation du projet aux 4^{èmes} rencontres de la recherche sur les sites et sols pollués - Calcul de plans d'échantillonnage rationalisés pour la conduite de campagne de reconnaissance, Novembre 2019, p41*
- [3] *Présentation du projet Esopol aux 4^{èmes} rencontres de la recherche sur les sites et sols pollués - Développement et intégration d'un outil de traitement géostatistique dans un analyseur portable LIBS portable, - Novembre 2019, p317 et Vidéo de description du projet*



LA pXRF

MESURE DES MÉTAUX SUR LE TERRAIN PAR LA SPECTROMÉTRIE PORTABLE DE FLUORESCENCE X

DESCRIPTION THÉORIQUE DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

La pXRF est une technique de mesure de terrain qui permet d'obtenir des informations sur **la présence** (résultats qualitatifs) et **l'abondance** (résultats semi-quantitatifs à quantitatifs) **d'éléments trace métalliques (ETM) pendant la phase de terrain** sans avoir nécessairement recours à un laboratoire d'analyses.

La pXRF est relativement simple d'utilisation, bien qu'elle puisse nécessiter une phase de préparation, et les résultats obtenus permettent de **sélectionner les échantillons** à prélever ou à envoyer pour analyse(s) complémentaire(s) dans un laboratoire.

Étant une technique de mesure de terrain, la pXRF donne une réponse rapide et en temps réel ce qui permet de multiplier le nombre d'analyses sur site et de réaliser des traitements statistiques et/ou géostatistiques sur les résultats pour mieux évaluer, zoner et gérer la pollution (via des cartes de répartition de la pollution et de l'incertitude associée, voir fiche correspondante).

Le couplage à un traitement (géo)statistique en temps réel (voir fiche correspondante), rendu possible grâce au grand nombre de mesures et à la rapidité de réponse, permet **d'optimiser la campagne d'investigation** en ajustant rapidement la stratégie d'échantillonnage. La mise en œuvre opérationnelle de la démarche itérative préconisée dans les études de sites et sols pollués est ainsi facilitée.



© BRGM

Mesure sur site avec la technique pXRF après tamisage du sol.

CONTEXTE D'UTILISATION

La pXRF est utilisable sur **la plupart des sites pollués par des ETM**, mais uniquement lorsque le **sol est accessible** (sol nu ou présence ou possibilité de réaliser des sondages ou fosses).

La technique peut identifier l'ensemble des ETM, leur gamme de teneurs, l'étendue de la pollution, voire localiser des sources. Enfin, elle permet, de présélectionner des échantillons pour analyses en laboratoire.

Les données fournies sont ponctuelles, qualitatives ou quantitatives et les limites de détection, de l'ordre du mg/kg, dépendent du polluant, de la matrice, de l'appareil de mesure et de la durée de mesure. La sensibilité de cette mesure de terrain dépend de nombreux paramètres comme l'humidité, le type de sol ou le ou les polluants recherchés (interférence possible entre éléments).

À quelle étape ?

La pXRF est utilisable à toutes les étapes de gestion d'un site pollué.

La technique est pertinente **tout au long de la phase de diagnostic** : elle permet d'apporter une réponse immédiate pour les sites et de caractériser rapidement une pollution et son éventuel impact (identification des sources, gamme de teneurs et étendue de la pollution, hétérogénéité du site). Le nombre de mesures et les informations recherchées

dépendent de l'avancée du diagnostic.

Son utilisation lors de campagnes d'investigations permet de réduire le nombre d'échantillons de sol à analyser en laboratoire mais aussi d'adapter le plan d'échantillonnage en temps réel et au fur et à mesure de l'acquisition des données. Il est ainsi possible d'affiner la connaissance du site (homogénéité ou à l'inverse hétérogénéité en différenciant certaines zones en complément de l'étude historique, connaissance de l'extension d'une pollution...).

Lors de la mise en place de techniques de dépollution, la pXRF permet de suivre l'évolution des essais pilotes ou de la réhabilitation du site. Lors des travaux de réhabilitation, elle est utilisée pour affiner la précision de maillage pour le choix de la filière d'élimination ou pour optimiser le volume de déblais/terres à traiter en attendant les résultats d'analyses en laboratoire. Enfin, il est possible de contrôler les objectifs de réhabilitation à l'avancement avec une rapidité d'acquisition des résultats qui permet de limiter les coûts d'immobilisation du matériel de chantier.

Enfin, **lors du suivi d'un site**, cette technique permet de suivre l'évolution des teneurs en ETM dans les sols, sans forcément avoir recours à des prélèvements ni analyses en laboratoire. Ce suivi permet de vérifier sur le long terme l'efficacité des mesures de gestion mises en œuvre et la compatibilité entre l'état des milieux et leurs usages

POLLUANTS CONCERNÉS

La pXRF permet d'analyser **de nombreux éléments, même non métalliques**, du magnésium à l'uranium. Suivant les modes de précalibrations installés en usine, l'appareil peut analyser **jusqu'à 35 éléments à la fois**.

La détection de certains ETM comme le Cd, le Cu ou le Hg est possible mais la limite de quantification est assez élevée pour ces éléments (de l'ordre de 20 mg/kg sur des échantillons avec une préparation minimale) et nécessite une mesure poussée, en termes de préparation et temps de mesure.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

La pXRF est un matériel portable qui fonctionne sur batterie. Il est recommandé de disposer de deux jeux de batteries pour pouvoir travailler en continu sur une journée. Néanmoins, si le chantier le permet il est parfois possible d'alimenter le chargeur des appareils via un groupe électrogène.

Il est nécessaire d'avoir du matériel simple comme une pelle ou une tarière pour prélever les échantillons de sol et du flaconnage pour les conditionner. Si une préparation du sol avant analyse est nécessaire (sol dont la granulométrie est supérieure à 2 mm ou présence d'humidité), il convient

de prévoir du matériel pour le tamisage ou le séchage du sol. Il est utile de disposer d'un cache supplémentaire muni d'une fenêtre de rechange en Kapton pour protéger la tête de l'appareil.

Un point d'attention doit être apporté à la vérification régulière des appareils par le fournisseur qui est recommandée ainsi qu'à leur maintenance si nécessaire. Une vérification annuelle obligatoire par un institut extérieur vis-à-vis de l'exposition aux rayonnements ionisants doit être également prise en compte et les rapports doivent être fournis à l'ASN.



Matériel nécessaire au prélèvement, tamisage et mesure sur site.

MÉTHODOLOGIE

La première étape consiste à **préparer la campagne d'investigations au site d'étude**. Cette phase commence au bureau avec une étude historique et documentaire du site afin d'identifier les ETM potentiellement présents. L'appareil peut être testé, à partir de prélèvements de référence ou d'étalons, pour vérifier sa capacité à détecter les éléments d'intérêt dans les gammes rencontrées.

La seconde étape consiste à vérifier l'état du système directement sur site (une auto-calibration au début de chaque allumage de l'appareil) et à réaliser les mesures. Il est possible de réaliser une **mesure *in situ* ou sur site**. Une mesure *in situ* permet d'analyser directement le sol en surface ou dans une fosse, sans avoir à prélever le sol alors qu'une mesure sur site consiste à analyser un échantillon de sol préalablement prélevé et préparé.

La préparation de l'échantillon est une étape essentielle pour garantir la représentativité de la mesure sur site. Elle consiste à un tamisage, une homogénéisation et éventuellement un séchage à l'air. Le besoin de préparation de l'échantillon dépend de l'état du sol, des conditions météorologiques, et des moyens humains.

Les mesures sont ensuite réalisées en temps réel, au fur et à mesure des investigations ou des travaux à conduire. Moins la préparation est poussée, plus le nombre de mesures à réaliser doit être important, car la zone analysée est très petite (8 mm de diamètre). Pour une mesure sur site des sols prélevés et

tamisés une seule analyse est suffisante. À l'inverse, pour une mesure *in situ* et donc sans prélèvement et sans préparation, plusieurs analyses sont réalisées (généralement une à chaque coin d'une maille et une au centre de la maille). Pour pouvoir comparer l'ensemble des données obtenues par pXRF, il faut que le même protocole soit appliqué sur tous les échantillons, que ce soit la préparation des échantillons ou le temps de mesure. Dans le cas d'un sondage de sol, la mesure peut être effectuée directement sur la carotte ou sur un tas de sol prélevé et préparé.

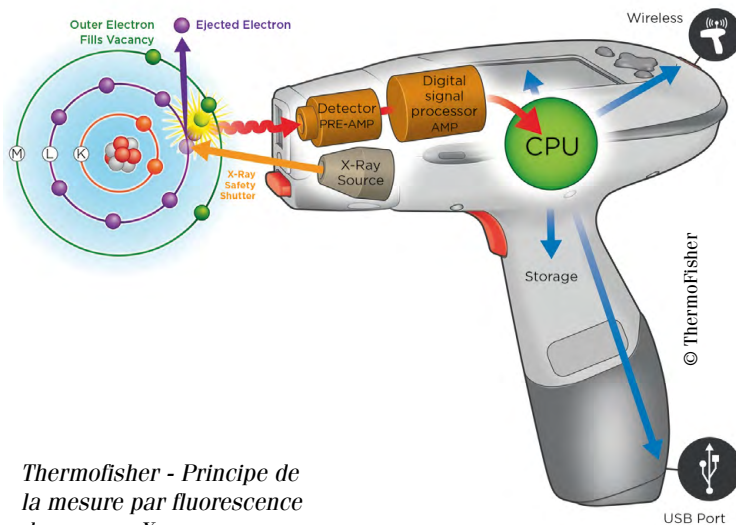
La mesure consiste à émettre un flux de rayons X vers la surface de l'échantillon pour exciter les électrons de la couche externe des atomes de l'échantillon. L'électron excité redescend ensuite à une forme plus stable, libérant une énergie dépendante de l'élément. L'appareil mesure en continu le nombre de signaux correspondant à chaque énergie ce qui lui permet de calculer la teneur de l'élément dans l'échantillon. Le temps de mesure nécessaire pour atteindre un niveau limite de détection acceptable varie de 30 secondes à 2 minutes, selon le type d'appareil et l'élément recherché. Les concentrations peuvent être lues sur l'écran en ppm (mg/kg). Les résultats sont enregistrés dans l'appareil et peuvent ensuite être téléchargés. Les appareils les plus récents permettent également d'enregistrer les coordonnées GPS du point de mesure.



Les données acquises lors de la mesure peuvent être interprétées directement ou bien, lors du diagnostic, bénéficier d'un traitement complémentaire par de la modélisation géostatistique pour orienter le positionnement des mesures suivantes au niveau des zones d'incertitude.

Il est également possible de comparer, au préalable ou a posteriori, les mesures réalisées sur le même échantillon avec l'appareil de terrain et par un laboratoire d'analyses pour obtenir une courbe de corrélation. Dans ce cas, il est conseillé d'analyser en parallèle 5 à 10 % des échantillons, en prenant soin de couvrir une large gamme de concentrations. Cette utilisation conjointe aux analyses en laboratoire peut avoir 3 objectifs différents :

- Confirmer les résultats obtenus avec des mesures de terrain lors du diagnostic préliminaire,
- Trouver la relation entre les mesures de terrain et la teneur mesurée en laboratoire et établir une corrélation qui sera utilisée pour l'interprétation de l'ensemble des résultats,
- Valider les mesures par des analyses COFRAC via des méthodes normées type ISO.

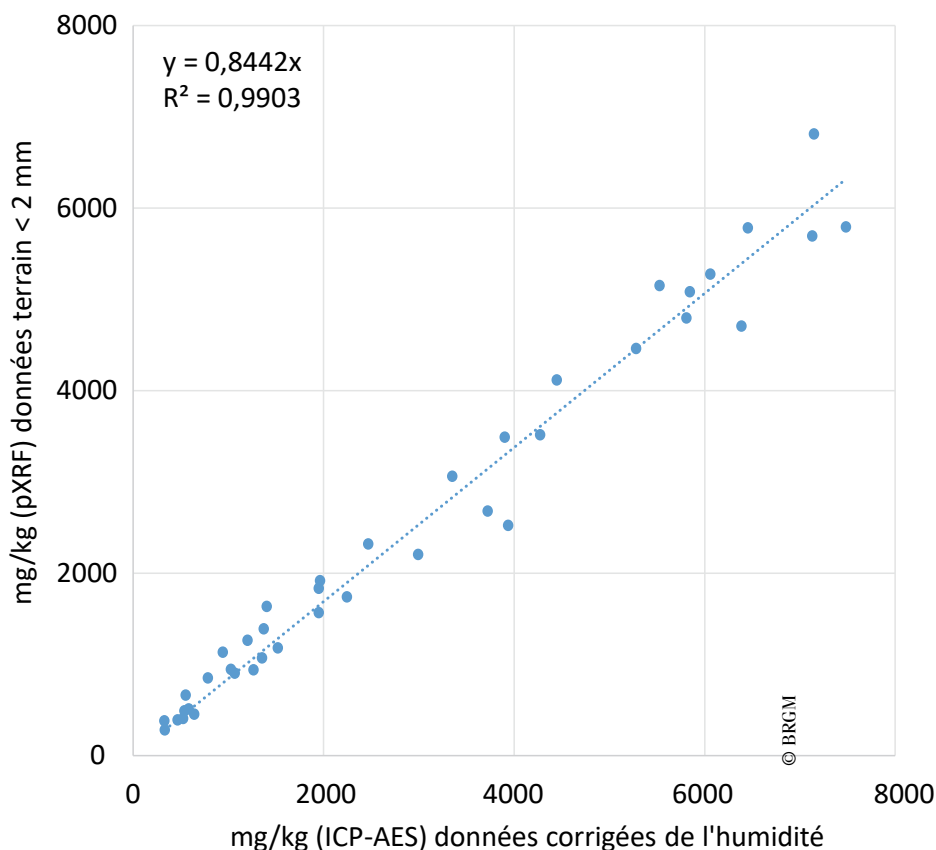


ThermoFisher - Principe de la mesure par fluorescence des rayons X.

Points de vigilance

- La connaissance de la technique et de ses limites est essentielle car les polluants mal détectés (les limites de détection du Cd ou du Hg sont très élevées par rapport aux teneurs présentes dans les sols, même pollués) ou les caractéristiques du sol (20 % d'humidité maximum ou fraction grossière trop importante) peuvent entraîner des interférences.
- La phase d'étalonnage ou de calibration avec vérification des résultats est une étape cruciale.
- Lors de la présence d'un mélange de polluants, des interférences peuvent impacter la quantification des éléments et fausser les résultats (quantification de l'As peu fiable si présence de Pb importante par exemple).

Plomb



Corrélation entre les teneurs obtenues par pXRF sur des échantillons non séchés tamisés à 2 mm sur le terrain et les teneurs obtenues en laboratoire par ICP après séchage, broyage et minéralisation des échantillons.



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Investigations

- Faible coût permettant la multiplication du nombre de mesures,
- Rapidité de la mesure,
- Faible intrusion dans la matrice,
- Simplicité d'utilisation,
- Robustesse de la mesure,
- Préparation des échantillons très simple ou même inexistante,
- Pas de transport, de conservation ni d'élimination des échantillons,
- Optimisation de la campagne de reconnaissance en temps réel.

Influence sur les résultats et incertitudes

- Diminution des incertitudes par multiplication des analyses.

Résultats d'interprétation

- Résultats immédiats,
- Utilisable pour réaliser un screening sur site : choix des ETM et des échantillons à envoyer au laboratoire, meilleur échantillonnage des zones à analyser, détection de polluant non identifié dans l'étude historique,
- Résultats utilisables dans un traitement (géo)statistique si couplé avec localisation GPS.

INCONVÉNIENTS

Polluant

- Technique utilisable pour certains éléments uniquement,
- Liste des éléments mesurables dépendante de la calibration du matériel.

Investigations

- Compétence dans le déploiement de la technique et prise en compte de ses limites nécessaire,
- Nécessite une déclaration préalable auprès de l'ASN pour la détention du matériel,
- Technique utilisable uniquement pour une matrice solide.

Influence sur les résultats et incertitudes

- Incertitude dépendante de la préparation de l'échantillon.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



La pXRF dispose d'une R&D aboutie et de matériel développé, elle est régulièrement utilisée sur le terrain.

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase de mise en route (temps de chauffe et de calibration) ne dépasse pas la demi-heure. Il faut compter le temps d'échantillonnage (réalisation de sondage si inexistant et la réalisation de prélèvement) et de préparation de l'échantillon s'il est nécessaire. La phase de mesure sur site varie de 30 secondes à 2 minutes selon l'appareil, la précision attendue et le nombre d'éléments à analyser. La durée totale

d'investigations sur site dépend du nombre d'échantillons à réaliser (jusqu'à 80 par jour), du contexte et des enjeux du site. L'exploitation des données peut également être rapide et effectuée sur site comme pour le choix de filières d'orientation (dépassement d'un seuil fixé) ou s'intégrer dans une exploitation plus complexe avec un traitement géostatistique au bureau.

PHASE

INVESTISSEMENT DE MATÉRIEL

INVESTIGATIONS

TRAITEMENT

Délai associé



⌚: jour / XX: semaine / XXX: mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts correspondent au temps passé par un opérateur expérimenté sur site ainsi qu'à l'acquisition ou la location de l'appareil de mesure. Le prix du matériel est de l'ordre

de 30-40 000 € à l'achat ou de 1 000 € pour une journée de location (technicien inclus).

PHASE

INVESTISSEMENT DE MATÉRIEL

INVESTIGATIONS

TRAITEMENT

Coût associé



€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] Bruxelles Environnement - Outil de sélection pour des techniques alternatives d'investigation

[2] Laperche V., Hubé D., Guérin V., Aubert N. - Outils de mesure sur site : Quel besoin et quelles mesures pour quelle utilisation? Journée ADEME - 2014

[3] NF EN ISO 13 196 Sols - Analyse rapide d'éléments -spectromètre de fluo X Portable

[4] NF EN 16 424 - Caractérisation des déchets - Méthode de dépistage pour la détermination de la composition élémentaire au moyen d'analyseurs portables de fluorescence X

[5] Méthode USEPA - Method 6200 : Field Portable X-ray Fluorescence Spectrometry for the Determination of Elemental Concentrations in Soil and Sediment - 2007

techniques-innovantes-ssp@brgm.fr / v.1 – 01/11/2021



ESSAIS D'EXTRACTION DES GAZ DU SOL

TECHNIQUE DE CARACTÉRISATION DES POLLUANTS GAZEUX

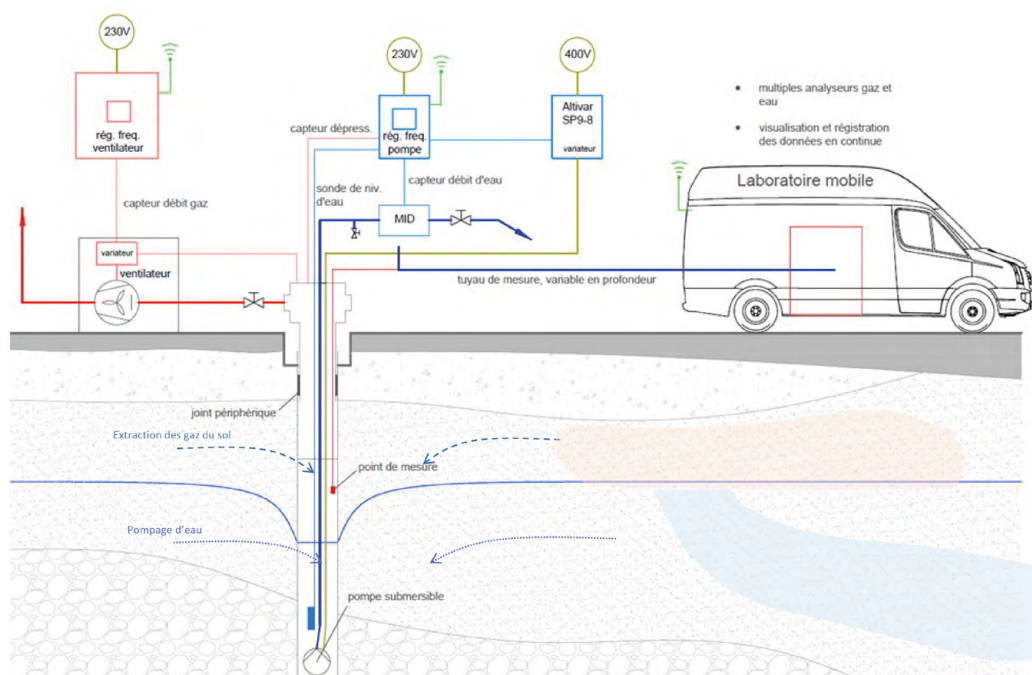
DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

Les essais d'extraction des gaz du sol sont une technique physique dérivée des essais de faisabilité du venting et utilisée lors du diagnostic pour **caractériser des polluants gazeux au sein de la zone non saturée (ZNS)**. Ils renseignent sur la nature et la distribution volumétrique des polluants dans les différentes phases du sol (eau/air/matrice solide). Contrairement à des mesures itératives à la canne de prélèvement, peu de mesures sont réalisées sur un ou plusieurs puits. Les mesures sont dynamiques, en temps réel avec un laboratoire de mesure et permettent de s'affranchir des influences atmosphériques.

Les essais d'extraction des gaz du sol reposent sur la **mobilité des polluants** en phase gazeuse dans un milieu poreux perméable non saturé **sous l'effet d'un gradient de pression**. L'extraction forcée de l'air du sol induit le déplacement et la volatilisation des polluants gazeux depuis la zone source émettrice des gaz jusqu'au puits d'extraction si le rayon de capture du puits est suffisamment étendu.

Les courbes d'extraction obtenues au cours de l'essai présentant la concentration extraite des polluants au cours du temps permettent de le piloter et, à la fin de l'essai, renseignent sur la nature et la distribution volumétrique des zones sources et sur les masses de polluants. Outre la meilleure connaissance de la pollution par une technique qui permet la mesure de zones inaccessibles, les essais permettent d'évaluer les potentialités d'une dépollution par extraction forcée des gaz du sol (SVE « *Soil Vapor Extraction* » ou « *Venting* »).

Les essais d'extraction sont réalisés dans des piézais ou puits et peuvent être déclinés en extraction coaxiale (extraction de l'air et pompage de l'eau dans un même ouvrage) et ainsi estimer l'impact du rabattement de la nappe sur l'efficacité de l'extraction des gaz du sol.



Essais d'extraction coaxiale double phase (eau souterraine et gaz du sol) avec suivi des eaux et gaz par un laboratoire mobile.

ESSAIS D'EXTRACTION DES GAZ DU SOL

CONTEXTE D'UTILISATION

Il est indispensable que la zone non saturée présente une **bonne perméabilité à l'air** (sables, graviers, ...). Cette technique est d'autant plus efficace et l'interprétation des résultats d'autant plus fiable que :

- la ZNS est épaisse (au moins 3 m d'épaisseur),
- la perméabilité à l'air est homogène,
- l'air du sol est déconnecté de l'air atmosphérique par une couverture peu perméable (limons, argiles, dalles et bâtiments).

Ces essais peuvent être réalisés dans des ouvrages spécifiquement conçus (puits d'extraction, piézajais) et/ou en première approche dans des ouvrages existants dont les crépines captent une partie de la zone non saturée. Ils s'utilisent pour compléter une mesure obtenue par des cannes gaz ou par direct push pour lesquels on a une mesure à un instant t et à un débit donné.

La technique permet d'explorer la qualité des gaz du sol dans un rayon de quelques mètres à quelques dizaines de mètres selon la perméabilité à l'air, les débits d'extraction appliqués et le temps de pompage.

POLLUANTS CONCERNÉS

Cette technique est applicable aux polluants organiques en phase volatile (hydrocarbures idéalement en C4 à C8, BTEX, COHV et autres COV). La technique a aussi fait ses preuves sur des pollutions par le mercure élémentaire (Hg^0).

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel déployé se compose d'une ligne d'extraction et de refoulement des gaz :

- une tête étanche coiffant le puits testé et disposant de piquages pour permettre le passage de sondes et capillaires,
- des conduites d'un diamètre adapté au débit d'extraction recherché,
- un ventilateur centrifuge,
- un dévésiculeur et une conduite de refoulement ouverte sur l'air atmosphérique ou raccordée à un filtre de charbon actif granulaire sur laquelle un piquage permet la collecte et la mesure de gaz sur site. L'unité de traitement des gaz doit être dimensionnée en fonction des débits de pompage pratiqués.

En tête de puits, les débits extraits sont mesurés au moyens d'anémomètres et les dépressions au moyens de manomètres.

Les appareils de mesure adaptés aux polluants recherchés (détecteurs PID, FID, multigaz, GC-MS, etc.) sont regroupés dans un laboratoire mobile pour une réponse sur site ou au laboratoire pour des analyses sur des prélèvements sur charbon actif.

MÉTHODOLOGIE

Phase préliminaire d'installation

Les puits à tester sont sélectionnés selon le secteur à investiguer et les ouvrages existants (à minima 3 ouvrages non alignés par zone source pour pouvoir trianguler les mesures). Les profondeurs de fond d'ouvrage et éventuellement des niveaux d'eau des puits sont mesurés et le matériel est préparé. Sur des ouvrages existants anciens, il est préférable de réaliser une inspection caméra préalable afin de s'assurer

À quelle étape ?

Les essais d'extraction des gaz du sol sont utilisables **lors du diagnostic**, ils permettent de **localiser et caractériser** la ou les zones sources en polluants volatils.

C'est le même principe qui est utilisé lors du plan de conception des travaux (PCT) ou du suivi de dépollution par venting ou par extraction coaxiale (combinaison de *pump & treat* et de *venting*) mais la mise en œuvre des essais diffère et leur interprétation n'apporte pas les mêmes informations. Cette utilisation est beaucoup plus répandue et ne répond pas aux mêmes objectifs : évaluation de la perméabilité effective ou estimation des rayons d'influence pour les essais de dimensionnement et appréhension du flux massique extractible et son évolution au cours du temps pour les essais de traitement. L'utilisation des essais d'extraction des gaz du sol dans cet objectif n'est pas détaillée dans cette fiche mais dispose de guides méthodologiques associés [3].

En absence de branchements électriques (220 V et 380 V triphasé), un groupe électrogène est à prévoir.



© D. Hubé, BRGM

Ligne d'extraction en place sur un ouvrage existant.

de la bonne profondeur et du bon état des crépines.

Le laboratoire mobile ou les dispositifs d'analyse et de mesure sont mis en place, raccordés électriquement et préparés pour l'essai (mise en chauffe et étalonnages éventuels).

Des puits proches, voisins du puits testés, peuvent aussi être équipés de bouchons étanches en tête et doté de manomètres afin de mesurer le rayon d'influence du pompage.

Phase de démarrage à faible débit

Cette première étape d'extraction, avec des débits de quelques dizaines de m³/h en général permet d'apprécier les ordres de grandeur des concentrations et d'adapter les débits d'extraction, les appareillages de mesure et la sécurité de l'essai en conséquence.

Phase de pilotage

Le monitoring des ouvrages voisins avec des manomètres permet d'indiquer les rayons d'influence du puits en extraction qui sont un indicateur de la portée de l'essai.

Les essais sont réalisés par palier de débits croissants, de plusieurs dizaines ou plusieurs centaines de m³/h selon les puits et contextes et avec une durée variable de quelques dizaines de minutes à plusieurs dizaines d'heures (essais d'extraction à haut débit et de longue durée). La conduite des essais (en débits, durée, ...) est ajustée à l'avancement par la mesure sur le terrain de différents paramètres physiques (T°C, débits et dépression, ...) et chimiques (concentrations en polluants, O₂, CO₂, CH₄, ...). Ces mesures sont réalisées en continu ou semi-continu (avec des pas de temps réguliers) en tête de puits d'extraction. Plusieurs puits peuvent être mis en extraction parallèlement pour totaliser des débits importants (plus de 1 000 m³/h) et explorer un vaste périmètre au sein des gaz du sol (chaque puits étant mesuré tour-à-tour).

Des profils de la qualité des gaz du sol entrant dans le puits peuvent être réalisés aux moyens de capillaires descendus dans le puits pour renseigner, en complément de l'approche volumétrique latérale, sur la distribution verticale et donc tridimensionnelle des gaz du sol dans le proche environnement du puits d'extraction.

Un échantillonnage des gaz du sol extraits est réalisé à pas de temps variable durant les essais (en sac, ampoule, tube de charbon actif, etc.) pour l'analyse différée au laboratoire des composés visés par l'essai. Les résultats analytiques permettent de caler et consolider les mesures des concentrations en COV totaux (PID et/ou FID) et/ou les concentrations par substance (GC-MS).

Arrêt de l'essai et interprétation des résultats

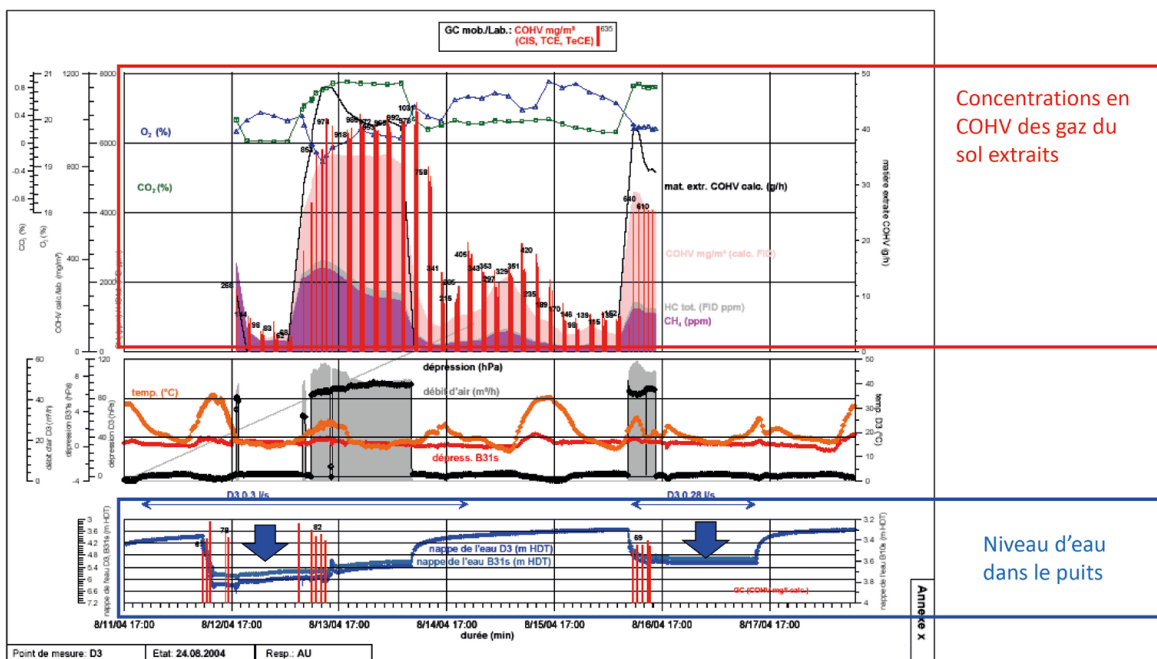
Une fois les concentrations et/ou flux massiques extraits stabilisés, l'essai est arrêté et le matériel est replié et nettoyé.

Les données informatiques sont extraites pour obtenir les courbes d'extraction par substance ou famille de substances : concentrations dans les gaz extraits en fonction du temps (en mg/m³) et masses dans les gaz extraits en fonction du temps (en mg/h ou g/jour). Les profils des courbes d'extraction renseignent sur le type et la position (éloignement au point d'extraction et éventuellement profondeur) de la ou des zones sources situées dans la zone de capture, ainsi que sur les masses de polluants en phase gazeuse et donc les potentialités d'une dépollution par extraction forcée des gaz du sol (SVE « Soil Vapor Extraction » ou « Venting »). Une modélisation numérique peut constituer une aide à l'interprétation des résultats.

Par ailleurs, les mesures multigaz sur site (T°C, O₂, CO₂, CH₄, H₂S, etc.) renseignent sur l'existence ou non d'une activité biologique associée aux pollutions organiques au sein de la zone non saturée, qui pourrait être exploitée pour la dépollution par voie biologique.

Points de vigilance :

- Difficultés d'interprétation en milieu hétérogène, nécessitant au préalable une caractérisation du contexte (hydro) géologique assez précise.
- En présence de fortes concentrations de polluants organiques volatils inflammables (hydrocarbures, BTEX), des mesures de sécurisation des essais sont nécessaires (dilution par l'air des lignes d'extraction pour atteindre des concentrations inférieures aux limites inférieures d'explosivité (LIE)). Cette technique nécessite généralement le temps de l'essai d'assurer le traitement des gaz avant tout rejet dans l'atmosphère, par exemple à l'aide de filtres à charbon actif.



Le rabattement de la nappe induit une augmentation de la concentration en COHV par 3 ou 4, justifiant la présence en COHV sous forme de gouttelettes sous le niveau d'eau.

AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Mise en œuvre

- Caractérisation de zones inaccessibles,
- Adaptation aux puits existants,
- Abstraction des pressions météorologiques,
- Essais dynamiques ajustés aux résultats à l'avancement,

Résultats d'interprétation

- Approche volumétrique de la qualité des gaz du sol (2 ou 3D),
- Rayon d'action du puits du mètre à la dizaine de mètres,
- Technique de diagnostic apportant des éléments sur la faisabilité d'un traitement par venting.

INCONVÉNIENTS

Mise en œuvre

- Amené / repli potentiellement coûteux,
- Nécessité de raccordement électrique,

Résultats d'interprétation

- Nécessité d'une expertise métrologique dans la conduite des essais,
- Difficultés d'interprétation en milieu hétérogène,
- Nombre limité de prestataires ayant un réel savoir-faire dans le domaine.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs développés, technique utilisée sur le terrain

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase d'essais sur site est d'une durée très variable selon les résultats obtenus à l'avancement : il faut compter entre 2 et 3 heures pour la mise en place et le repli mais les essais par puits peuvent avoir une durée comprise entre quelques dizaines de minutes et plusieurs dizaines d'heures. Les résultats d'analyses en laboratoire mobile sont obtenus

en temps réel. Les délais analytiques pour les échantillons de gaz prélevés pour analyse complémentaire sont de l'ordre d'une à deux semaines et la restitution des résultats (courbes d'extraction, tableaux de résultats) peut être réalisée en trois à cinq semaines. Le faible nombre de prestataires réalisant les essais peut ajouter une contrainte temporelle.

PHASE

MISE EN ŒUVRE SUR SITE

INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

Délai associé



⌚ : jour / ⌚⌚ : semaine / ⌚⌚⌚ : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

De même que pour les délais, les coûts des essais sont très variables car ils dépendent en partie des conditions d'aménagé / repli du matériel (éloignement des sites), pour lesquels il faut prévoir entre 4 000 et 6 000 €. Les essais sont chiffrés sur le temps passé par le personnel sur site et peuvent être estimés entre 10 000 et 20 000 € pour 5 à 8 ouvrages testés, prix

incluant les analyses des prélèvements de gaz et l'interprétation des essais. Il est à noter que le gain d'informations apporté par les essais peut limiter l'effort financier total d'une intervention en limitant les prélèvements de sols ou de gaz notamment sous bâtiment.

PHASE

MISE EN ŒUVRE SUR SITE

INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

Coût associé



€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ < 1 000 € / €€€€ < 10 000 € / €€€€€ > 100 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] Guide BRGM - Quelles techniques pour quels traitements - Analyses coûts-bénéfices - Juin 2010

[2] SelecDEPOL - Outil interactif de pré-sélection des techniques de dépollution et des mesures constructives – ADEME/BRGM

[3] Expertise ADEME – Guide technique Estrapol – Essais de faisabilité de traitement des sols pollués – Juin 2019



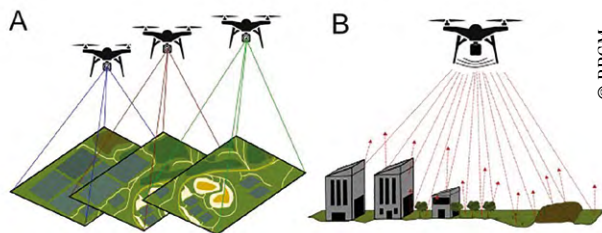
TÉLÉDÉTECTION AÉROPORTÉE POUR RECONSTRUCTION 3D

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

L'utilisation de techniques de télédétection avec des moyens aéroportés (drone, avion, hélicoptère, ULM, ...) permet d'obtenir des informations topographiques ou cartographiques. Il existe plusieurs techniques utilisant la télédétection dont l'utilisation dépend des objectifs recherchés.

La photogrammétrie et le LiDAR sont deux techniques de reconstruction 3D. La photogrammétrie permet de produire un modèle numérique de surface (MNS) qui est une description altimétrique du sol et des objets qui l'occupent. Le LiDAR permet d'obtenir un modèle numérique de terrain (MNT) qui est une description altimétrique du sol. L'interprétation de ces modèles permet d'obtenir des fonds de plan qui peuvent être utilisés pour compléter l'intervention d'un géomètre sur des terrains difficiles d'accès ou pour obtenir des informations complémentaires pour :

- une étude hydrographique,
- l'identification des zones d'érosion et des voies de transfert de matière (sol par exemple) ou le calcul des stocks de matière ou de déchets,
- l'évaluation de l'évolution du couvert végétal.



© BRGM

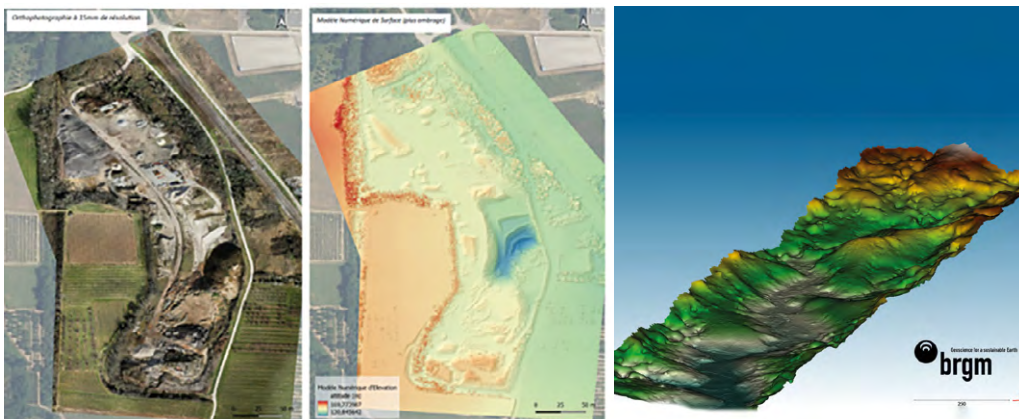
Principe de fonctionnement de la photogrammétrie (A) et du LiDAR (B).

La photogrammétrie aéroportée repose sur la corrélation d'images (photos couleur, noir et blanc ou images thermiques). La comparaison de plusieurs photos d'un même objet ou d'une même zone, prises sous différents angles, permet de reconstituer un modèle 3D. La photogrammétrie permet de capter les couleurs et de proposer des détails fins permettant des rendus esthétiques et interprétables à l'oeil nu.

Une orthophotographie est une photo « synthétique » générée à partir des prises de vues acquises par photogrammétrie de manière à ce que toutes les déformations géométriques liées aux conditions de prises de vue (distorsion de l'objectif, problèmes de perspective liée ou non au relief, ombres, ...) soient supprimées. Une image métrique est ainsi obtenue sur laquelle on peut réaliser des mesures et superposer d'autres documents topographiques ou des orthophotos d'autres époques sans décalage.

Le LiDAR (Light Detection and Ranging) est une technique qui utilise des faisceaux laser pour déterminer des distances. Plusieurs milliers de faisceaux laser sont émis par seconde vers le sol. Les distances sont calculées en mesurant le temps que met la lumière à revenir à l'appareil après avoir été réfléchi par un objet ou une surface. Les résultats obtenus sont un nuage de points 3D représentant la topographie de la zone survolée. Le LiDAR permet de s'affranchir des contraintes de luminosité ambiante et de pénétrer jusqu'au sol. Un traitement du nuage de points en fonction des objets touchés permet donc d'éliminer la végétation et de produire un modèle numérique du terrain nu.

Le couplage de la photogrammétrie et du LiDAR permet de combiner les avantages des deux techniques. Historiquement ce couplage croisait les données obtenues lors de vols distincts, consacrés à chacune des deux techniques mais des instruments joignant les deux capteurs sur le même porteur commencent à être disponibles.



© BRGM

Exemples d'une orthophotographie (à gauche), d'un MNS (au centre) tous deux acquis par photogrammétrie et d'un nuage de points LiDAR (à droite).

TÉLÉDÉTECTION AÉROPORTÉE POUR RECONSTRUCTION 3D

CONTEXTE D'UTILISATION

La sensibilité de ces méthodes non intrusives dépend du relief, des conditions météorologiques et des conditions d'éclairages :

	PHOTOGRAMMÉTRIE	LIDAR
Contexte d'utilisation	<ul style="list-style-type: none">• Adapté aux terrains dégagés,• Besoin de conditions météorologiques et d'éclairage particulières (pas de brouillard, de particules en suspension, pas de vol de nuit),• Non adapté aux terrains dont la surface présente de fortes variations de relief (vallée encaissée par exemple).	<ul style="list-style-type: none">• Adapté aux terrains végétalisés ou non,• Pas de contraintes particulières sur la lumière, les ombres et les conditions météorologiques,• Adapté à tous types de reliefs,• Développements en cours pour s'affranchir de la présence d'eau (étang, lac, mare, cours d'eau, barrage, ...).

Contexte d'utilisation du LiDAR et de la photogrammétrie.

La résolution et la précision des résultats sont en partie influencées par le moyen de vol. La photogrammétrie et le LiDAR par drone sont **utilisables uniquement sur les sites où le vol de drone est autorisé** (zones de survol interdit disponibles sur le Géoportail de l'IGN). Des **déclarations spécifiques auprès de la DGAC** (Direction Générale de l'Aviation Civile) sont à réaliser en amont afin de connaître les restrictions de vols liées à la zone d'étude (zone urbaine, proximité d'un aéroport ou d'un aérodrome, sites sensibles, ...). Par exemple, en zone urbaine, la distance maximale de vol est de 100 m soit environ 3 ha. Pour un site d'une taille supérieure, plusieurs vols doivent être programmés. **Un télépilote professionnel avec permis est obligatoire pour manœuvrer un drone aérien.**

Si la portée ou la puissance du LiDAR est critique ou que la zone à couvrir est vaste, les aéronefs habités (avion, hélicoptère, ULM) capables d'emporter de l'équipement plus lourd sont à envisager.

Enfin, **la production des données nécessite un positionnement des levés de précision centimétrique.** La solution habituelle recourt au positionnement par satellite en temps réel (GNSS-RTK) complété par une correction émise par une base fixe et captée à bord du porteur. Le réseau de téléphonie mobile est souvent employé pour transmettre cette correction en temps réel, à condition que le site d'opération soit couvert (couverture réseau dégradée par la présence de bâtiments, d'arbres ou de brouilleurs de signal sur des sites sensibles). En cas de doute, il est recommandé de faire appel

à un géomètre pour installer un réseau topographique de calage visible dans les photos ou lors des survols par LiDAR. À noter qu'il existe des techniques non dépendantes du GNSS utilisant la technique de cartographie à l'avancement (SLAM) comme les LiDAR mobiles portables à la main utilisés en intérieur (bâtiments ou cavités).

À quelle étape ?

La photogrammétrie et le LiDAR aéroportés sont utilisables **à diverses étapes** de gestion d'un site pollué. Leur utilisation est préconisée lors du **diagnostic**, dans le cadre de sites complexes pour estimer les pentes et déterminer des volumes (topographiques ou de déchets). Des approches **en amont de la phase de terrain** se développent pour caractériser le réseau hydrographique et identifier des zones d'érosion et de transfert de matières, pour mieux planifier les campagnes d'investigation (accessibilité, implantation de points, ...) mais aussi pour étudier les solutions de gestion pouvant s'appliquer.

Ces techniques sont également utiles et principalement mises en œuvre lors des phases de **travaux de terrassement** pour suivre les mouvements de terre (calcul de volumes de terres déplacées), les avancées des travaux d'excavation mais également suivre l'efficacité des techniques de stabilisation / confinement / dépollution (suivi de l'évolution d'un couvert végétal, absence de tassements différentiels ou d'érosion sur un confinement, ...).

POLLUANTS CONCERNÉS

La photogrammétrie et le LiDAR ne sont pas associés à la détection, ou la quantification de polluants mais à la mesure de paramètres complémentaires (calcul de volumes de terres déplacées, suivi de l'efficacité de techniques de stabilisation, ...).

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Pour l'acquisition, le matériel déployé est un **drone ou autre moyen de vol possédant un LiDAR et/ou un appareil photo pour la photogrammétrie** avec une résolution adaptée à l'objet à détecter.

Certains drones sont équipés de **récepteurs GNSS** et géolocalisent donc automatiquement les données. Dans le cas contraire, une station GNSS fixe (pivot) ou mobile est nécessaire pour un géoréférencement centimétrique. **Des**

batteries de rechange sont à prévoir lors de l'utilisation d'un drone.

Un **système de stockage des données pérenne** (dizaines de gigaoctets par plan de vol) est à prévoir pour le déchargement des données une fois le vol fini (la télétransmission est possible mais n'est pas courante). Pour le traitement des données, des moyens techniques et des **logiciels spécialisés** et adaptés au stockage et à la gestion de grandes quantités de données sont nécessaires.



MÉTHODOLOGIE

Choix de la solution adaptée

Il est important de choisir la solution adaptée aux objectifs, aux conditions du site et aux moyens techniques disponibles pour traiter les données. Le choix de la technique, des paramètres de vol (vitesse et durée de vol, altitude, zone de

vol) et du porteur (drone, avion, ULM, hélicoptère) dépendent essentiellement de l'objectif attendu de l'étude : selon la taille des objets à détecter et le contexte du site (hauteur de la végétation, relief et encaissement du terrain, verticalité éventuelle des versants, ...), la résolution attendue est définie et les conditions de vol sont adaptées.

		PHOTOGRAMMÉTRIE	LIDAR
On souhaite mesurer le relief d'un sol sur :	Un terrain végétalisé.	NON, pas adapté aux terrains végétalisés.	OUI, adapté aux terrains végétalisés.
	Un terrain non végétalisé avec des variations abruptes et étroites de profondeur.	NON, sensibilité aux conditions d'éclairement.	OUI, les faisceaux laser pénètrent au fond des vallées même si l'éclairage est faible.
	Un terrain non végétalisé sans variations abruptes de relief.	OUI, car moins coûteuse que le LiDAR et offre une vue plus continue du relief et de la couleur du sol.	NON, plus coûteuse que la photogrammétrie.
On souhaite obtenir :	Une image du site comme fond d'interprétation.	OUI, couleurs et rendu visuel plus intuitifs.	NON, le LiDAR n'offrira jamais une représentation du terrain de manière aussi intelligible qu'une photo aérienne en couleur.
	Un support numérique 3D photoréaliste pour animer des discussions de chantier et des prises de décision en temps réel.	OUI, les maillages texturés photoréalistes permettent un partage avec des navigateurs web.	NON, le traitement des données est plus conséquent que la photogrammétrie nécessitant une grande puissance informatique et des logiciels spécialisés.
	Un modèle numérique de terrain ou de surface pour identifier un réseau d'écoulement des eaux d'un site partiellement végétalisé.	NON, moins performant que le LiDAR.	OUI, permet de mettre en évidence le schéma d'écoulement des eaux à la surface du terrain (indice d'érosion, fossés, ...).
Autres points forts		Système léger se satisfaisant de petits porteurs.	Possibilité d'obtenir des informations sur la nature des objets avec l'intensité du signal réfléchi.
Autres points faibles		Nécessite de planifier un plan de vol avec un recouvrement suffisant entre les photos pour extraire le relief de manière fiable (incluant impérativement des vues obliques).	Le poids du LiDAR impose des porteurs à charge utile plus grande Plus faible disponibilité chez les sous-traitants car beaucoup plus coûteux qu'un appareil photo.

Comparaison entre photogrammétrie et LiDAR selon les objectifs de l'étude.

Pour le LiDAR, la densité de points souhaitée doit être spécifiée dans le cahier des charges ainsi que la somme totale minimum des tirs atteignant le sommet de la végétation par unité de surface. Plus la densité de végétation est forte, plus la densité de points à acquérir au LiDAR doit être élevée. Pour atteindre des densités de points plus élevées, l'opérateur peut jouer sur l'altitude de vol (plus bas = plus dense), la vitesse de vol (plus lent = plus dense), le croisement des lignes de vol (croisé = plus dense) et le recouvrement entre lignes (recouvrement plus grand = plus dense).

Néanmoins, la meilleure précision possible n'est pas forcément recherchée car une plus grande précision des données génère un plus grand nombre de données à stocker et à traiter.

Technique	Précision	Très faible	Faible	Moyenne	Elevée
LIDAR	Densité de points	1 pt/m ²	25 pts/m ²	50- 100 pt/m ²	200 pts/m ²
	Distance entre les points de mesures	1 m	20 cm	14 à 10 cm	7 cm
		<div> <div></div> <div>← Altitude de vol →</div> <div></div> </div> <div> <div></div> <div>← Vitesse de vol →</div> <div></div> </div>			

Exemple de relation entre précision des données et paramètres de vol pour le LiDAR.

Pour la photogrammétrie, la résolution au sol est obtenue à partir des informations mentionnées dans le mémoire technique de l'opérateur du drone.

$$\text{résolution au sol} = \text{dimension photosite} \times \frac{\text{longueur focale de l'objectif}}{\text{distance capteur - sol}}$$

Le LiDAR et la photogrammétrie peuvent être utilisés simultanément afin d'améliorer l'interprétation des données.

Réalisation d'un relevé

Les étapes de réalisation d'un relevé sont :

- Autorisation préalable par la DGAC (si survol par drone),
- Acquisition des données sur le terrain selon un plan de vol avec un appareil, une hauteur et une vitesse de vol adaptés à la surface à couvrir et aux contraintes du site.

Traitement des données

- Pour la photogrammétrie, les images sont analysées par des logiciels adaptés pour détecter des points correspondants entre les différentes photos. Les prises de vue 2D sont agrégées et interprétées. Un maillage et une texture sont appliqués sur les données brutes ce qui permet d'obtenir l'orthophotographie et le Modèle Numérique de Surface (MNS).
- Pour le LiDAR, les traitements reconstruisent la position précise du porteur, puis ajustent les bandes de vol pour



recréer un relief continu. Les nuages de points obtenus sont classés en fonction des objets ayant réfléchi le signal lumineux. Les intensités du signal sont calibrées.

- En cas de couplage des 2 techniques, les nuages de points peuvent être colorisés avec les photos, ce qui améliore l'interprétation intuitive des nuages de points 3D.
- Post-traitements :
 - Estimation des volumes et des amas pointés.
 - Génération d'un modèle 3D de la zone photographiée
 - Réalisation des visuels : plans, vecteurs, etc.

Points de vigilance :

- Les conditions météorologiques ont une incidence sur les mesures et peuvent conduire à un report de la mission ;
- Il est fortement recommandé de faire appel à des experts pour assister le maître d'ouvrage dans la rédaction du cahier des charges afin de vérifier la prise en compte de toutes les contraintes spécifiques liées au site pouvant impacter la qualité des données, avant et pendant l'acquisition. L'entreprise réalisant l'acquisition sur site est généralement différente de celle réalisant l'interprétation.

AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Investigations

- Méthode non intrusive et non destructive,
- Rapidité d'acquisition,
- Surface importante à moindre coût,

Résultats d'interprétation

- Approche volumétrique,
- Vue en couleur et en relief du sol,
- Suivi de la végétation,
- Suivi de phénomènes érosifs.

INCONVÉNIENTS

Investigations

- Restriction de vol possibles, en fonction du lieu du levé,
- Nécessité d'une bonne géolocalisation,
- Besoin de personnel compétent et expérimenté pour l'acquisition,

Résultats d'interprétation

- Données générées nécessitant du matériel adapté avec beaucoup d'espace mémoire,
- Besoin de personnel compétent et expérimenté pour le traitement.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



La technique est mature mais encore peu utilisée dans le domaine des sites et sols pollués. Des projets de recherche et développement sont en cours pour permettre d'améliorer les techniques d'acquisition et le traitement des données dédiés aux différents métiers, et la mise à disposition des informations dérivées des données.

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

Selon les conditions du site et les objectifs, il faut compter entre une demi-journée et quelques jours d'acquisition des données (couverture possible de plusieurs hectares en quelques heures). Les résultats interprétés sont généralement fournis

1 mois après. Il est néanmoins parfois possible d'obtenir une version rapide et de qualité moindre sous une semaine pour préparer une phase de terrain. Le faible nombre d'opérateurs et de spécialistes peut ajouter une contrainte temporelle.

PHASE

INVESTIGATIONS

TRAITEMENT

Délai associé

⌚ ⌚ ⌚ > ⌚ ⌚ ⌚

⌚ ⌚ ⌚ > ⌚ ⌚ ⌚

⌚ : jour / ⌚⌚ : semaine / ⌚⌚⌚ : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les prix des prestations photogrammétriques complètes commencent à quelques centaines d'euros pour des superficies volables en une demi-journée de terrain. L'augmentation de technicité des acquisitions (LiDAR, couplage LiDAR et photogrammétrie), des produits attendus (nuages de points

3D, colorisés, classifiés, MNS, MNT, maillages texturés, lien vers un environnement de visualisation en ligne) et de la superficie couverte accroissent les tarifs qui peuvent atteindre jusqu'à 30 000 €.

PHASE

INVESTIGATIONS

TRAITEMENT

Coût associé

€€€ > €€€€

€€€ > €€€€

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] Article sur le site Yellowscan - LiDAR vs. RADAR - 2020

[2] Article sur le site ABOT - Bien choisir son drone pour la photogrammétrie (abot.fr) - 2019

[3] Article sur le site PROPEL RC - Photogrammétrie vs LiDAR : un guide de comparaison détaillé - 2024

[4] Article sur le site GIS Geography - LiDAR vs. Photogrammetry : A Guide to Mapping Technologies



LES ÉCHANTILLONNEURS PASSIFS A L'ÉQUILIBRE

OUTILS POUR LA CARACTÉRISATION DES EAUX SOUTERRAINES

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

Les échantillonneurs passifs sont des dispositifs d'échantillonnage servant, entre autres, à la caractérisation hydrodynamique ou chimique des eaux souterraines **à une profondeur donnée dans un piézomètre** (voir fiches HRSC-1 et HRSC-2). Pour la caractérisation chimique, ils permettent de **prélever les polluants sans source d'énergie extérieure et sans purge de l'ouvrage** et permettent aussi d'abaisser les coûts liés au traitement de l'eau de purge. Les prélèvements conventionnels donnent une concentration moyenne sur toute la colonne d'eau, en réalisant un prélèvement d'eau à l'aide d'une pompe après la purge de l'ouvrage, ce qui engendre des déplacements d'eau, une turbidité et peut perturber les conditions du milieu lors du prélèvement. Les **échantillonneurs passifs permettent, au contraire, un échantillonnage sans perturber le milieu** et donc d'obtenir des **concentrations plus représentatives des conditions du milieu à une profondeur donnée**.

Il existe trois catégories d'échantillonneurs passifs, à sélectionner selon l'objectif de l'étude, qui reposent sur différents principes de fonctionnement et qui fournissent différentes informations :

- **les échantillonneurs passifs instantanés (EPI)** qui permettent, à travers un échantillon d'eau instantané et sans purge, de déterminer la concentration en polluants à un instant donné et à une profondeur donnée (ponctuel).
- **les échantillonneurs passifs à l'équilibre (EPE)** qui sont basés sur la diffusion des polluants d'intérêt du milieu étudié vers le milieu d'échantillonnage durant sa période d'exposition. Ces échantillonneurs passifs permettent de déterminer la concentration en polluants représentative du milieu à la fin de la phase d'exposition **sans prélèvement d'eau**.

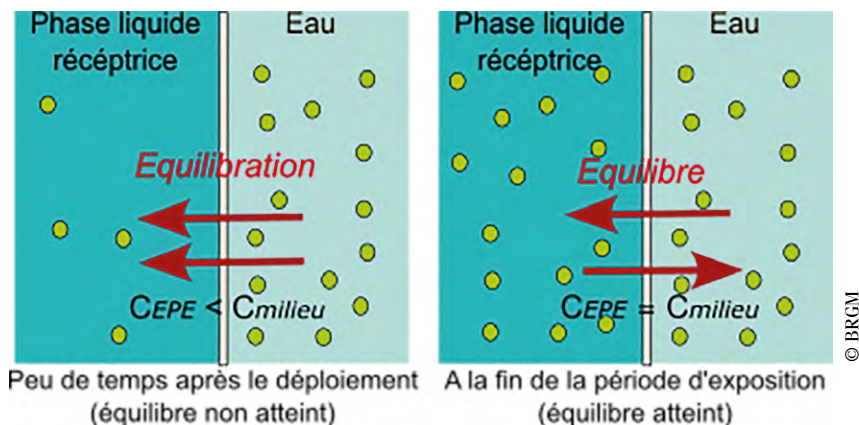
- **les échantillonneurs intégratifs passifs (EIP)** qui sont basés sur la diffusion et la sorption des polluants d'intérêt sur/dans l'échantillonneur durant sa période d'exposition. Ils permettent de déterminer la concentration moyenne en polluants pendant leur durée d'exposition **sans prélèvement d'eau** (voir PASSIF-2).

Cette fiche se concentre sur le cas des échantillonneurs passifs à l'équilibre (EPE).

La technique des EPE repose sur la mise en équilibre des concentrations entre 2 milieux. Les EPE se composent d'une **phase réceptrice** (eau déionisée ou air) entourée d'une membrane de diffusion perméable aux polluants d'intérêt. Durant **l'exposition dans l'eau, les polluants ciblés diffusent à travers la membrane jusqu'à atteindre un équilibre entre les concentrations en polluants** dans l'eau et dans la phase réceptrice. L'échantillonneur doit être déployé jusqu'à ce que l'équilibre thermodynamique soit atteint.

Chaque couple EPE/polluant se caractérise par le **temps nécessaire pour atteindre l'équilibre**, le coefficient de distribution du polluant entre l'eau et la phase réceptrice (K_{EPE}), et le volume de phase réceptrice (V_{ex}). Certains de ces paramètres dépendent **du type et de l'épaisseur de la membrane** utilisée par l'EPE et des paramètres physico-chimiques du milieu (pH, température, salinité, bioencrassement, ...).

Les EPE peuvent donner plusieurs types d'informations : un seul EPE déployé donne la concentration ponctuelle à une profondeur et un instant donné (au moment du retrait) ; le déploiement d'une série d'EPE dans un puits permet de donner la distribution verticale du polluant à un instant donné.



Principe de fonctionnement des EPE

LES ÉCHANTILLONNEURS PASSIFS À L'ÉQUILIBRE

CONTEXTE D'UTILISATION

Certains EPE permettent l'échantillonnage des eaux de surface, des sols ou de l'air, mais peu sont encore disponibles sur le marché. Seuls les EPE adaptés pour l'échantillonnage des eaux souterraines sont présentés dans cette fiche.

Comme pour l'ensemble des échantillonneurs passifs, chaque EPE permet de **cibler spécifiquement une famille de polluants** ; ils sont donc adaptés au suivi et à la surveillance des **sites ayant déjà fait l'objet d'une première caractérisation** et où la nature et les gammes de concentrations des polluants présents sont connues.

POLLUANTS CONCERNÉS

La plupart des échantillonneurs à l'équilibre permettent l'échantillonnage des COV dans les eaux souterraines, mais d'autres types de polluants peuvent être recherchés selon l'EPE choisi : cations, anions majeurs, métaux, perchlorates, composés émergents comme le 1,4-dioxane ou les PFAS.

Les échantillonneurs passifs ne peuvent pas être utilisés

À quelle étape ?

Les échantillonneurs passifs à l'équilibre peuvent être utilisés en remplacement ou en complément des méthodes de prélèvement classiques lors du **diagnostic avancé**, de la **dépollution des milieux** et/ou de la **surveillance** afin de rechercher et mesurer ponctuellement et spécifiquement la concentration de certaines familles de polluants.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel nécessaire se compose des **EPE pré-remplis de leur phase réceptrice** (consommable) et des **supports de fixation et de déploiement** pour maintenir les échantillonneurs dans la colonne d'eau (cages, filets en acier inoxydable ou plastiques, cordes et lests selon les modèles). Ces supports sont réutilisables et sont souvent fournis avec l'EPE. Il est préférable de privilégier des systèmes de déploiement et de fixation non métalliques pour la mesure des ETM, et métalliques pour la mesure des composés organiques.

L'ensemble du matériel doit être propre pour éviter la contamination des EPE et de l'eau.

MÉTHODOLOGIE

Étude préalable

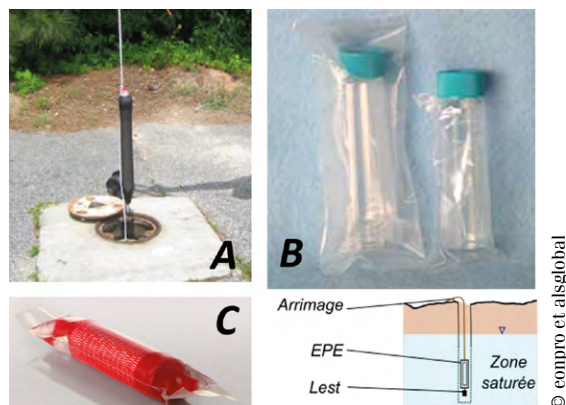
Le **choix de l'EPE** est à considérer avec attention et dépend :

- Des caractéristiques des ouvrages (diamètre du piézomètre),
- Des familles de polluants ciblées,
- De la **durée d'exposition** nécessaire à l'EPE pour que l'équilibre avec le milieu soit atteint,
- De la **disponibilité de données de calibration spécifiques** au couple polluant/EPE utilisé pour déterminer les temps d'équilibre.

Avant l'installation, les caractéristiques de la nappe et des piézomètres dans lesquels les échantillonneurs sont installés doivent être connues (position et longueur de l'intervalle crépiné, flux verticaux naturels dans l'ouvrage, horizons plus ou moins productifs, variations du niveau statique de la nappe, ...). À partir de ces informations et des objectifs de l'étude, la position des EPE est déterminée, de manière à ce qu'ils **restent immergés durant toute leur exposition** :

- Dans les piézomètres à intervalles crépinés inférieurs à 1,5 m, l'échantillonneur est généralement positionné au centre de la crépine, qu'il y ait présence ou non de flux verticaux naturels.
- Pour les intervalles crépinés supérieurs à 1,5 m, plusieurs

pour détecter des phases de flottant ou de plongeant. Il est possible **d'utiliser simultanément plusieurs types d'EPE** pour suivre plusieurs familles de polluants, à condition de les placer à des profondeurs différentes pour éviter les risques de contamination croisée entre les EPE (les supports de certains EPE peuvent contaminer les autres EPE).



Exemples d'EPE de type A) PDB avec support de fixation, B) PVD et C) RPP (voir tableau ci-dessous).

EPE peuvent être installés en série à différentes profondeurs sur toute la hauteur crépinée pour obtenir des informations sur la distribution verticale des contaminants d'une nappe, seulement si aucun flux vertical naturel n'est présent dans l'ouvrage. Sinon seul un EPE suffit pour obtenir la concentration imposée par le flux et l'origine de l'eau, à un instant t , moyennée le long de l'intervalle crépiné.

La connaissance des flux verticaux ou des différences de charges (horizons plus ou moins productifs) dans l'ouvrage lors de l'utilisation des EPE est également nécessaire pour évaluer la représentativité des concentrations mesurées. Ils peuvent être mesurés à l'aide d'un flowmètre.

Pour certains EPE en développement, une **phase de calibration au laboratoire** peut s'avérer nécessaire pour définir certains paramètres dans les conditions environnementales du site (**temps nécessaire pour atteindre l'équilibre**, coefficient de distribution du polluant entre l'eau et la phase réceptrice K_{EPE} , volume de phase d'extraction V_{ex}). Cependant, pour les EPE disponibles sur le marché, ces informations sont très souvent déjà disponibles et fournies par le constructeur.



OUTILS	DESCRIPTION	MILIEU (ESO : eaux souterraines. ESU : eaux de surface)	DURÉE D'EXPOSITION	POLLUANTS	PRIX (Les EPE sont consommables, les supports incluent le boîtier et les fixations et sont réutilisables)
PDB (Passive Diffusion Bag Samplers)	Sac en PEBD (50 cm x \varnothing_{int} : 2,5 cm) rempli d'eau déionisée qui agit comme une membrane semi-perméable, entouré d'un filet de protection.	ESO	14 j	COV	EPE : 18-35 € Supports réutilisables et solutions consommables : 2-25 €
DMPDB (Dual Membrane Passive Diffusion Bags)	Sacs (40 à 60 cm x \varnothing_{int} 4,4 cm) rempli d'eau déminéralisée et entouré d'un filet de protection combinant un PDB en polyéthylène avec une membrane poreuse supplémentaire (nylon, cellulose régénérée ou autre).	ESO	7-21 j	COV, COVS, métaux en trace, anions, cations majeurs, substances inorganiques et composés émergents préoccupants, (1,4 dioxane et les PFAS).	EPE : 30-40 € Supports réutilisables et solutions consommables : 20-150 €
PVD (passive vapor diffusion samplers)	Flacon de verre vide de 20 à 40 mL, non fermé et à l'extrémité fileté Ou fiole VOA (fiole adaptée à l'analyse des COV) incluse dans deux couches de PEBD ayant une forme de tube ou dans deux sachets plastiques à glissière.	ESO	7-21 j	COV	EPE : 10-20 € Supports réutilisables : 10-50 €
Préleveurs de type « Peeper »	Structures rigides en acrylique de taille variable contenant une ou plusieurs ouvertures menant à des volumes d'eau séparés recouvertes d'une membrane ou d'un filet perméable. Ou tube rigide (\varnothing_{ext} : 5 cm x longueur variable) recouvert aux extrémités par une membrane flexible en polysulfone (PsMS).	ESO	7-14 j	COV, métaux et anions majeurs	EPE : 100-350 € Supports réutilisables : 10-50 €
Préleveurs en polyéthylène rigide poreux (RPP)	Cylindre fait de fines feuilles en PEHD poreux (\varnothing_{int} 3,8 cm x 12,7 à 17,8 cm) rempli d'eau déionisée et entouré d'un filet de protection.	ESO	14 j	Composés volatils, semivolatils, anions, métaux, perchlorates, chrome VI.	EPE : 40-50 € Supports réutilisables : 10-50 €

*Caractéristiques des principaux EPE disponibles sur le marché.
PEBD : polyéthylène basse densité, PEHD : polyéthylène haute densité.*

Mise en œuvre

Les EPE doivent être transportés dans leur conditionnement d'origine (ou dans des contenants hermétiques), dans une enceinte réfrigérée et à l'abri de la lumière. Les EPE sont descendus aux **profondeurs d'exposition définies** et laissés pendant le **temps d'exposition adapté** pour atteindre l'équilibre. Les **durées d'exposition peuvent varier, en moyenne, de 7 à 21 jours** selon l'outil.

À la fin de la période d'exposition, au moment du retrait, les EPE sont transportés au laboratoire pour analyse, dans les mêmes conditions que lors du déploiement et dans des contenants hermétiques pour éviter tous risques de contamination. Pour les PDB et DMPDB, la phase réceptrice aqueuse contenue dans l'échantillonneur doit être prélevée sur site au moment du retrait et placée dans des flacons adaptés aux polluants échantillonnés. Les flacons sont gérés de la même façon qu'un échantillon d'eau classique.

Analyse des résultats

Le principe des EPE repose sur l'équilibre des concentrations entre la phase réceptrice et le milieu échantillonné. La concentration dans la phase réceptrice de l'EPE est donc égale à la concentration dans l'eau du forage à un instant t. Si les concentrations évoluent dans le temps, seule la concentration à l'équilibre au moment du retrait de l'EPE est mesurée.

Points de vigilance :

- Une bonne connaissance de l'hydrogéologie locale, des ouvrages et des substances recherchées est nécessaire afin d'assurer une bonne mise en œuvre. De même, les temps d'exposition doivent être suffisants pour atteindre l'équilibre avec le milieu.
- La connaissance des flux verticaux naturels ou des différences de charges (horizons plus ou moins productifs) dans l'ouvrage lors de leur utilisation doit être connue pour l'interprétation des résultats.



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Polluants

- Différentes techniques applicables selon les polluants,

Mise en œuvre

- Facilité à les déployer et à les récupérer,
- Peu coûteux (matériel et pas d'eaux de purges à éliminer),
- Pas de limite de profondeur,
- Adapté aux milieux peu productifs,
- Pas d'équipement supplémentaire ni de source d'énergie nécessaire,

Résultats d'interprétation

- Concentrations en polluants à l'équilibre,
- Possibilité d'obtenir des profils verticaux de concentrations.

INCONVÉNIENTS

Échantillonnage

- Nécessite des piézomètres bien entretenus,
- Nécessite deux déplacements sur le terrain (pose et reprise),
- Temps de déploiement parfois long rendant l'ouvrage indisponible,

Polluants

- Pas d'EPE applicable pour tous les types de polluants,

Interprétation des résultats

- Variations de concentration au cours du temps non prises en compte,
- Nécessite une bonne connaissance de l'hydrogéologie locale (flux verticaux naturels et horizons productifs),
- Difficulté d'interprétation de l'influence d'une phase émulsionnée,
- Nombre limité de fournisseurs.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



Ces techniques, toujours en développement, sont largement utilisées pour la recherche mais encore peu utilisées dans le contexte des sites pollués. Plusieurs projets ont démontré les capacités et le type de résultats obtenus avec les différents outils.

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

Les EPE doivent être commandés à des fournisseurs spécifiques en tenant compte de leur délai d'approvisionnement. La phase de déploiement sur site est rapide : il faut compter moins de 30 minutes pour la préparation, la pose mais aussi le retrait de l'EPE. Selon l'outil et les objectifs visés, le temps d'exposition est compris entre 7 et 21 jours. L'ensemble des

phases réceptrices est ensuite envoyé aux laboratoires usuels pour analyse avec un résultat obtenu généralement sous une à deux semaines. Il est important de noter que pour certains outils, la disponibilité peut être limitée, il est donc conseillé d'anticiper les demandes auprès des fournisseurs.

PHASE

INVESTIGATIONS

ANALYSE ET TRAITEMENT

Délai associé

⌚ ⌚ ⌚ > ⌚ ⌚ ⌚

⌚ ⌚ ⌚ > ⌚ ⌚ ⌚

⌚ : jour / ⌚⌚ : semaine / ⌚⌚⌚ : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts de l'échantillonnage sont variables selon l'outil. Il faut prévoir entre 20 et 350 € pour l'achat d'un EPE et moins de 30 € pour l'achat du matériel de fixation (souvent une corde et un lest suffisent). Le coût d'une analyse et du traitement

des résultats en laboratoire est du même ordre de grandeur que pour l'analyse de prélèvements classiques d'eau et varie de 10 € à 500 € par échantillon selon l'outil et les familles de polluants recherchés.

PHASE

INVESTIGATIONS

TRAITEMENT

Coût associé

€€€ > €€€€

€€€ > €€€€

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] Guide BRGM - Applicabilité des échantillonneurs passifs pour la surveillance d'une eau souterraine - essais sur site - 2010

[2] Rapport Aquaref - Applicabilité des échantillonneurs passifs dans le cadre de la DCE - 2011

[3] Rapport ADEME - Mode Opérateur pour l'utilisation d'échantillonneurs passifs - Projet ATTENA - Phase 2 - 2013

[4] Rapport ADEME - Mesure de la qualité des eaux souterraines à l'aide d'échantillonneurs passifs dans le contexte des sites pollués - Projet PassCityChlor - 2014

[5] Rapport ADEME - Synthèse bibliographique relative aux capteurs passifs utilisés pour la mesure de la qualité des eaux souterraines - Projet Metrocap - 2011



LES ÉCHANTILLONNEURS INTÉGRATIFS PASSIFS

OUTILS POUR LA CARACTÉRISATION DES EAUX SOUTERRAINES ET DES EAUX DE SURFACE

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

Les échantillonneurs passifs sont des dispositifs d'échantillonnage servant, entre autres, à la caractérisation hydrodynamique ou chimique des eaux souterraines à une **profondeur donnée dans un piézomètre** (voir fiches HRSC-1 et HRSC-2). Pour la caractérisation chimique, ils permettent de **prélever les polluants sans source d'énergie extérieure et sans purge de l'ouvrage** et permettent aussi d'abaisser les coûts liés au traitement de l'eau de purge. Les prélèvements conventionnels donnent une concentration moyenne sur toute la colonne d'eau, en réalisant un prélèvement d'eau à l'aide d'une pompe après la purge de l'ouvrage, ce qui engendre des déplacements d'eau, une turbidité et peut perturber les conditions du milieu lors du prélèvement. Les **échantillonneurs passifs permettent, au contraire, un échantillonnage sans perturber le milieu** et donc d'obtenir des **concentrations plus représentatives des conditions du milieu à une profondeur donnée**.

Il existe trois catégories d'échantillonneurs passifs, à sélectionner selon l'objectif de l'étude, qui reposent sur différents principes de fonctionnement et qui fournissent différentes informations :

- **les échantillonneurs passifs instantanés (EPI)** qui permettent, à travers un échantillon d'eau instantané et sans purge, de déterminer la concentration en polluants à un instant donné et à une profondeur donnée (ponctuel).
- **les échantillonneurs passifs à l'équilibre (EPE)** qui sont basés sur la diffusion des polluants d'intérêt du milieu étudié vers le milieu d'échantillonnage durant sa période d'exposition. Ces échantillonneurs passifs permettent de déterminer la concentration en polluants représentative du

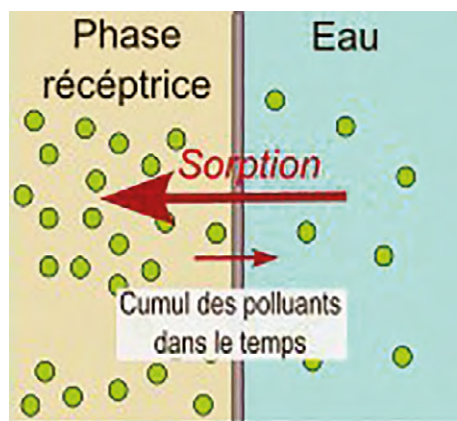
milieu à la fin de la phase d'exposition **sans prélèvement d'eau** (mesure ponctuelle, voir PASSIF-1),

- **les échantillonneurs intégratifs passifs (EIP)** qui sont basés sur la diffusion et la sorption des polluants d'intérêt sur/dans l'échantillonneur durant sa période d'exposition. Ils permettent de déterminer la concentration moyenne en polluants pendant leur durée d'exposition **sans prélèvement d'eau**.

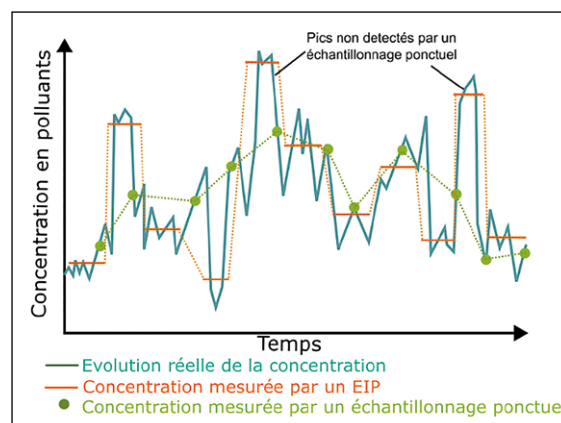
Cette fiche se concentre sur le cas des échantillonneurs intégratifs passifs (EIP).

La technique des EIP repose sur l'utilisation de cartouches contenant une **phase réceptrice** permettant l'adsorption des contaminants. Cette phase réceptrice est séparée du milieu à échantillonner par une « barrière » qui limite le prélèvement à certaines familles de contaminants. Une fois la cartouche immergée, les polluants présents dans l'eau diffusent à travers cette « barrière » et viennent s'adsorber sur la phase réceptrice. Celle-ci fonctionne comme un puits en **adsorbant le composé ciblé de manière continue au cours de la période d'exposition**. En cumulant ainsi les polluants sur toute la durée d'exposition, les EIP concentrent **les polluants présents en trace dans le milieu ce qui peut favoriser la détection et la quantification des pollutions faiblement concentrées**.

Les EIP permettent l'obtention d'une **concentration en polluants moyennée sur la durée d'exposition, permettant ainsi une appréciation plus représentative des flux de polluants** durant la période de surveillance.



Principe de fonctionnement des EIP



Différence entre un échantillonnage ponctuel et intégratif passif (EIP).

LES ÉCHANTILLONNEURS INTÉGRATIFS PASSIFS

CONTEXTE D'UTILISATION

Les EIP permettent d'échantillonner les polluants dans les **eaux de surface et souterraines** afin de déterminer une **concentration moyenne** en polluants pendant la période d'exposition.

Les EIP sont adaptés pour la détermination du flux massique de polluants, la distribution verticale de la pollution dans les eaux souterraines ou encore la surveillance de l'évolution d'un panache dans les eaux souterraines. Ils peuvent également être mis en place hors panache, en tant que **point sentinelle ou d'alerte**.

Comme pour l'ensemble des échantillonneurs passifs, les EIP sont conçus pour **cibler spécifiquement une famille de polluants**; ils sont donc adaptés au suivi et à la surveillance des **sites ayant déjà fait l'objet d'une première caractérisation** et où la nature et les concentrations des

polluants présents sont connues pour estimer la durée d'exposition.

Déterminer la répartition verticale ou à une profondeur donnée d'une pollution dans un cours d'eau ou une nappe n'est possible qu'après avoir eu recours à une mesure des flux d'eau ou une diagraphie pour positionner correctement les EIP.

À quelle étape ?

Les EIP peuvent être utilisés lors du **diagnostic avancé, de la dépollution** des milieux **et/ou de la surveillance**, en remplacement ou en complément des méthodes de prélèvement classiques afin de rechercher et mesurer spécifiquement les concentrations moyennes de certaines familles de polluants.

POLLUANTS CONCERNÉS

Plusieurs types de polluants peuvent être recherchés selon l'EIP choisi : ETM (As, Hg, Ag, Al, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Zn), composés organiques polaires et apolaires (COV, COSV polaires, pharmaceutiques, phytosanitaires, composés perfluorés, HAP, dioxines). Les échantillonneurs passifs

ne peuvent pas être utilisés pour détecter des phases de flottant ou de plongeant. Il est possible **d'utiliser plusieurs types d'échantillonneurs** intégratifs passifs pour suivre simultanément plusieurs familles de polluants mais ils doivent être positionnés à différentes profondeurs.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel nécessaire se compose des **EIP (phase réceptrice)** et des **supports de fixation et de déploiement** pour maintenir l'EIP dans la colonne d'eau (boîtiers et plaques à trou, cage en acier inoxydable, piquets, cagettes à trous, lests, flotteurs, cordes). Pour les plus courants, l'EIP arrive prêt à l'emploi, seule une corde est à prévoir pour l'attacher. Il est préférable de privilégier des systèmes de déploiement et de fixation non métalliques pour la mesure des ETM et métalliques pour la mesure des composés organiques.

L'ensemble du matériel doit être propre pour éviter la contamination des EIP.



Exemple d'EIP de type A) POCIS, B) Chemcatcher®, C) DGT et D) SMPD avec leurs boîtiers et supports de fixation pour les ESU (voir tableau ci-dessous).

MÉTHODOLOGIE

Étude préalable

Le **choix de l'EIP** est à considérer avec attention et dépend :

- Des caractéristiques des ouvrages (diamètre du piézomètre),
- Des familles de **polluants ciblés**,
- De la **durée d'exposition** nécessaire à l'EIP pour que l'équilibre avec le milieu soit atteint,
- De la **disponibilité de données de calibration spécifiques** au couple polluant/EIP utilisé pour déterminer les temps d'équilibre.

Mise en œuvre

Une connaissance *a priori* des niveaux de concentrations est requise pour connaître le temps d'exposition à appliquer afin de ne pas saturer l'adsorbant. Des **analyses classiques** peuvent ainsi être nécessaires sur le terrain.

Les EIP doivent être transportés dans leur conditionnement d'origine ou des contenants hermétiques dans une enceinte réfrigérée. Ils sont descendus aux profondeurs d'exposition définies et laissés pendant un **temps d'exposition adapté**.

La profondeur choisie doit être suffisante pour que le dispositif **reste immergé** lors de son exposition. En rivière, le support est généralement maintenu à partir de la berge ou d'un ponton, ou posé sur le sol dans un conteneur en plastique troué.

Les **durées d'exposition peuvent varier de quelques jours à 6 mois** selon l'outil et les concentrations dans le milieu. Une mesure des **paramètres physico-chimiques** du milieu (pH, température, conductivité, turbidité, oxygène dissous) peut s'avérer nécessaire au moment du déploiement et du retrait de l'EIP pour le calcul de la concentration moyenne en polluants sur la période d'exposition.



OUTILS	DESCRIPTION MILIEU (ESO : eaux souterraines. ESU : eaux de surface)	DURÉE D'EXPOSITION (selon les concentrations et les contextes)	POLLUANTS SELON LA VERSION	PRIX (Les EPE sont consommables, les supports incluent le boîtier et les fixations et sont réutilisables)
POCIS (Polar Organic Chemical Integrative Samplers)	Disque (Øint 50 ou 90 mm) de membranes microporeuses entre lesquelles se trouve une poudre absorbante + un support (anneau ou inox) - ESU, ESO	10-30 j	Organiques polaires : COV, COSV polaires, pharmaceutiques, phytosanitaires, composés perfluorés.	EIP : 33-50 € Supports réutilisables : 50-300 €
Chemcatcher®	Boîtier en PTFE (62 mm x 16 mm) contenant un disque de phase réceptrice entourée d'un polymère poreux et d'une membrane de diffusion. - ESU	7-30 j	Herbicides, HAP, PCB, pharmaceutiques, PFOS, PFOA, Cd, Cu, Ni, Pb et Zn.	EIP : 27-215 € Supports réutilisables : 50-900 €
SPMD (Semi-permeable membrane device)	Bande de polyéthylène basse densité (91,4 cm x 2,5 cm x 50 µm) remplie de trioléine et fermée par des extrémités hydrophobes. - ESU, ESO	10-30 j	Organiques hydrophobes : HAP, PCB, pesticides, dioxines, COSV, COV	EIP : 30-50 € Supports réutilisables : 250 €
DGT (Diffusive Gradient in Thin films)	Boîtier en PTFE (4,0 cm x 2,5 cm x 2,0 cm) contenant un disque de résine réceptrice associée à un gel diffusif et une membrane filtrante. - ESU	Qq. jours à 20 j	ETM : As, Hg, Ag, Al, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Zn.	EIP : 15-20 € Supports réutilisables : 20 €
Membrane silicone (SR)	Languette de silicone hydrophobe de taille variable. - ESU, ESO	14 j	Organiques apolaires : HAP, PCB, pesticides hydrophobes.	EIP : 20-40 € Supports réutilisables : 250 €
Sorbicells	Cartouches de polypropylène (75 mm x 11 mm) remplies d'une résine absorbante et de sel traceur, placées sur un tuyau. - ESU, ESO	7 j à 6 mois	Nitrates, phosphates, pesticides, COV, COV chlorés, ETM, BTEX.	EIP : 50 € Supports réutilisables : 220 €
Dosimètres en céramique	Tube de céramique (5 cm x 1 cm) rempli avec un matériau absorbant solide, fermé par des capsules en PTFE. - ESO, ESU	14 j à 1 an (selon concentrations et objectifs)	HAP, BTEX, COHV, alkylnaphtalènes	EIP : 60 € avec analyse
Échantillonneurs AGI (anciennement Gore Sorber Module)	Matériaux adsorbants remplissant un tube plat en Gore-Tex. - ESO, ESU	10 min à 14 j	BTEX, MTBE, HAP, COV, COSV	200 à 300 € comprenant la fourniture de l'EIP et l'analyse, en fonction des composés
iFlux® sampler	2 cartouches (flux d'eau et flux de polluants) (15 cm) de diamètre adapté à l'ouvrage et remplies d'un adsorbant spécifique aux molécules ciblées. - ESO	7 j à 3 mois	VOC, HAP, COHV, HCT, MTBE, Chlorobenzènes, PCB, dioxane, PFAS, Hg, As, Cd, Zn, Cr, Pb, Nitrates, sulfates.	Prestation intégrant l'EIP, les supports, l'analyse et l'interprétation des résultats (500 €)

Caractéristiques des EIP disponibles sur le marché.

La **connaissance des flux verticaux** naturels ou des différences de charges (horizons plus ou moins productifs) dans les ouvrages est également nécessaire pour évaluer la représentativité des concentrations mesurées. Ils peuvent être mesurés à l'aide d'un flowmètre.

Les EIP sont récupérés à la fin de la période d'exposition, rincés avec l'eau du site, stockés dans un emballage propre individuel et hermétique puis **transportés dans une enceinte réfrigérée** jusqu'au laboratoire.

Analyse des résultats

Le transfert du polluant depuis l'eau vers la phase réceptrice de l'EIP est **linéairement proportionnel** à la **différence d'activité chimique** du composé entre l'eau et la phase réceptrice. La masse de polluants adsorbée (m_p) sur la phase réceptrice à la fin de la période d'exposition permet de **déterminer la concentration moyenne en polluants** (C_{moy}) du milieu **durant la période d'immersion** (t) :

$$C_{moy} = \frac{m_p}{R_e * t}$$

R_e est une **valeur de référence** correspondant au taux d'échantillonnage (volume d'eau épuré par l'EIP par unité de temps) fournie par le constructeur ou déterminée **en laboratoire le couple EIP/ polluant**.

La phase réceptrice est éluée pour en extraire les polluants. L'éluat est ensuite analysé par techniques classiques d'analyse des eaux par le laboratoire d'analyses.

Points de vigilance :

- Une connaissance de l'hydrogéologie locale et des ouvrages est nécessaire pour positionner correctement les EIP. Pour les ESO, les outils doivent être positionnés devant les zones crépinées.
- Les conditions du milieu (flux, température, salinité, biofilms) peuvent influencer l'accumulation des polluants dans l'EIP. Dans une rivière, l'envasement de l'EIP et la formation de biofilms peuvent altérer la performance des outils.
- Dans certains cas particuliers, les données de calibration ne sont pas toujours disponibles pour les durées de déploiement requises.



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Polluants

- Différentes techniques applicables selon les polluants,
- Détection de substances présentes en trace,
- Appréciation plus représentative des flux de polluants,

Mise en œuvre

- Facilité de déploiement et de récupération,
- Peu coûteux,
- Pas de limite de profondeur,
- Contaminations croisées évitées,

Résultats d'interprétation

- Mesure intégrative : meilleure représentativité temporelle de la pollution,
- Répétabilité des résultats améliorée,
- Possibilité d'obtenir des profils de concentrations.

INCONVÉNIENTS

Échantillonnage

- Nécessite deux déplacements sur le terrain (pose et reprise),
- Temps de déploiement parfois long,

Polluants

- Pas de technique applicable pour tous les types de polluants,

Résultats d'interprétation

- Influence des conditions du milieu sur l'accumulation des polluants (flux, température, biofilm) ;
- Nécessité de disposer des données de calibration spécifiques à chaque couple polluant/EIP et des flux d'eau,
- Nécessité de réaliser des répliquats d'échantillonnage et d'analyse,
- Nombre limité de fournisseurs.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



Ces techniques, toujours en développement, sont largement utilisées pour la recherche mais encore peu utilisées dans le contexte des sites pollués. Plusieurs projets ont démontré les capacités et le type de résultats obtenus avec les différents outils.

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

Les EIP doivent être commandés à des fournisseurs spécifiques en tenant compte de leur délai d'approvisionnement.

La phase de déploiement est rapide. Il faut compter moins de 30 minutes pour la préparation, la pose et le retrait de l'EIP. La durée d'immersion est importante (de quelques jours

à 6 mois). L'ensemble des adsorbants est ensuite envoyé au laboratoire pour analyse avec un résultat obtenu sous une à deux semaines (parfois un mois si l'interprétation est comprise). La durée de la phase d'interprétation dépend de la méthode mais ne dure que quelques jours.

PHASE

INVESTIGATIONS

ANALYSE ET TRAITEMENT

Délai associé

⌘ ⌘ ⌘ > ⌘ ⌘ ⌘

⌘ ⌘ ⌘ > ⌘ ⌘ ⌘

⌘ : jour / ⌘⌘ : semaine / ⌘⌘⌘ : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts de l'échantillonnage sont variables selon l'outil. Il faut compter entre 20 et 50 € pour l'achat de l'EIP et jusqu'à 300 € pour l'achat du matériel de fixation réutilisable. Le coût d'achat comprend souvent l'EIP et l'analyse. Le coût d'une

analyse et du traitement des résultats en laboratoire est du même ordre de grandeur que pour l'analyse de prélèvements classiques d'eau et varie de 10 € à 500 € selon l'outil et les familles de polluants ciblés.

PHASE

INVESTIGATIONS

TRAITEMENT

Coût associé

€€€ > €€€

€€€ > €€€

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] [Rapport AQUAREF- Surveillance prospective – évaluation de la pertinence des échantillonneurs intégratifs passifs \(EIP\) pour la surveillance réglementaire des milieux aquatiques – 2020.](#)

[2] [Rapport ADEME - Mode Opérateur pour l'utilisation d'échantillonneurs passifs - Projet ATTENA – Phase 2 - 2013](#)

[3] [Espace documentaire internet sur les échantillonneurs intégratifs passifs - Aquaref](#)

[4] [Rapports ADEME – Projet PassCityChlor 2014 et Projet Metrocap 2011](#)



ÉCHANTILLONNEURS PASSIFS INSTANTANÉS

OUTILS POUR LA CARACTÉRISATION DES EAUX SOUTERRAINES

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

Les échantillonneurs passifs sont des dispositifs d'échantillonnage servant à la caractérisation hydrodynamique ou chimique des eaux souterraines **à une profondeur donnée dans un piézomètre** (voir fiches HRSC-1 et HRSC-2). Pour la caractérisation chimique, ils permettent de **prélever les polluants sans source d'énergie extérieure et sans purge de l'ouvrage** et permettent donc d'abaisser les coûts de prélèvement en s'affranchissant du coût de traitement de l'eau de purge. Les prélèvements conventionnels donnent une concentration moyenne sur toute la colonne d'eau, en réalisant un prélèvement d'eau à l'aide d'une pompe après la purge de l'ouvrage, ce qui engendre des déplacements d'eau, une turbidité et peut perturber les conditions du milieu lors du prélèvement. Les **échantillonneurs passifs permettent, au contraire, un échantillonnage sans perturber le milieu** et donc d'obtenir des **concentrations plus représentatives des conditions du milieu à une profondeur donnée**.

Il existe trois catégories d'échantillonneurs passifs, à sélectionner selon l'objectif de l'étude, qui reposent sur différents principes de fonctionnement et qui fournissent différentes informations :

- **les échantillonneurs passifs instantanés (EPI)** qui permettent, à travers un échantillon d'eau instantané et sans purge, de déterminer la concentration en polluants à un instant donné et à une profondeur donnée (résultat ponctuel).
- **les échantillonneurs passifs à l'équilibre (EPE)** qui sont basés sur la diffusion des polluants d'intérêt du milieu étudié vers le milieu d'échantillonnage durant sa période d'exposition. Ces échantillonneurs passifs permettent de déterminer la concentration en polluants représentative du milieu à la fin de la phase d'exposition **sans prélèvement d'eau**.

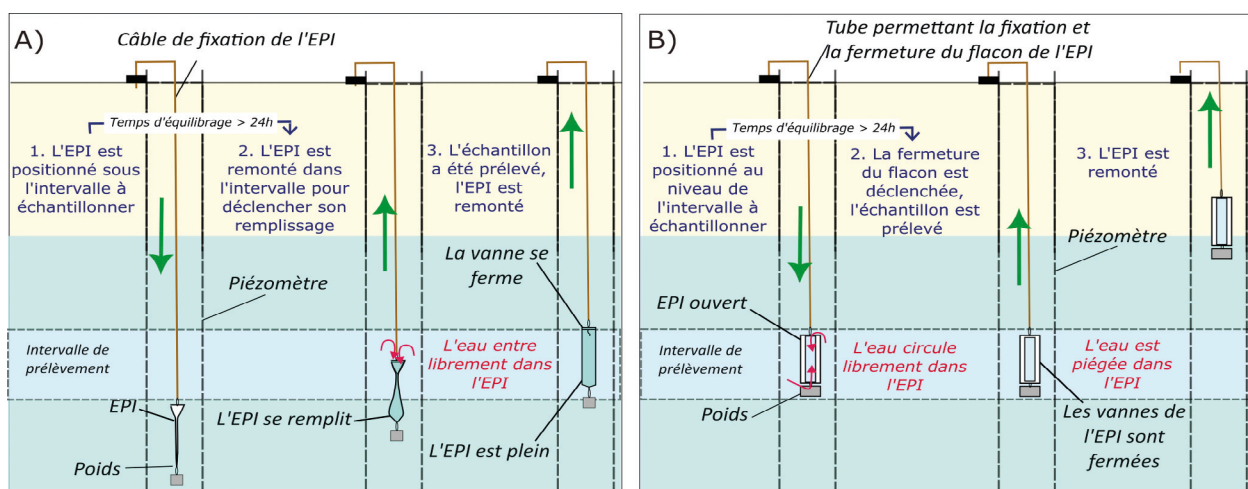
● **les échantillonneurs intégratifs passifs (EIP)** qui sont basés sur la diffusion et la sorption des polluants d'intérêt sur/dans l'échantillonneur durant sa période d'exposition. Ils permettent de déterminer la concentration moyenne en polluants pendant leur durée d'exposition **sans prélèvement d'eau**.

Cette fiche se concentre sur le cas des échantillonneurs passifs instantanés (EPI).

Les EPI se composent d'un contenant conçu pour être déployé dans un piézomètre **à une profondeur donnée** et dont le remplissage est **instantanément** déclenché depuis la surface.

L'agitation lors de l'installation de l'EPI peut entraîner une turbidité du milieu. Les EPI doivent donc être **laissés en place dans le piézomètre pendant au moins 24h** pour permettre aux conditions hydrodynamiques du milieu de revenir à un état d'équilibre. Ce **temps d'équilibrage** permet de prélever des **échantillons d'eau représentatifs des conditions du milieu**, sans turbidité. Une fois cette période d'équilibrage atteinte, **l'ouverture de l'EPI peut être déclenchée**, permettant l'échantillonnage **d'un volume précis d'eau sans mouvement ni perturbation du milieu**. Le transfert de l'eau se fait en quelques secondes, de manière libre depuis l'environnement vers le système de collecte de l'échantillonneur.

Les EPI peuvent donner plusieurs types d'informations selon leur contexte d'application : connaître la concentration ponctuelle d'un ou plusieurs polluants ou déterminer les paramètres physico-chimiques du milieu dans le piézomètre au moment et à la profondeur de la prise d'échantillon, ou dresser des profils verticaux de concentration (si plusieurs EPI sont déployés simultanément à différentes profondeurs).



Principe de fonctionnement des EPI de type A) HydraSleeve® et B) Snap sampler

ÉCHANTILLONNEURS PASSIFS INSTANTANÉS

CONTEXTE D'UTILISATION

Contrairement aux autres échantillonneurs passifs, les EPI ne sont pas conçus pour cibler spécifiquement une famille de substances, mais pour prélever un échantillon d'eau brute. Les EPI sont donc adaptés pour **l'échantillonnage ponctuel des eaux souterraines** dans le but de déterminer la **concentration des substances en présence** ou les **propriétés physico-chimiques** (pH, potentiel d'oxydo-réduction, température, teneur en oxygène ou en carbone organique dissout, conductivité, teneurs en nutriments, cations et anions majeurs, etc.) du milieu **à un instant et à une profondeur donnée**.

Les EPI peuvent être utilisés dans la plupart des piézomètres dont le diamètre est supérieur ou égal à 4 cm (5 cm pour certains modèles) quelle que soit la profondeur ciblée. Contrairement aux méthodes classiques de prélèvement, certains EPI sont conçus pour pouvoir être utilisés **dans des piézomètres à faible rendement**, ou ayant de **faibles hauteurs de colonnes d'eau** ou

de courtes crépines. Ainsi, il existe une large gamme de taille d'EPI (de 76 à 100 cm de long) permettant de prélever différents volumes d'eau (de 40 à 4000 mL) et s'adaptant à différentes hauteurs de colonnes d'eau.

L'utilisation de ces dispositifs est déconseillée en présence d'hydrocarbures **flottants (LNAPL)** en raison du risque d'échantillonner une émulsion eau/LNAPL, ce qui rendrait le résultat difficile à interpréter.

À quelle étape ?

Les EPI peuvent être utilisés en remplacement ou en complément des méthodes de prélèvements classiques lors du **diagnostic avancé**, la **surveillance à court ou à long terme** et/ou **lors de la dépollution** afin de rechercher ou suivre ponctuellement la concentration des substances ou polluants présents ou l'évolution des paramètres physico-chimiques du milieu.

POLLUANTS CONCERNÉS

Les EPI peuvent être utilisés pour le suivi **de tous les types de substances en phase dissoute** puisqu'ils permettent de prélever un échantillon d'eau total (ex : COV, COHV, COSV, BTEX, PCB, métaux, pesticides, éléments en traces métalliques, résidus d'explosifs (ex. : perchlorates), anions et cations majeurs, sulfures, nutriments, gaz, et carbone organique

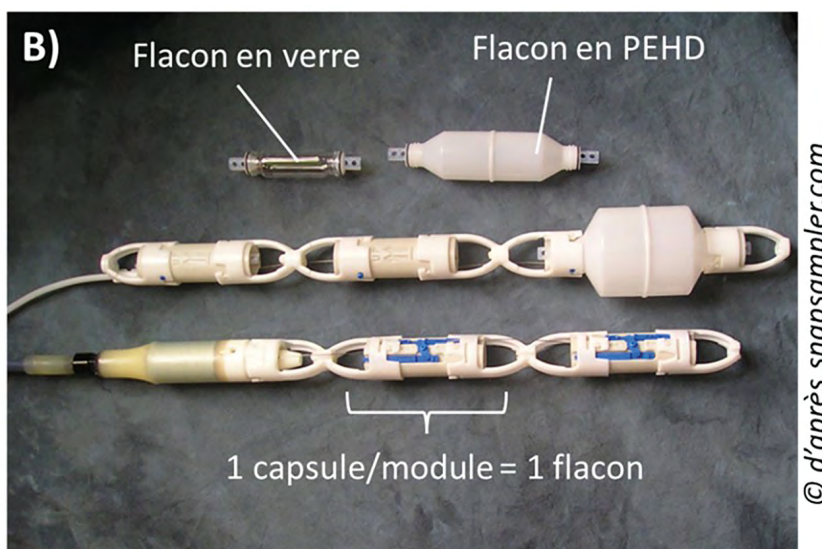
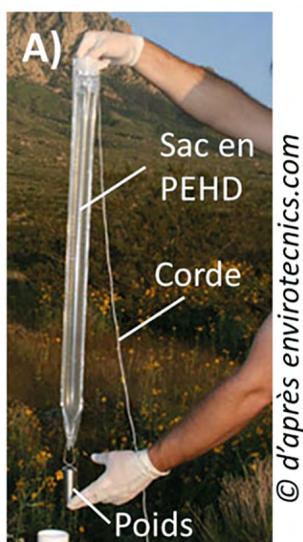
dissous [1, 2]). Il est cependant déconseillé d'utiliser les EPI pour l'échantillonnage en vu de la recherche de microplastiques en raison du risque de contamination croisée avec le polyéthylène haute densité (PEHD) ou basse densité (PEBD) qui composent les EPI et leur corde parfois en plastique.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel nécessaire se compose de l'EPI qui inclut :

- le récipient (sac ou bouteille) servant à collecter l'échantillon,
- les supports de fixation (corde et poids) permettant le maintien dans la colonne d'eau de l'EPI à la profondeur souhaitée,
- le système permettant l'ouverture/fermeture à distance du récipient permettant l'échantillonnage instantané de l'eau.

Pour les EPI de type « snap sampler », le dispositif est entièrement réutilisable. Pour les EPI de type HydraSleeve®, le récipient et le tube de déversement servant à transvaser l'échantillon dans un flacon sont à usage unique et seul le système de fixation est réutilisable.



Exemple d'EPI de type A) HydraSleeve® et B) « Snap sampler ».

MÉTHODOLOGIE

Étude préalable

Si l'objectif est de déterminer les propriétés physico-chimiques ou les concentrations en polluants du milieu à une ou plusieurs profondeurs données, la **connaissance en amont de l'utilisation de l'EPI de l'existence de flux verticaux** naturels ou des différences de charge (horizons plus ou moins productifs) dans les ouvrages est indispensable pour évaluer la représentativité des concentrations mesurées aux profondeurs ciblées. Ces flux peuvent être mesurés à l'aide d'un

flowmètre. Le positionnement des EPI doit tenir compte des caractéristiques des substances et des objectifs ciblés.

Il existe plusieurs types et différentes tailles d'EPI (plusieurs contenances). Le **choix de l'EPI** est dépendant :

- des caractéristiques des ouvrages : diamètre du piézomètre, longueur de la zone crépinée, hauteur d'eau,
- du volume d'eau à échantillonner pour la réalisation des analyses ciblées,
- de la profondeur du prélèvement à réaliser.

OUTILS	DESCRIPTION	VOLUME PRÉLEVÉ	PARAMÈTRES CIBLÉS	AVANTAGES	LIMITES	PRIX
Préleveurs « snap samplers »	L'EPI se compose d'une ou plusieurs capsules de taille variable renfermant chacune une bouteille en verre ou en PEHD. L'EPI est suspendu par un tube de polyéthylène dans lequel se trouve un câble relié au système permettant de déclencher la fermeture des bouteilles.	40, 125, 250 ou 350 mL.	Paramètres physico-chimiques : pH, oxygène dissout, température, anions, cations majeurs, etc. Tous les polluants sauf les microplastiques (risque de contamination croisée avec les capsules).	Ne nécessite pas de transfert d'échantillon (les bouteilles de l'EPI sont directement envoyées au laboratoire). Prélève dans des piézomètres à faible rendement ou faible hauteur d'eau. Supports réutilisables. Jusqu'à 6 modules peuvent être connectés à la suite et déployés simultanément.	Mise en place dans des piézomètres de diamètre > 5 cm (voir 10 cm pour un volume de 350 mL).	EPI + support de fixation (Réutilisable) : de 150 à 200 €.
Hydrasleeve®	Sac en PEBD ou PEHD de diamètre et de longueur variables comportant une soupape à lames auto-obturantes à l'extrémité supérieure. L'EPI est maintenu dans la colonne d'eau par une corde et des poids en acier inoxydable. La pression hydrostatique maintient le dispositif fermé jusqu'à ce qu'il soit tiré vers le haut lors de sa récupération. L'échantillon est alors prélevé instantanément.	De 80 mL à 4000 mL.	Suivi des caractéristiques physico-chimiques. Tous les polluants sauf les polluants volatils et les microplastiques (risque de contamination croisée avec les sacs).	EPI jetable : pas de décontamination / nettoyage nécessaire. Permet d'échantillonner de grands volumes d'eau. Plusieurs HydraSleeve peuvent être suspendus au même câble et déployés simultanément.	Mise en place dans des piézomètres d'au moins 1,5 à 4 cm de diamètre selon le volume choisi. Ne permet pas de prélever le fond du piézomètre en cas de très faible hauteur d'eau. EPI non réutilisable. Exposition à l'air ambiant de l'échantillon (ne convient pas aux polluants volatils).	EPI (jetable) : 20 à 50 € Support de fixation réutilisable : 20 à 40 €.

PEHD : polyéthylène haute densité. PEBD : Polyéthylène basse densité.

Caractéristiques des principaux EPI disponibles sur le marché.

Mise en œuvre

La profondeur choisie doit être suffisante pour que le dispositif **soit immergé**. Comme indiqué précédemment, les EPI doivent être déployés dans le milieu, puis laissés en place pendant un **temps d'équilibrage d'au moins 24 h** pour permettre aux conditions du milieu de revenir à leur état d'équilibre avant de déclencher le prélèvement.

HydraSleeve® : l'EPI est descendu dans la colonne d'eau lentement et progressivement pour limiter les perturbations du milieu jusqu'à ce que la partie supérieure de l'EPI arrive en dessous de l'intervalle à prélever. Au moment voulu, le câble de l'HydraSleeve est alors tiré rapidement vers le haut à travers la zone à échantillonner pour déclencher le prélèvement. Lorsque le sac de l'EPI est plein, sa valve se ferme automatiquement, scellant l'échantillon et empêchant l'entrée d'eau des zones sus-jacentes lors de la remontée de l'outil. Avant d'être **transporté dans une enceinte réfrigérée** jusqu'au laboratoire pour analyse, l'échantillon prélevé doit être percé, parfois filtré (ex : analyse des ETM) et transvasé dans un flacon à l'aide du tube de

déchargement jetable fourni avec l'EPI (risque de perdre des polluants volatils lors du transfert).

Snap sampler : l'EPI doit être positionné au niveau de l'intervalle à échantillonner. Au moment souhaité, le système de déclenchement est activé pour libérer le mécanisme de fermeture du flacon, scellant l'échantillon d'eau *in situ*. Le dispositif d'échantillonnage peut alors être retiré du piézomètre. L'échantillon prélevé peut être directement **transporté dans le récipient de l'EPI** (pas d'exposition de l'échantillon à l'air ambiant) **dans une enceinte réfrigérée** jusqu'au laboratoire.

Plusieurs EPI de même ou de différentes contenances peuvent être déployés sur la même corde de déploiement les uns à la suite des autres pour prélever simultanément à différentes profondeurs.

Analyse des résultats

L'analyse est gérée de la même façon qu'un échantillon d'eau classique (ICP-ME, AES, AA, ICP/MS, LC/MS ou GC/MS selon les polluants ciblés).

**Points de vigilance**

- Une bonne connaissance de l'hydrogéologie locale et des ouvrages est nécessaire pour positionner correctement les EPI :

les outils doivent être positionnés en conséquence pendant la phase d'équilibration avec le milieu.

AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE**AVANTAGES****Polluants**

- Permet l'échantillonnage et le suivi d'une grande variété de substances et polluants.

Mise en œuvre

- Facile à déployer et à récupérer,
- Certains EPI sont réutilisables et facile à nettoyer,
- Peuvent être déployés dans la plupart des piézomètres sans limites de profondeur,
- Pas d'équipement supplémentaire ni de source d'énergie nécessaire.

Résultats d'interprétation

- Réduit la variabilité de l'échantillonnage (pas de perturbation de la colonne d'eau lors de l'échantillonnage),
- Possibilité d'échantillonner des intervalles de profondeur distinctes et d'obtenir des profils verticaux des contaminants ou des propriétés physico-chimiques du milieu.

INCONVÉNIENTS**Polluants**

- Ne convient pas à l'échantillonnage des microplastiques,
- Les HydraSleeves® sont moins adaptés à l'échantillonnage des polluants volatils.

Mise en œuvre

- Nombre limité de fournisseurs,
- Certains EPI nécessitent des diamètres de piézomètre ≥ à 5 cm.

Échantillonnage

- Nécessite deux déplacements sur le terrain (pose et reprise),
- Ces outils ne peuvent pas être déployés si le volume de la colonne d'eau dans la zone visée est inférieure au volume de l'EPI et/ ou si la hauteur de l'EPI est supérieure à la discrétisation verticale recherchée.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

R&D aboutie, indicateurs développés, technique utilisée sur le terrain

Ces techniques sont matures et largement utilisées pour la recherche, mais encore peu utilisées dans le contexte des sites et sols pollués.

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase de déploiement est rapide. Il faut compter moins de 30 minutes pour la préparation, la pose et le retrait de l'EPI. Ces outils demandent une durée d'immersion d'au moins 24h. L'échantillon d'eau prélevé est envoyé au laboratoire pour analyse avec un résultat obtenu sous une à deux semaines. Comme pour l'analyse des échantillons d'eau classiques, la durée de la phase d'interprétation des résultats dépend de la méthode d'analyse retenue et des paramètres ciblés, mais ne dure généralement que quelques jours.

PHASE INVESTIGATIONS ANALYSE ET TRAITEMENT

Délai associé ⌚ > ⌚⌚ ⌚ > ⌚⌚⌚

⌚ : jour / ⌚⌚ : semaine / ⌚⌚⌚ : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts de l'échantillonnage sont variables selon l'outil. Il faut compter entre 40 et 200 € pour l'achat de l'EPI et du matériel de fixation. Le coût d'une analyse et du traitement des résultats en laboratoire est le même que pour les prélèvements classiques d'eau et varie de 10 € à 500 € selon la méthode d'analyse, les paramètres et les familles de polluants ciblés.

PHASE INVESTIGATIONS ANALYSE ET TRAITEMENT

Coût associé € > €€ € > €€

€ < 100 € / €€ < 1000 € / €€€ > 1000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Rapport ADEME - Mesure de la qualité des eaux souterraines à l'aide d'échantillonneurs passifs dans le contexte des sites pollués – Projet PassCityChlor – 2014
[2] Rapport ADEME - Synthèse bibliographique relative aux capteurs passifs utilisés pour la mesure de la qualité des eaux souterraines - Projet Metrocap - 2011



CARACTÉRISATION HYDRODYNAMIQUE HAUTE RÉOLUTION DE LA NAPPE

OUTILS POUR DES MESURES EN FORAGE

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

Du fait de l'hétérogénéité du sous-sol, **les flux d'eau peuvent être hétérogènes en sens et vitesses d'écoulement selon la profondeur et selon le temps** pour différentes raisons : épaisseur de la nappe de plusieurs mètres, niveaux plus ou moins perméables, cycle hautes eaux / basses eaux... Afin de connaître ces flux de manière précise selon la profondeur, il est nécessaire de **réaliser plusieurs mesures verticalement** : on parle de **caractérisation hydrodynamique haute résolution**.

La caractérisation dynamique haute résolution peut être obtenue :

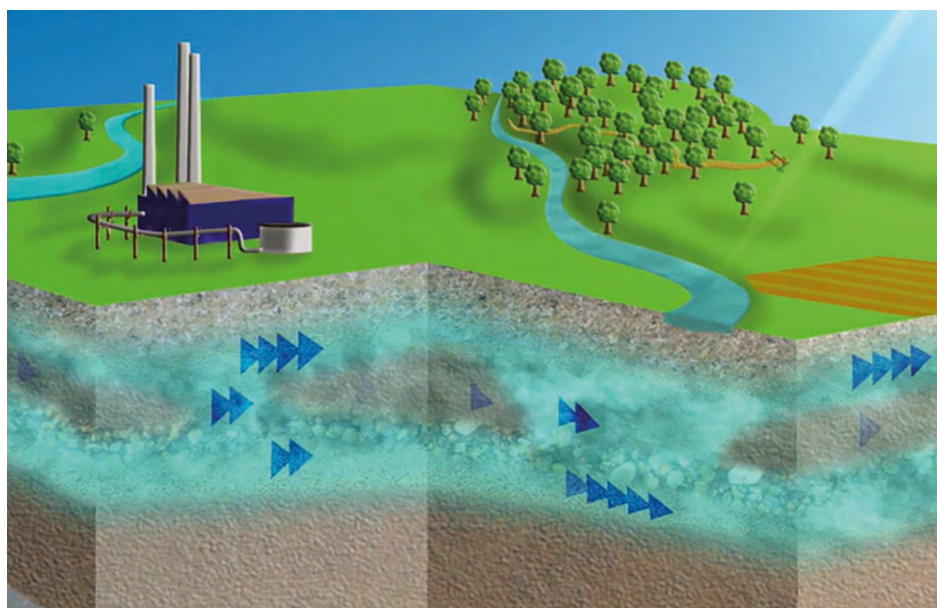
- par des essais de pompage dans des **ouvrages multiniveaux** (sélectif, en flûte de pan ou forages à plusieurs tubes) aux profondeurs correspondant aux profondeurs crépénées pour avoir accès à la perméabilité, transmissivité et emmagasinement de l'aquifère.
- par le déploiement de techniques de **direct push** qui permettent de réaliser des mesures de conductivité hydraulique directement dans le sol avec une discrétisation verticale importante. Ces techniques ont l'avantage de s'affranchir de la mise en place d'ouvrages permanents mais

ne sont pas applicables à toutes les lithologies comme des sols trop indurés. Elles peuvent être utiles pour définir le design d'ouvrages multiniveaux.

- par le déploiement à plusieurs profondeurs d'outils qui permettent d'exploiter les ouvrages existants disposant de crépines parfois longues. Ces outils peuvent être regroupés selon différentes techniques qui permettent :
 - la mesure de la **vitesse des écoulements horizontaux** sur une plage de profondeur donnée,
 - la détermination des **flux verticaux** dans l'ouvrage,
 - **l'identification des horizons les plus productifs**.

Cette fiche ne détaille que les outils qui permettent de tirer le meilleur parti des forages existants et peuvent mettre en évidence une hétérogénéité hydrodynamique verticale de la nappe.

La combinaison de ces outils avec des prélèvements multiniveaux pour mesurer la concentration en polluant (voir fiche caractérisation chimique haute résolution de la nappe) permet d'obtenir le **flux de polluant** et donc de mieux appréhender la gestion de pollutions potentielles ou avérées.



© BRGM, 2021

Hétérogénéité des flux d'eau liés à une hétérogénéité de la géologie de l'aquifère.

CARACTÉRISATION HYDRODYNAMIQUE HAUTE RÉOLUTION DE LA NAPPE

CONTEXTE D'UTILISATION

Dans quel contexte ?

Ces outils peuvent être utilisés dans des **ouvrages existants** et crépinés sur toute leur hauteur en zone saturée, **qui sont déjà présents sur site**. Ils sont utiles **lorsque la nappe présente des variations de vitesses selon la profondeur** ou lorsque la **coupe géologique des forages n'est pas de bonne qualité**. Leur utilisation pour déterminer les flux verticaux peut également être nécessaire pour cibler l'échantillonnage des eaux ou **au préalable de l'utilisation de certains échantillonneurs passifs** pour s'assurer qu'ils sont représentatifs de la couche aquifère adjacente.

Les limites de mesure obtenues dépendent des techniques. L'information fournie est quantitative ou qualitative.

À quelle étape ?

La caractérisation hydrodynamique est utile à chaque étape

de la gestion d'un site.

Les mesures multiniveaux sont utilisées lors du **diagnostic** afin d'évaluer de manière précise le contexte hydrogéologique et notamment la présence d'horizons plus ou moins **perméables**.

Lors de l'**interprétation de l'état des milieux (IEM)**, la connaissance précise des **vitesse d'écoulement** des eaux souterraines permet de mieux estimer le temps d'atteinte d'un enjeu par une pollution.

Lors du **plan de gestion ou du plan de conception des travaux**, la connaissance des **flux d'eau et des horizons productifs** des terrains traversés est souvent nécessaire pour sélectionner et dimensionner la méthode de dépollution du site et en optimiser la mise en œuvre.

Enfin, la connaissance de l'**hétérogénéité hydrodynamique** verticale permet de mieux concevoir le **réseau et le protocole de surveillance** des eaux souterraines.

POLLUANTS CONCERNÉS

Les outils sélectifs de mesure hydrodynamique ont un intérêt quels que soient les polluants présents.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel à déployer est fonction de l'outil retenu pour la réalisation des mesures.

Certains outils de mesure des flux horizontaux ou verticaux (vélocimètre et flowmètre) reposent sur la descente et la remontée de sondes. Pour certains, le poids nécessite la présence de deux opérateurs pour la manutention.

La mesure de flux par échantillonneur passif demande la

mise en place et le retrait différé de cartouches réalisées sur mesure selon les caractéristiques des ouvrages présents.

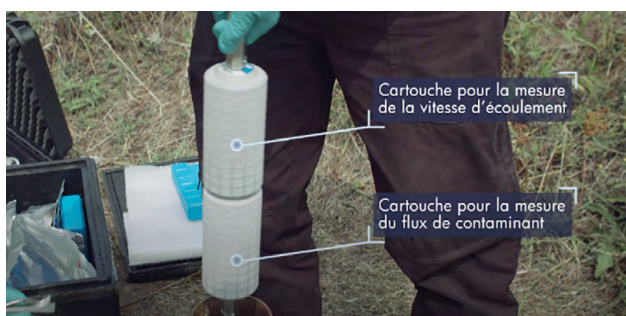
D'autres outils de mesure des flux horizontaux (DVT, mesure par dilution) ont recours à des traceurs. Ils demandent un système d'injection et un système de détection du traceur voire une caméra et peuvent être déployés entre obturateurs.



Mesure au vélocimètre



© Ineris



Cartouches iFLUX et installation dans le piézomètre



© Ineris



MÉTHODOLOGIE

Dans le but de réaliser une caractérisation hydrodynamique haute résolution représentative, le choix du matériel est à considérer avec attention. Il dépend :

- de l'objectif de la campagne dans le temps et dans l'espace : améliorer la connaissance hydrogéologique du site, préparer une caractérisation chimique multiniveaux, définir un

réseau de surveillance d'une pollution, ...

- des contraintes liées au site : diamètre des ouvrages existants, profondeur de la nappe, ...
- de l'hétérogénéité de l'aquifère et de la discrétisation verticale recherchée.

OBJECTIF	EXEMPLE D'OUTIL	PRINCIPE	CONTEXTE D'UTILISATION
Mesure des flux horizontaux	Vélocimètre (Colloidal borescope CB)	Mesure la vitesse et la direction d'écoulement des eaux souterraines grâce à une caméra permettant l'observation des particules naturellement présentes dans le forage. Un logiciel calcule leur taille moyenne, leur nombre, leur vitesse et leur direction.	Débit < 30 mm/s Diamètre du forage > 52 mm Profondeur de mesure < 1 000 m Temps de mesure : en direct, le temps de stabilisation peut durer jusqu'à 15 min Mesure en statique
	Echantillonneur passif (iFLUX)	Mesure la vitesse de Darcy d'écoulement des eaux souterraines pendant une période d'exposition grâce à l'analyse d'une cartouche dédiée contenant un mélange de 5 alcools traceurs . La quantité de traceur restante est mesurée en laboratoire après exposition. Cette méthode peut être couplée à des mesures de concentrations pour le calcul de flux massiques en polluants.	Débit : pas de limite Diamètre de forage : adaptable, construit sur mesure Profondeur de mesure : pas de limite Temps d'exposition : fonction des vitesses d'écoulement des eaux souterraines Mesure en statique Nécessite 2 déplacements sur le terrain
	Direct Velocity Tool (DVT)	Mesure la vitesse d'écoulement des eaux souterraines par la dilution d'un traceur injecté dans l'outil par les eaux souterraines le traversant. Cette méthode peut être couplée à des mesures de concentrations pour le calcul de flux massiques en polluants.	Flux de Darcy > 5 cm/j Diamètre de forage de 60 à 110 mm Profondeur de mesure < 40 m Temps de mesure : de 10 à 15 min Mesure en dynamique
	Mesure par dilution (Nagaré)	Mesure du flux de Darcy basé sur la méthode de dilution en puits unique avec une injection de traceur en continu.	Flux de Darcy > 5 cm/j Diamètre de forage > 50 mm (2') Profondeur de mesure < 150 m Temps de mesure de 2 à 48 heures Mesure en statique
Mesure des flux verticaux	Flowmètre (HPF)	Mesure les flux verticaux naturels et les horizons productifs en pompage à l'aide une sonde comportant une grille métallique horizontale chauffante et deux thermistors situés en-dessous et au-dessus de cette grille par des impulsions de courant électrique (charge).	Débit de 0,1 à 500 L/min Diamètre du forage > 52 mm (2') Profondeur de mesure : pas de limite Temps de mesure : environ 3 min par point Mesure en statique
Identification des horizons productifs			

Objectifs et contextes d'utilisation d'outils de caractérisation hydrodynamique haute résolution testés lors de l'étude ADEME HRSC.

Avant le déploiement, le matériel doit être préparé (et calibré pour le flowmètre pour obtenir un facteur correctif) et des mesures préliminaires sont réalisées : diamètre intérieur du forage, profondeur du forage, niveau statique, sens d'écoulement de la nappe (pour le DVT). L'outil est descendu dans le forage à la profondeur désirée. La mesure peut se faire en **statique** (mesure des mouvements d'eau ambiants) ou en **dynamique** (sous pompage ou injection d'eau en tête d'ouvrage) selon l'outil sélectionné. A la fin de la mesure, le dispositif peut être soit remonté soit descendu pour un second prélèvement.

Certains outils donnent directement le résultat de la mesure sur site et d'autres demandent une interprétation. Pour les échantillonneurs passifs, les cartouches récupérées sont envoyées à la société distributrice pour le calcul des valeurs de flux d'eau aux profondeurs d'exposition.

Points de vigilance :

- Pour l'ensemble des méthodes présentées, la position des crépines doit être connue et l'outil ne doit être positionné que devant des zones crépinées.
- Il est indispensable que le massif filtrant et les crépines soient en bon état car s'ils sont encrassés, les mesures sont biaisées. Un développement et un temps de repos sont fortement conseillés avant la mesure si l'ouvrage n'est pas suivi régulièrement.
- Il peut être nécessaire de déployer les outils dans plusieurs contextes hydrodynamiques (hautes eaux/basses eaux ...).



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Investigations

- Mesures de vitesses de Darcy et flux verticaux multiniveaux,
- Mesure directe de la direction d'écoulement sur le terrain pour certains outils,
- Large gamme de mesures de flux,
- Utilisable sur aquifères poreux ou fracturés.

INCONVÉNIENTS

Investigations

- Certains outils (échantillonneur passif) nécessitent deux déplacements sur le terrain (pose et repose) avec une indisponibilité du forage pour un suivi traditionnel pendant l'exposition,

Influence sur les résultats et incertitudes

- Nécessite de connaître un certain nombre de données pour réaliser la mesure,

Résultats d'interprétation

- Certaines interprétations des données peuvent être délicates et nécessiter du personnel qualifié et expérimenté,
- Variabilité naturelle importante qui peut demander de multiplier les mesures.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



Les techniques sont abouties mais encore peu utilisées sur le terrain. Un projet [3] a permis d'illustrer les capacités des différents outils et de montrer le type de résultats obtenus avec chacun de ces outils.

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase pour la préparation et le déploiement sur site est de l'ordre de la journée : il faut compter entre 2 et 6 heures pour 1 ouvrage sur 5 profondeurs. La technique d'échantillonnage passif nécessite de revenir sur site pour

recupérer les cartouches et une analyse par le fournisseur (quinzaine de jours). Certains outils donnent directement le résultat sur site et d'autres demandent une interprétation ultérieure.

PHASE

ACHAT DE MATÉRIEL

INVESTIGATIONS

TRAITEMENT

Délai associé

⌘ ⌘ ⌘ > ⌘ ⌘ ⌘

⌘ ⌘ ⌘ > ⌘ ⌘ ⌘

⌘ ⌘ ⌘ > ⌘ ⌘ ⌘

⌘: jour / ⌘⌘: semaine / ⌘⌘⌘: mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts de déploiement dépendent du matériel, du nombre d'opérateurs nécessaires (entre 1 et 2) et du temps de mesure.

Certains outils sont disponibles uniquement par des prestations de sous-traitance, d'autres peuvent être loués et/ou achetés.

PHASE

ACHAT DE MATÉRIEL

INVESTIGATIONS

TRAITEMENT

Coût associé

€€€ > €€€

€€€

€€€

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] *Rapport Prélèvements d'eau souterraine à différents niveaux - Recensement des méthodes et matériels disponibles* – INERIS – Février 2020
- [2] *Recueil des fiches des outils innovants pour la caractérisation haute résolution des sites pollués : Flux et concentrations* - ADEME, BRGM, GINGER-BURGEAP, INERIS, INNOVASOL/POCIBLE – Janvier 2021
- [3] *Rapport ADEME HRSC - Tests d'outils innovants pour la caractérisation des sites pollués - Caractérisation haute résolution des flux et des concentrations en polluants dans les eaux souterraines* – Novembre 2023
- [4] *Caractérisation haute résolution des sites pollués - Vidéo chaîne YouTube BrgmTV* - 2020
- [5] *E.ESSOUAYED et al. - An innovative tool for groundwater velocity measurement compared with other tools in laboratory and field tests* – décembre 2018
- [6] *Rapport Ineris / ADEME - Mesure de la qualité des eaux souterraines à l'aide d'échantillonneurs passifs dans le contexte des sites pollués. Guide de bonnes pratiques* - 2014



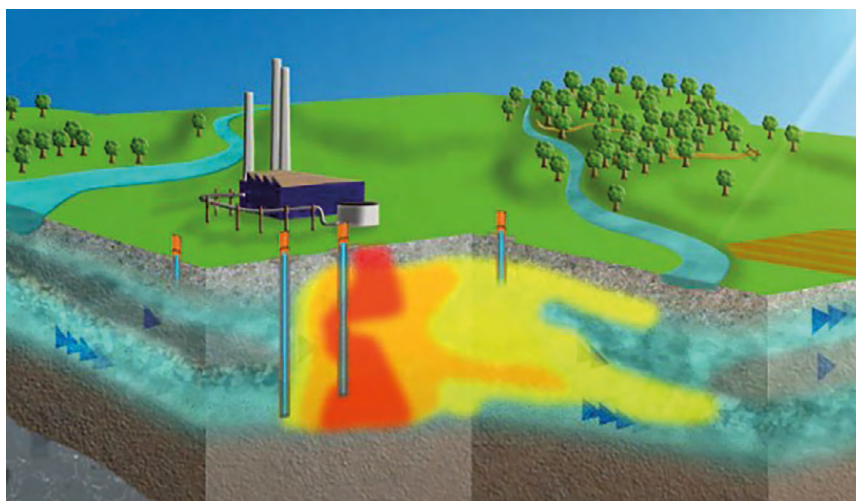
CARACTÉRISATION CHIMIQUE HAUTE RÉOLUTION DE LA NAPPE

OUTILS POUR RÉALISER DES PRÉLÈVEMENTS D'EAU MULTINIVEAUX

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

Du fait de l'hétérogénéité du sous-sol, la **répartition des polluants** dans la nappe peut présenter des variations verticales pour de nombreuses raisons : épaisseur de la nappe de plusieurs mètres, niveaux plus ou moins

perméables, présence de polluants flottants ou plongeants, pollution ancienne, battement de la nappe... On parle d'une **stratification du panache de pollution**.



© INERIS, 2021

Panache de pollution hétérogène selon la profondeur.

Afin de connaître les distributions de polluants de manière précise selon la profondeur, il est nécessaire de **discrétiser verticalement les mesures** : on parle de **caractérisation chimique haute résolution de la nappe**. Celle-ci peut être obtenue via :

- La mise en place d'**ouvrages multiniveaux** (sélectif, en flûte de pan ou forages à plusieurs tubes) qui permettent de réaliser des prélèvements avec du matériel de prélèvement classique, à des profondeurs précises correspondant aux profondeurs des crépines des ouvrages.
- Les techniques de **direct push** qui permettent de réaliser des mesures directement dans le sol, à des profondeurs précises. Ces techniques ont l'avantage de s'affranchir de la mise en place d'ouvrages permanents mais ne sont pas applicables à toutes les lithologies comme des sols trop indurés et ne donnent accès à l'état du milieu qu'à un instant donné. Elles peuvent être utiles pour définir le design d'ouvrages multiniveaux.
- L'utilisation d'**outils spécifiques** qui permettent de **sélectionner une profondeur particulière** dans des ouvrages existants disposant de crépines parfois longues.

Ces outils peuvent être regroupés selon trois types de méthodes :

- les prélèvements d'eau par pompes sélectifs (actifs),
- les prélèvements d'eau sans pompage (passifs),
- les échantillonneurs passifs (instantanés, à l'équilibre ou intégratifs) dont certains permettent la mesure du flux de polluant.

Cette fiche ne détaille que certains outils de prélèvements multiniveaux qui permettent de tirer le meilleur parti des forages existants et peuvent mettre en évidence une hétérogénéité verticale de la chimie de la nappe.

D'autres outils donnent accès à l'hétérogénéité des caractéristiques hydrodynamiques de la nappe (voir fiche caractérisation hydrodynamique haute résolution de la nappe). La **combinaison des outils de caractérisation chimique haute résolution de la nappe avec des outils pour mesurer les paramètres hydrodynamiques de la nappe** permet d'obtenir le **flux de polluant** et donc de mieux appréhender les pollutions actuelles, futures ou potentielles.

CARACTÉRISATION CHIMIQUE HAUTE RÉOLUTION DE LA NAPPE

CONTEXTE D'UTILISATION

Dans quel contexte ?

Les outils multiniveaux peuvent être utilisés dans des **ouvrages existants** et crépinés sur toute leur hauteur en zone saturée, **qui sont déjà présents sur site**. Ils sont utilisés pour connaître les **horizons les plus chargés** et éventuellement les **flux de polluant** et sont particulièrement utiles **lorsque la nappe présente une stratification des concentrations** (souvent le cas avec des polluants plongeants ou flottants, en cas d'épaisseur de nappe importante ou de zone saturée hétérogène ou dans le cas de pollution historique).

Les limites de détection obtenues dépendent des outils et sont fonction du polluant et de la technique d'analyse utilisée en laboratoire. L'information fournie est quantitative et plus précise verticalement qu'un prélèvement classique (pompe à un niveau dans l'ouvrage).

À quelle étape ?

La caractérisation chimique haute résolution de la nappe

est utile à chaque étape de gestion d'un site pollué.

Les prélèvements multiniveaux sont utilisés lors du **diagnostic** afin d'évaluer l'extension verticale du panache de pollution dans les eaux souterraines avec une résolution choisie.

Lors du **plan de gestion**, la caractérisation chimique haute résolution affine le choix des zones à traiter en priorité et donc le type de traitement à sélectionner.

Lors du **plan de conception des travaux (PCT)**, les prélèvements multiniveaux permettent un suivi de l'essai de faisabilité précis verticalement et lors du traitement, ils fournissent une aide à l'injection du produit réactif ou permettent de vérifier l'efficacité et la pérennité du **traitement** en 3D.

La caractérisation chimique verticale aide enfin à définir le protocole de **surveillance** des eaux souterraines (réseau de mesure) et notamment la profondeur des prélèvements à retenir dans le cadre d'une surveillance en contexte de pollution avérée.

POLLUANTS CONCERNÉS

Les outils de prélèvements multiniveaux s'utilisent pour tous les polluants en phase dissoute et certains outils permettent le prélèvement de phase pure. Ils sont particulièrement intéressants à mettre en œuvre pour les substances ayant des

densités supérieures (DNAPL) et/ou inférieures à celle de l'eau (LNAPL) car elles ont souvent des distributions verticales contrastées.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

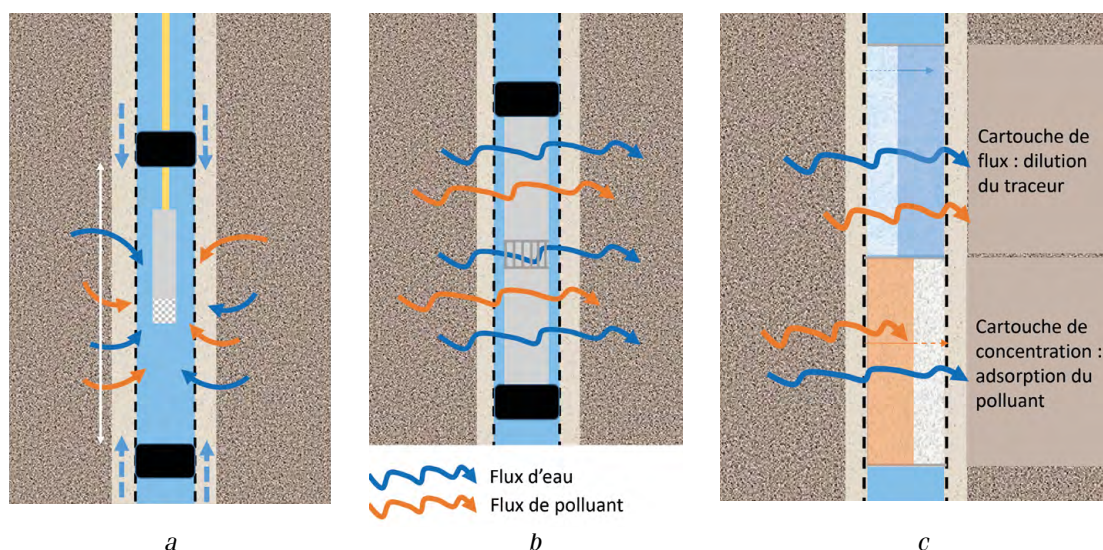
Le matériel à déployer est différent en fonction de l'outil retenu pour la réalisation des prélèvements.

Les outils basés sur des **prélèvements multiniveaux par pompage sélectif** (actifs) nécessitent une **pompe immergée** avec une alimentation électrique et **deux obturateurs** reliés à un manomètre et un système de gonflage.

L'outil basé sur un **prélèvement passif multiniveaux** (sans pompage) présente un **système d'échantillonnage**

(cellules entre obturateurs ou préleveur sous-pression) et deux obturateurs reliés à un manomètre et un tube d'amenée d'air pour leur gonflage.

Enfin, les outils basés sur les **échantillonneurs passifs intégratifs** nécessitent des **cartouches** assemblées aux profondeurs définies. Aucun prélèvement d'eau n'est réalisé, le polluant s'adsorbe sur une matrice.



Familles d'outils pour les prélèvements multiniveaux : actifs entre obturateurs (a), passifs entre obturateurs (b), passifs sans obturateurs (c).



MÉTHODOLOGIE

Dans le but de réaliser une caractérisation multinationaux des eaux souterraines la plus représentative de la pollution en place, le **choix de l'outil** est à considérer avec attention. Il dépend :

- de l'objectif de la campagne dans le temps et dans l'espace : connaître les horizons les plus chargés en polluants pour caractériser un site, définir un réseau de surveillance d'une

pollution, suivre une dépollution, ...

- des contraintes liées au site : diamètre des ouvrages existants, profondeur de la nappe, ...
- des polluants suspectés ou connus et de l'âge de la pollution,
- de l'hétérogénéité de l'aquifère et de la discrétisation verticale recherchée.

TYPOLOGIE D'OUTIL	OBJECTIF	EXEMPLE D'OUTIL	CONTEXTE D'UTILISATION
Technique active de prélèvement par pompage sélectif dans une fenêtre spécifique	Prélèvement d' échantillons d'eau à une profondeur donnée en régime dynamique pour préciser la distribution verticale des concentrations en polluants dissous. L'outil est à adapter à la perméabilité.	Pompe entre Packers (PeP)	Débit de purge de 1 à 4 L/min (fonction du type de pompe) Diamètre du forage de 50 à 90 mm Profondeur < 20 m Temps de prélèvement : 15 à 30 minutes Espace de prélèvement : modulable, à partir de 20 cm
		Préleveur ciblé	Débit de purge de 0,5 à 6 L/min Diamètre du forage de 50 à 120 mm Profondeur < 50 m Temps de prélèvement : 15 minutes Espace de prélèvement : 30, 50 ou 80 cm
		Pompe pneumatique bas débit entre obturateurs	Débit de 0,1 - 1 L/min Diamètre de forage de 48 à 127 mm Profondeur < 46 m sous eau Temps de prélèvement : 30 minutes Espace de prélèvement : 30, 60 ou 90 cm
Technique passive de prélèvement instantané, avec ou sans fenêtre spécifique	Prélèvement ponctuel à l'équilibre d'un échantillon d'eau , sans purge de l'ouvrage avec fenêtre spécifique.	GINGER Multi-Level System (G-MLS)	Diamètre du forage entre 50 et 90 mm Profondeur : pas de limite Temps de pose : de quelques jours à quelques semaines selon la vitesse de nappe Espace de prélèvement : minimum 55 cm, prélèvements simultanés possibles
	Prélèvement ponctuel et instantané d'un échantillon d'eau , sans purge de l'ouvrage sans fenêtre spécifique.	Préleveur commandé sous pression	Diamètre de forage < 150 mm Profondeur < 150 m Temps de prélèvement : 30 minutes
Echantillonneur passif intégratif (sans prélèvement d'eau)	Calcul de la concentration sur la hauteur de la cartouche à partir du flux de polluant et du flux d'eau au cours de la période d'exposition.	Echantillonneur iFLUX	Diamètre de forage adaptable à l'ouvrage, construit sur mesure Profondeur : pas de limite Temps d'exposition : de quelques jours à quelques mois selon le flux de polluant Espace de prélèvement : 15 cm

Objectifs et contextes d'utilisation des outils de caractérisation chimique multinationaux testés lors de l'étude ADEME HRSC.

Les **profondeurs à cibler** sont définies sur la base de la coupe lithologique, des flux d'eau et/ou suite à la réalisation de profils physico-chimiques.

Avant le **déploiement des techniques de prélèvement actives**, la ligne de prélèvement est préparée et des mesures préliminaires sont réalisées : diamètre intérieur et profondeur du forage, niveau statique, présence éventuelle de NAPL. La pompe est descendue à la profondeur désirée et les obturateurs sont gonflés (1 bar + 1 bar tous les 10 m de profondeur). Une purge par pompage dynamique (le débit dépend de l'outil) est réalisée jusqu'à la stabilisation des paramètres physico-chimiques. Après la purge, un échantillon est prélevé puis les obturateurs sont dégonflés et le dispositif peut être soit remonté soit descendu pour un second prélèvement. Lors des prélèvements multiples, il faut toujours faire les prélèvements du moins au plus profond (pour éviter de remobiliser des particules piégées dans l'ouverture des crépines et l'effet piston sur la colonne d'eau lors du passage de l'outil).

Pour le **déploiement des méthodes de prélèvement passives sans obturateurs et des échantillonneurs passifs** (hors iFLUX), les flux verticaux naturels dans l'ouvrage sont mesurés et la présence d'une phase pure éventuelle doit être vérifiée. Ces mesures, complétées par la mesure des horizons productifs en pompage, permettent de définir les profondeurs d'installation/prélèvement. Les échantillonneurs passifs sont

descendus aux profondeurs d'exposition définies et laissés pendant un temps d'exposition adapté pour atteindre les limites de quantification de la technique utilisée pour leur extraction et leur dosage sans saturer l'adsorbant. Ils sont ensuite récupérés pour analyse des polluants en laboratoire (par désorption de la cartouche pour les échantillonneurs à l'équilibre et intégratifs).

Les résultats des analyses en laboratoire sont ensuite interprétés. Il est conseillé de discuter les premiers résultats d'une campagne multinationaux vis-à-vis de ceux obtenus avec la technique conventionnelle ; les différences éventuelles doivent être expliquées (en lien avec le principe de fonctionnement des outils et/ou l'hydrogéologie locale, ...).

Points de vigilance pour l'ensemble des outils :

- La position des crépines des ouvrages doit être connue, les outils ne devant être positionnés que devant des zones crépinées.
- Il est indispensable que le massif filtrant et les crépines soient en bon état. S'ils sont encrassés, les concentrations peuvent être biaisées. De la même manière que pour un prélèvement classique, un développement et un temps de repos sont fortement conseillés avant leur déploiement.
- Il peut être nécessaire de déployer les outils dans plusieurs contextes hydrodynamiques (hautes eaux/basses eaux...).



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Echantillonnage

- Facilité de déploiement et de mise en œuvre par une personne seule pour de nombreuses techniques,
- Plusieurs outils disponibles permettant de s'adapter à une grande variété de contextes (profondeur, diamètre de l'ouvrage, débits, ...),

Polluants

- Certaines techniques permettent des prélèvements d'eau chargée en particules, émulsions ou NAPL,

Influence sur les résultats et incertitudes

- Intégration des variations dans le temps pour certains outils,

Résultats d'investigation

- Pas de perturbation de l'équilibre du panache pour les échantillonneurs passifs,

INCONVÉNIENTS

Echantillonnage

- Certaines techniques nécessitent deux déplacements sur le terrain (pose et reprise) avec une indisponibilité du forage pour un suivi traditionnel pendant l'exposition,
- Nécessité de déployer l'outil à plusieurs profondeurs pour obtenir un profil,
- Risque de prélever de l'eau venant uniquement du forage (dont massif filtrant) et non de l'aquifère en cas de renouvellement faible de la colonne d'eau,
- Possibilité d'eau provenant d'horizons sus ou sous-jacent via le massif filtrant,

Résultats d'interprétation

- Impact chimique possible du massif filtrant si encrassé,
- Surestimation des composés liés aux particules (ETM et composés très hydrophobes) en cas d'analyses sur brut en comparaison à un échantillonnage actif avec purge pour certains outils.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



Les techniques sont abouties mais encore peu utilisées sur le terrain. Un projet [3] a permis d'illustrer les capacités des différents outils et de montrer le type de résultats obtenus avec chacun de ces outils.

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase pour la préparation et le déploiement sur site est rapide : il faut compter entre 1 et 5 heures pour 1 ouvrage sur 5 profondeurs. L'ensemble des prélèvements d'eau ou des adsorbants sont ensuite envoyés en laboratoire pour analyse (résultats sous une quinzaine de jours). La durée de

la phase d'interprétation est fonction de la méthode mais ne dépasse pas quelques jours. Certains outils demandent un délai supplémentaire car les outils doivent être laissés en place un certain temps (d'une semaine à 3 mois).

PHASE	ACHAT DE MATÉRIEL	INVESTIGATIONS	ANALYSE	TRAITEMENT
Délai associé	⌘ > ⌘ ⌘ ⌘	⌘ > ⌘ ⌘ ⌘	⌘ ⌘	⌘

⌘ : jour / ⌘⌘ : semaine / ⌘⌘⌘ : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts de déploiement dépendent du matériel, du nombre d'opérateurs nécessaires (entre 1 et 2) et du temps de prélèvement. Certains outils nécessitent deux interventions.

Certains outils sont disponibles uniquement par des prestations de sous-traitance, d'autres peuvent être loués et/ou achetés.

PHASE	ACHAT DE MATÉRIEL	INVESTIGATIONS	ANALYSE	TRAITEMENT
Coût associé	€ > €€€	€€ > €€€	€€	€ > €€

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1000 €

POUR EN SAVOIR PLUS - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] [Rapport Ineris - Prélèvements d'eau souterraine à différents niveaux - Recensement des méthodes et matériels disponibles - Février 2020](#)
- [2] [Recueil des fiches des outils innovants pour la caractérisation haute résolution des sites pollués : Flux et concentrations - ADEME, BRGM, GINGER-BURGEAP INERIS, INNOVASOL/POCIBLE - Janvier 2021](#)
- [3] [Rapport ADEME HRSC - Tests d'outils innovants pour la caractérisation des sites pollués - Caractérisation haute résolution des flux et des concentrations en polluants dans les eaux souterraines - Novembre 2023](#)
- [4] [Caractérisation haute résolution des sites pollués - Vidéo chaîne YouTube BrgmTV, 2020](#)
- [5] [Norme NF X 31-615 - Qualité des sols — Méthodes de détection, de caractérisation et de surveillance des pollutions en nappe dans le cadre des sites pollués ou potentiellement pollués — Prélèvement et échantillonnage des eaux souterraines dans des forages de surveillance pour la détermination de la qualité des eaux souterraines - Décembre 2017](#)
- [6] [Rapport Ineris / ADEME - Mesure de la qualité des eaux souterraines à l'aide d'échantillonneurs passifs dans le contexte des sites pollués. Guide de bonnes pratiques - 2014](#)

INJECTION IN SITU DE FLUIDES NON NEWTONIENS

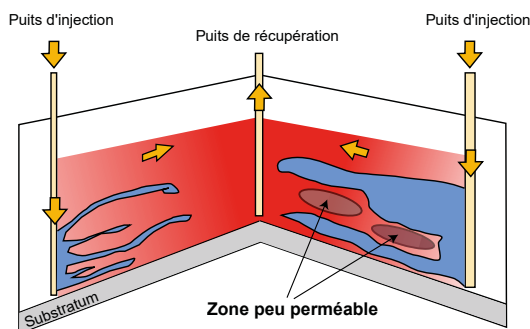
SOUTIEN À LA RÉCUPÉRATION DE PRODUIT PUR PLONGEANT

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

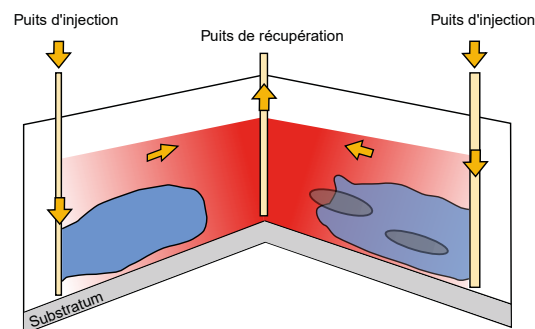
Le balayage par fluides non newtoniens est une technique de **dépollution in situ qui concerne les eaux souterraines et les sols**. Cette technique vise à extraire les polluants organiques denses en phase liquide (Dense Non-Aqueous Phase Liquids – DNAPL) du sol **de manière homogène** en utilisant des fluides non newtoniens de type rhéofluidifiant. Les fluides non newtoniens peuvent être **une mousse** (mélange de gaz (70 à 99%) et d'une solution de tensioactifs)

et/ou une solution de polymère (fluide visqueux obtenu par ajout de polymères dans une solution aqueuse). Les fluides sont formulés pour que leurs propriétés physiques s'adaptent aux caractéristiques du milieu et à la pollution à traiter.

Le mécanisme de dépollution est principalement physique : il consiste à accéder à toute la pollution et à déplacer mécaniquement le polluant pur et les eaux polluées vers un point d'extraction.



Pompage / écrémage classique : ratio de viscosité défavorable et contournement des zones moins perméables



Utilisation d'un fluide non newtonien rhéofluidifiant : la variation de la viscosité du fluide à la perméabilité de la zone traversée permet un avancement de manière homogène

© M. Cochemec, BRGM

Déplacement de la pollution hétérogène dans le cas d'un pompage/écrémage classique (gauche) et homogène avec l'utilisation d'un fluide rhéofluidifiant (droite).

Le meilleur rendement épuratoire du balayage *in situ* par fluides non newtoniens par rapport à une technique de pompage/écrémage ou de lavage repose sur le contrôle des **propriétés physiques** (viscosité, densité) et **chimiques** des fluides (tension interfaciale avec le polluant) pour mobiliser voire désorber le plus de polluant et lui permettre un déplacement homogène jusqu'au puits de récupération [1] :

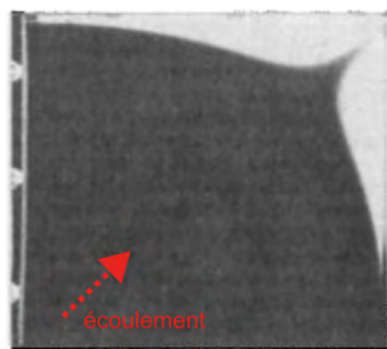
- la **viscosité des fluides non newtoniens, plus élevée que celle de l'eau, assure un front plat** durant l'infiltration du fluide dans la zone saturée, ce qui permet de limiter la création de chemins préférentiels (digitations),
- leur viscosité diminue lorsqu'une contrainte mécanique est appliquée au fluide. Ils deviennent ainsi plus « fluide » lorsque la perméabilité du sol diminue d'où leur nom de rhéofluidifiant (fluides à rhéologie dite non newtonienne). Cette **variation de viscosité selon la perméabilité** leur

permet de balayer de manière équivalente les horizons à la fois grossiers et fins d'un sol saturé ou non en eau et leur permet **d'avancer de manière homogène** (front plat).

- la **faible tension interfaciale** entre le polluant et le fluide de balayage, liée à l'utilisation de tensioactifs (nécessaires à la fabrication de la mousse et éventuellement ajoutés dans la formulation de solution de polymère), **diminue les forces capillaires qui retiennent le polluant** dans les pores du sol.
- la **densification du fluide de balayage** (dans le cas de solution de polymère) évite qu'il ne passe au-dessus des zones de produit pur (DNAPL) et **améliore le déplacement de la pollution**.

Ce sont les deux propriétés liées à la viscosité qui sont les plus influentes.

INJECTION IN SITU DE FLUIDES NON NEWTONIENS



a)



b)

© N. Mungan, 1971

Essais en laboratoire de déplacement d'un fluide par rapport à un second fluide selon le rapport de leur viscosité : si le fluide de déplacement est plus visqueux que le fluide poussé (a), le déplacement est stable; si le fluide de déplacement est moins visqueux (b), le déplacement est instable

CONTEXTE D'UTILISATION

La technique de balayage par fluides non newtoniens dans le domaine des sites et sols pollués est dérivée des techniques utilisant ces fluides pour la récupération assistée du pétrole. Elle est utilisable dans des sols avec des **propriétés physiques homogènes ou hétérogènes**. Cette méthode est seulement appropriée en présence de **produit pur**. Elle

est applicable quel que soit le volume et la profondeur de la pollution.

À quelle étape ?

Évalué dans le cadre du **plan de gestion** et du **plan de conception des travaux** (PCT), le balayage par fluides non newtoniens est utilisé à l'étape de **dépollution**.

POLLUANTS CONCERNÉS

Les polluants concernés sont les **polluants organiques immiscibles dans l'eau** et plus denses que l'eau (**DNAPL**) : goudron de houille (notamment des Hydrocarbures

Aromatiques Polycycliques - HAP), composés chlorés (perchloroéthylène, trichloroéthylène...)...

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel déployé est en grande partie similaire à celui utilisé pour le lavage *in situ* (flushing). Cela inclut le matériel pour **l'injection** et **l'extraction** (puits verticaux ou/et tranchées, pompes, tuyauteries), un **réseau piézométrique** pour le suivi des écoulements et la qualité des eaux souterraines et une **filière de traitement** des eaux usées récupérées en surface. Le matériel spécifique à la préparation et l'utilisation de fluides non newtoniens inclut les **additifs** de préférence bio-

sourcés (polymère comme la gomme de xanthane ou de guar) et **tensioactifs** (Sodium Dodecyl Sulfate SDS ou autre), les cuves de stockage, le système de mélange avec l'eau et une unité d'injection de gaz pour la génération de la mousse. **Les additifs et tensioactifs utilisés ne sont pas toxiques pour l'homme ni pour l'environnement dans les conditions de mise en œuvre** et n'impactent pas significativement le traitement des eaux usées récupérées.



© Projet SILPHES - BRGM / Serpol

Injection de mousse in situ pour la récupération de DNAPL.

MÉTHODOLOGIE

La phase de test en laboratoire, étape préalable et indispensable au choix du fluide non newtonien, peut nécessiter plusieurs semaines voire mois de travail. Il s'agit de choisir les paramètres suivants pour la formulation du fluide :

- pour les mousses : les ratios air/liquides, les concentrations en surfactants, les débits et pressions, le type de surfactant et sa concentration
- pour les solutions de polymère : les concentrations en polymères et en surfactants si nécessaire ainsi que les débits et pressions.

Le choix entre mousses et solutions de polymère se fait principalement par les tests de compatibilité avec le ou les polluants visés, via des tests préliminaires en laboratoire. La mousse permet une consommation moindre de produit que les solutions de polymère et des gradients de pression plus importants mais leur formulation est plus difficile et nécessite plus d'expérience et d'expertise.

Sur site, la première étape consiste à **préparer le fluide de balayage** par mélange des différents agents. La création de la mousse peut aussi se faire directement dans le sol par coinjection du gaz et de la solution de tensioactif. Cette étape de génération est sensible, et la mousse peut devenir inutilisable si elle est mal produite.

L'étape suivante est **l'injection du fluide de balayage**, via des tranchées ou des puits déjà existants ou créés spécifiquement. L'injection est menée conjointement à un suivi des pressions et des écoulements. Lorsque les pressions d'injection sont

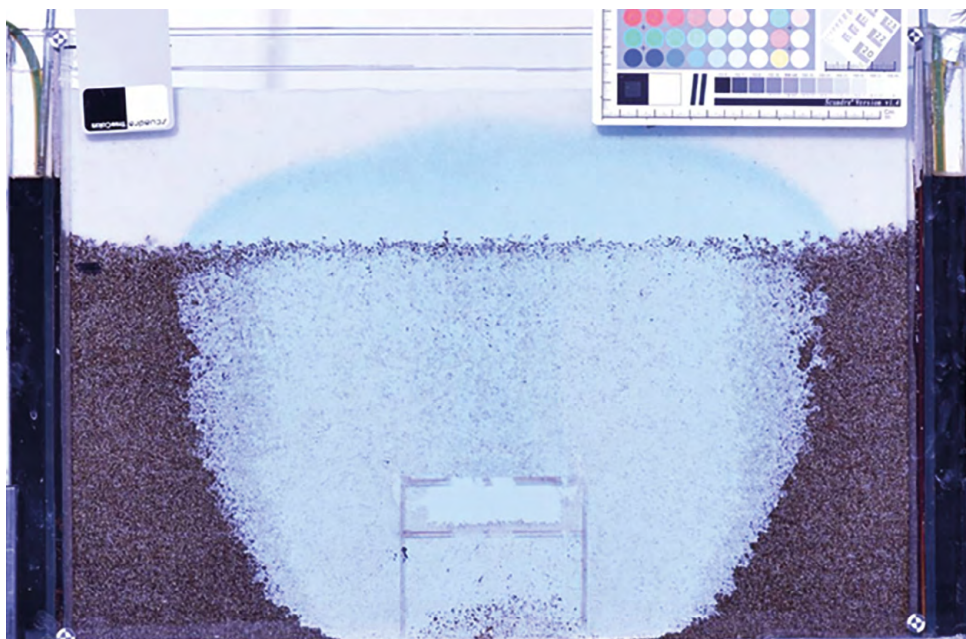
trop élevées, elles doivent être ajustées pour les solutions de polymère. Pour une mousse, la préparation peut être modifiée (fraction volumique du gaz, débit d'injection) pour diminuer sa viscosité. Les rayons d'actions sont de l'ordre de quelques mètres, ils sont légèrement inférieurs à ceux du pompage/écrémage.

L'injection est parfois réalisée en plusieurs passes jusqu'à ce que le fluide récupéré ne soit plus du produit pur mais un mélange avec les eaux souterraines.

À l'issue du traitement, de nouveaux sondages permettent de réaliser des prélèvements de sols pour analyser les pollutions résiduelles sur matrice solide et de valider l'arrêt de chantier de traitement. La technique permet de balayer efficacement les zones peu perméables du sol ce qui limite fortement les effets rebonds.

Points de vigilance :

- La production du fluide non newtonien est une étape sensible, les propriétés rhéologiques dépendent fortement de l'application stricte d'un protocole qui, s'il est mal suivi, peut diminuer très nettement l'efficacité de la méthode comme une mousse qui se liquéfie trop rapidement.
- Il est indispensable d'utiliser des additifs (polymères et/ou tensioactifs) d'origine biologique ou facilement biodégradables et dont l'innocuité sur les milieux est prouvée.
- Il est nécessaire de prévoir une filière de traitement des eaux usées récupérées (avec le DNAPL) en surface.



© Mamouti et al., 2022

Essai en laboratoire : essai d'injection de polymère pour balayer du DNAPL de type chloré.

AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Polluants

- Efficace sur une large gamme de polluants de type DNAPL,
- Traitement *in situ*,

Milieu

- Efficace pour les eaux souterraines et les sols (zone saturée), homogènes ou hétérogènes,

Mise en œuvre

- Faible volume d'eau utilisé par rapport à un pompage et traitement ou pompage-écrémage,
- Faible volume de tensioactif utilisé par rapport à un lavage chimique,

Résultats

- Traitement plus rapide que le pompage et traitement ou pompage-écrémage,
- Meilleur rendement épuratoire que le pompage et traitement ou pompage-écrémage,
- Effets rebonds minimisés.

INCONVÉNIENTS

Matériel

- Matériel supplémentaire pour la préparation du fluide non newtonien,

Polluants

- Inefficace sur des polluants très fortement adsorbés à la matrice du sol.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs non développés, technique rarement utilisée sur le terrain

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

La phase de test en laboratoire, étape préalable et indispensable au choix du fluide non newtonien, peut nécessiter plusieurs semaines ou mois de travail. L'implantation sur site est aussi rapide que celle du pompage/traitement ou du lavage

et dure quelques jours. La phase de traitement dépend de la taille du site : elle est de l'ordre de quelques semaines. Cette technique permet un meilleur rendement en un temps plus rapide qu'un pompage/écrémage et sans effet rebonds.

PHASE

CONCEPTION

MISE EN ŒUVRE SUR SITE

TRAITEMENT ET SUIVI DES PERFORMANCES

Délai associé

⌘⌘⌘⌘⌘

⌘⌘⌘⌘⌘

⌘⌘⌘⌘⌘

⌘ : jour / ⌘⌘ : semaine / ⌘⌘⌘ : mois / ⌘⌘⌘⌘ : année / ⌘⌘⌘⌘⌘ : dizaine d'années

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts incompressibles liés à l'aménagement/repli de chantier et à la mise en place du matériel et des puits sont environ deux fois plus chers que le pompage/écrémage. Les coûts de récupération unitaires [4] sont 20 à 30 % plus élevés que ceux pour le pompage/écrémage ; ces derniers sont classiquement compris entre 15 et 25 €/m³ de liquides pompés/traités sur

place hors consommation électrique et peuvent atteindre un maximum de 50 €/m³ [3]. Le surcoût de cette technique est compensé par des coûts de suivi post-traitement faibles liés :

- au fait que traiter les DNAPL de manière plus efficace diminue leur temps de relargage,
- à un faible volume des masses d'eau récupérées à traiter.

PHASE

CONCEPTION

MISE EN ŒUVRE SUR SITE

TRAITEMENT ET SUIVI DES PERFORMANCES

Coût associé

€€€

€€€€ > €€€€€

€€€€ > €€€€€

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ < 10 000 € / €€€€ < 100 000 € / €€€€€ > 100 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] Expertise ADEME - Utilisation des mousses pour le traitement des sites et sols pollués – Novembre 2019

[2] Alamooti A. et al. Influence of the injection of densified polymer suspension on the efficiency of DNAPL displacement in contaminated saturated soils. *Journal of Hazardous Materials* - 2022

[3] SelecDEPOL - Outil interactif de pré-sélection des techniques de dépollution et des mesures constructives - ADEME/BRGM

[4] Environmental Soil Remediation and Rehabilitation - Existing and Innovative Solutions. Springer International Publishing - 2020

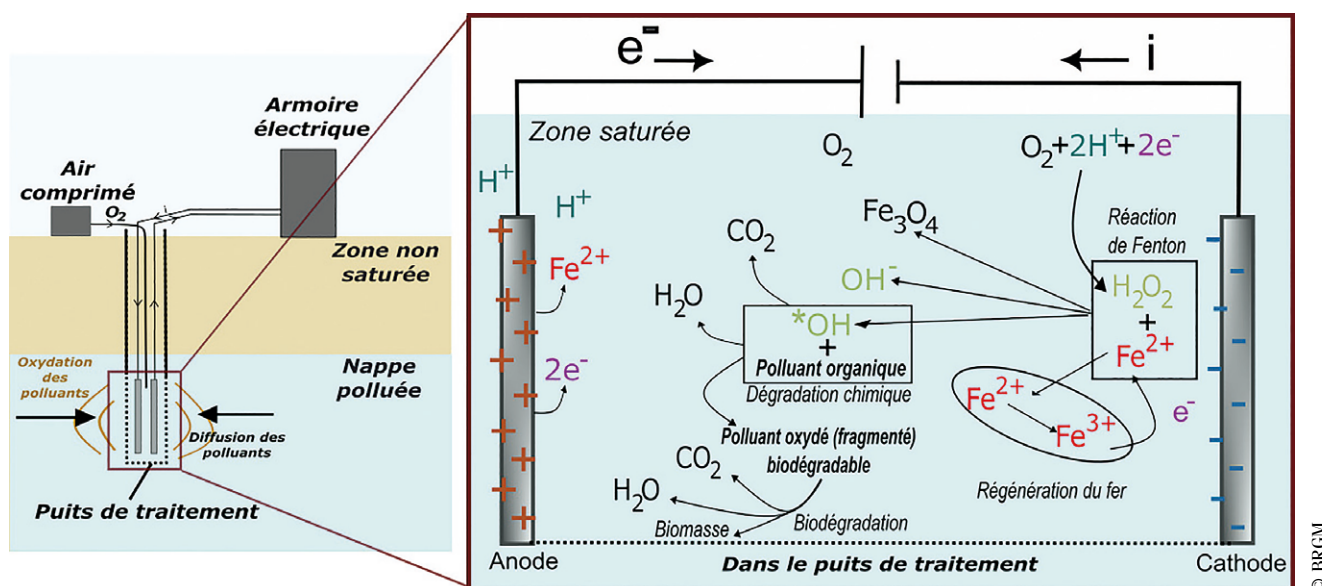
ELECTROREMÉDIATION FENTON OPTIMISÉE

TRAITEMENT DES NAPPES PAR ÉLECTROCHIMIE

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

La technique d'électroremédiation fenton optimisée (EFO) est une technique de **dépollution *in situ* des eaux souterraines par une oxydation chimique optimisée** qui couple l'électrochimie et la réaction de Fenton dans la zone saturée [1]. Elle repose sur l'utilisation, dans un même puits, d'une anode de fer et d'une cathode. Ce réacteur électrochimique est capable de produire *in situ* des radicaux hydroxyles $\bullet\text{OH}$. Ces radicaux hydroxyles sont

des oxydants très puissants ce qui leur permet de **dégrader chimiquement la plupart des composés organiques dont les organohalogénés jusqu'à leur minéralisation totale** (décomposition en CO_2 et H_2O ainsi que, selon les polluants dégradés, N, Cl, ...). Le fer est un catalyseur de la réaction : le Fe^{3+} obtenu par la réaction de Fenton réagit au niveau de la cathode pour régénérer le Fe^{2+} .



Principe de fonctionnement d'une unité d'EFO

Contrairement aux méthodes de dépollution classiques reposant sur la réaction de Fenton et optimales à $\text{pH} = 3$ en raison de la plus forte solubilité du Fe^{3+} dans l'eau à pH acide, l'EFO produit directement des ions par corrosion électrique des électrodes de fer, et peut donc être utilisée quels que soient le pH et la teneur en fer de l'eau à traiter. De même, l'injection d'air comprimé en permanence dans les puits de traitement permet de maintenir les conditions aérobies nécessaires au bon déroulement de la réaction de Fenton quelle que soit la teneur initiale de l'eau en oxygène.

La puissance fournie par l'EFO est faible (200 à 300 W au maximum) ce qui est insuffisant pour échauffer un aquifère. Par comparaison, les puissances utilisées en désorption thermique *in situ* sont de l'ordre de 500 kW à 1 MW. De plus, aucun courant n'est induit dans l'aquifère à l'extérieur d'un puits de traitement puisque chaque puits comporte sa propre anode et cathode. La tension et l'intensité électriques appliquées aux électrodes de fer et au réacteur de production d' H_2O_2 sont adaptées au cas par cas, en temps réel, pour moduler les différentes réactions en fonction de l'objectif à atteindre (temps de dépollution souhaité). Cette modularité sur la quantité d'oxydant produit *in situ* dans la nappe permet de limiter l'impact de l'EFO sur les microorganismes. Ainsi, l'injection d'oxygène et la fragmentation des polluants, même

réfractaires, liées à la technique peut offrir des conditions favorables au biotraitement des concentrations résiduelles si des microorganismes capables de biodégrader les polluants sont présents dans le milieu.

Utilisation d'un module optionnel dit électrokinétique

Utilisation d'un module optionnel dit « électrokinétique » qui, en appliquant un potentiel électrique entre deux puits, permet une **migration des substances chargées électriquement vers un puits d'extraction comme les métaux en solution pour les extraire du milieu par pompage**. Un courant électrique est induit dans l'aquifère par l'EFO en dehors des puits de traitement uniquement si ce module est activé. En plus des radicaux $\bullet\text{OH}$ très puissants, de la magnétite (Fe_3O_4) ayant également des effets oxydants est également produite au niveau des électrodes de fer et peut, grâce au potentiel électrique, être mobilisée à contre-courant du sens d'écoulement de la nappe pour le traitement des panaches de pollution.

Dans le cas d'un objectif d'abattement rapide des concentrations en polluants, les concentrations en oxydant peuvent donc être maximisées par le module d'électrokinétique, avec potentiellement plus d'impact sur les microorganismes présents.

EFO, ELECTROREMÉDIATION FENTON OPTIMISÉE

CONTEXTE D'UTILISATION

La technique EFO est utilisable *in situ* pour la dépollution des **nappes** (zones sources ou panaches de pollution), uniquement en **zone saturée, sans limite de profondeur** et quel que soit le niveau piézométrique.

Bien qu'utilisable dans des contextes variés de sites pollués, elle est particulièrement **adaptée sur des pollutions d'aquifères sensibles en zones alluvionnaires** (aquifères perméables), par exemple en cas de pollution accidentelle dans des périmètres de protection de captages d'alimentation en eau potable, car elle ne nécessite l'injection d'aucun produit chimique dans la nappe et les seuls résidus après traitement sont des oxydes de fer.

Des rayons d'action maximums de l'ordre de 15 m sont mesurés (sous l'effet de la dilution, l'advection, et la diffusion chimique des polluants depuis les zones les plus concentrées vers les zones traitées moins concentrées) pour une nappe alluvionnaire de perméabilité moyenne ($> 10^{-6}$ m/s). Ce rayon d'action des puits et donc le nombre de réacteurs (nombre de puits) pour la dépollution dépend de la nature de l'aquifère (perméabilité, milieux fragmentés) et de l'ampérage utilisé mais peut être optimisé par le module électrokinétique. De manière générale, moins l'aquifère est perméable, moins le rayon d'action est important et plus le temps de traitement est long, ce qui implique un ampérage et un nombre de puits nécessaires plus importants. La technique est donc peu adaptée aux milieux argileux, peu perméables, d'autant plus

que certains polluants peuvent rester immobilisés dans les feuillets d'argiles inaccessibles aux radicaux hydroxyles.

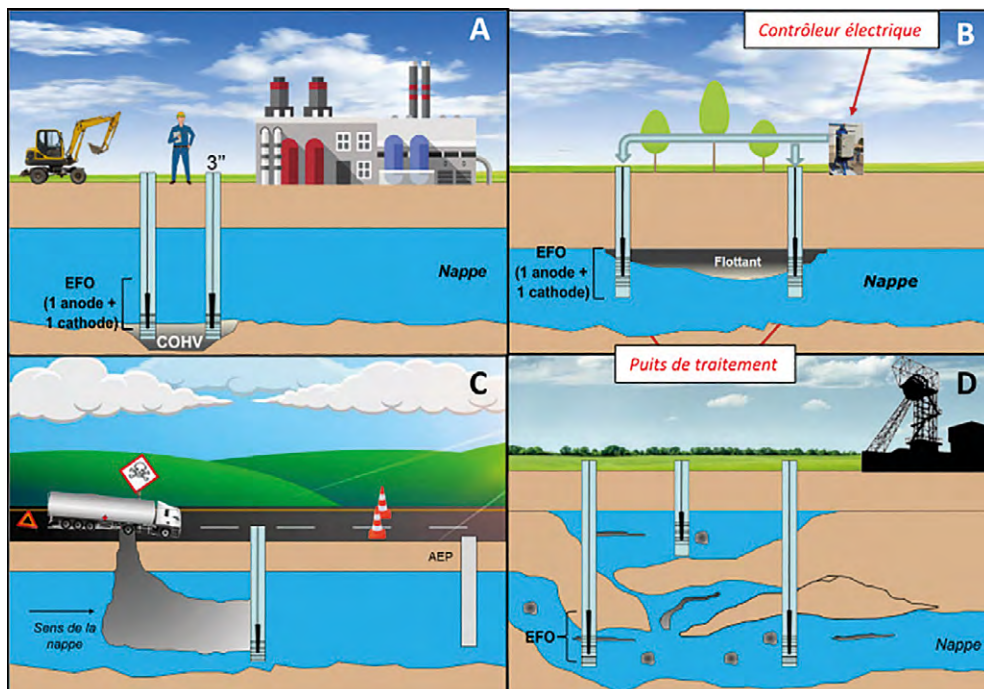
La **présence de structures métalliques enterrées** doit être déterminée préalablement à l'utilisation du module électrokinétique car l'ensemble des pièces métalliques risquent de subir une corrosion liée au passage du courant. En cas de pertes ou de courants vagabonds liés à la présence de structures métalliques non documentées (fondations de bâtiment, capteurs, alarmes, ...), le module d'électrokinétique se déconnecte automatiquement (disjoncteur différentiel).

Cette technique ne peut être utilisée dans des puits métalliques.

Enfin, la présence d'électricité sur site (220V, 16A) ou d'une alimentation par un groupe électrogène, des panneaux solaires ou des batteries est nécessaire.

À quelle étape ?

Évaluée dans le cadre du **plan de gestion** et du **plan de conception des travaux** (PCT), l'EFO est utilisée à l'étape de dépollution. Elle nécessite une bonne connaissance hydrogéologique du site (type d'aquifère ; taille, emplacement du panache/de la source), des essais de traitabilité et une phase **pilote sur site** pour déterminer la cinétique de dégradation des polluants ou de migration pour les ETM.



Différents contextes d'applications de la technique : A) application aux solvants chlorés, B) aux HCT, C) en situation post-accident en complément d'une barrière hydraulique, D) en zone saturée complexe.

POLLUANTS CONCERNÉS

La technique est utilisable pour tous les **polluants organiques en phase dissoute et en phase pure (LNAPL/DNAPL)** et pour l'ensemble des **polluants sous forme ionisée**. Elle a été validée pour le traitement des HCT, COHV, BTEX,

HAP (minéralisation totale) et des ETM (migration via l'électrocinétique vers un puits de pompage) et des tests sont en cours pour une application à des polluants spécifiques tels que les PCB ou les PFAS.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel déployé se compose :

- D'une **armoie électrique** (220V, 16A) et, en l'absence de branchement électrique, d'un groupe électrogène, de batteries, ou de panneaux solaires ;
- D'une production d'**air comprimé** (apport d'oxygène) basse pression pour une bonne homogénéisation dans les puits et l'évacuation des faibles quantités d' H_2 produites au niveau des électrodes ;
- De **réacteurs de production d' H_2O_2** (cathode) ;
- D'électrodes de **production de Fe^{2+}** (anode, barres de fer simple) pour assurer la présence de fer pour la réaction de Fenton et pour l'utilisation du module électrocinétique (consommable). Les électrodes ont une durée de vie qui dépend de l'intensité du courant mise en œuvre (rapidité du traitement). Pour un traitement de COHV sur une nappe très calcaire, la durée de vie des électrodes est supérieure à 5 ans.

Cette technique s'utilise directement dans des **piézomètres** standards non métalliques ; des piézomètres de 3 pouces ou plus sont idéaux. Les piézomètres réalisés sur site lors des étapes préalables de diagnostics peuvent être utilisés, du moment que la position des crépines soit adaptée aux profondeurs visées et que leur diamètre soit suffisant pour

recueillir le réacteur de production d' H_2O_2 , les électrodes de fer ainsi que l'alimentation constante en air comprimé.

Afin de pouvoir suivre la dépollution, des prélèvements classiques d'eau souterraine sont régulièrement réalisés à l'aide d'une **pompe** dans les piézomètres en aval avant d'être envoyés au laboratoire pour analyse.



Armoire électrique

2 électrodes/puits

Matériel nécessaire au déploiement de la technique

MÉTHODOLOGIE

Caractérisation préalable et essais de traitabilité

Une étude hydrogéologique précise et le diagnostic du site doivent avoir été menés en amont afin d'évaluer l'emplacement, la taille, la profondeur de la source ou du panache à traiter et ainsi pouvoir déterminer le nombre et la position des puits/unités de traitement.

La première étape consiste à vérifier la **traitabilité des polluants en batch** pour connaître leur potentiel et leur cinétique de dégradation par oxydation. Ces tests sont réalisés sur des volumes de 60 à 1 000 L d'eau prélevée du site. Ces tests de dégradabilité sont réalisés sur 12 à 72 heures. Des analyses chimiques permettent de valider la minéralisation complète (suivi des produits de dégradation des polluants).

Essais de faisabilité par pompage différentiel

Un **essai pilote in situ** est réalisé par pompage différentiel entre un puits de traitement et un piézomètre de contrôle en aval immédiat. Cet essai permet de déterminer le rayon d'action du puits et de paramétrer les tensions et ampérages optimaux pour l'électro-oxydation dans les conditions du site. En cas d'activation du module électrocinétique, cette optimisation permet de limiter au mieux les impacts potentiels sur la biodiversité du milieu. Durant cet essai pilote, des analyses chimiques sont réalisées sur des échantillons d'eau prélevés toutes les 10-20 minutes dans le piézomètre de contrôle. En cas de présence trop importante de polluants ou de produits de dégradation, la quantité d'oxydant produit peut être augmentée en jouant sur les tensions et l'ampérage électriques.

Phases de traitement

Si les essais pilotes sont concluants, les **puits de traitements** supplémentaires à celui du pilote sont positionnés de manière pertinente selon l'étude hydrogéologique préalable et la position de la source.

Le suivi du traitement par des prélèvements d'eau classiques et des analyses permet d'évaluer l'évolution de la composition chimique (polluants et produits de dégradation) de la nappe traitée. En complément des analyses chimiques, il est possible de mesurer la DCO (demande chimique en oxygène), le COT (carbone organique total) ou le suivi de l'évolution des ions minéraux formés pour suivre la minéralisation du polluant.

En fonction du résultat des analyses, le traitement est poursuivi ou non, en adaptant si besoin la tension et l'ampérage des électrodes.

Le temps de traitement varie selon la perméabilité de l'aquifère, la taille de la source ou du panache à traiter, le nombre d'unités de traitement, le type de polluant et l'ampérage sélectionné. Lorsque le suivi par analyses chimiques montre que les objectifs de traitement sont atteints, le traitement prend fin. Les rendements (pourcentage de la pollution initiale qui a été totalement minéralisée) peuvent atteindre 98 %.

Points de vigilance :

- La présence de structures métalliques enterrées doit être prise en compte lors du traitement pour éviter d'éventuelles dégradations ;
- Les battements de nappe importants doivent être anticipés de manière à ce que les électrodes soient en permanence immergées ;
- En cas d'eaux souterraines très calcaires, des quantités variables de dépôts peuvent apparaître sur les électrodes. Cet encrassement est détectable par le suivi des variations de tensions et d'ampérage et peut être facilement résorbé par trempage des électrodes dans de l'acide chlorhydrique dilué à 20 % (concentration utilisée couramment par le public pour l'adaptation du pH des piscines).

AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Polluant

- Efficace sur de nombreux polluants,

Milieu

- Traitement *in situ*,
- Technique adaptée au traitement des aquifères à enjeux,

Mise en œuvre

- Technique simple, robuste, sans limite de profondeur,
- Paramètres de la réaction pilotables à distance,
- Pas d'utilisation de produits chimiques,
- Utilisable sur les sites en activité,
- Coût énergétique faible,
- Déplacement facile des électrodes si évolution de la connaissance de la source et/ou du panache,

Résultats

- Durée de dépollution faible,
- Rendements épuratoires élevés,
- Intensité modulable en fonction des objectifs visés.

INCONVÉNIENTS

Milieu

- Applicable uniquement en zone saturée,
- Formation d'eau ferrugineuse (très peu de fer libéré),
- Non adapté aux milieux argileux ou peu perméables,

Mise en œuvre

- Risque de corrosion des structures métalliques enterrées en cas de traitement des ETM par électrokinétique,
- Durée de vie des électrodes liée à l'ampérage appliqué et à la cinétique de dégradation,
- Électrodes fragiles (à manipuler avec précaution),
- Nombre de puits potentiellement important,
- Nombre limité de prestataires avec ce savoir-faire.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



L'EFO repose sur le procédé d'Electro-Fenton connu et utilisé depuis plus de 40 ans, mais optimisé pour en maximiser les effets tout en limitant les impacts sur les microorganismes (hors module d'électrokinétique).

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

Des mesures géophysiques pour détecter la présence de structures métalliques et une caractérisation hydrogéologique sont à prévoir en amont. Il faut compter, selon les polluants et les conditions du site, une demi-journée pour la mise en place et le repli si les puits sont déjà existants, 12 à 72 heures pour les essais de traitabilité, 24 à 96 heures pour la

réalisation de l'essai pilote et 24 heures à une semaine pour les phases de traitement. Ces phases de traitement peuvent être interrompues en attendant le résultat des analyses chimiques (jusqu'à 1 semaine). Enfin, le faible nombre de prestataires peut ajouter une contrainte temporelle.

PHASE

CONCEPTION

MISE EN ŒUVRE SUR SITE

TRAITEMENT ET SUIVI DES PERFORMANCES

Délai associé

⌘ ⌘ ⌘ ⌘ ⌘

⌘ ⌘ ⌘ ⌘ ⌘

⌘ ⌘ ⌘ ⌘ ⌘

⌘: jour / ⌘⌘: semaine / ⌘⌘⌘: mois / ⌘⌘⌘⌘: année / ⌘⌘⌘⌘⌘: dizaine d'années

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Les coûts sont fonction du nombre de puits à équiper (de 2 à plus de 8 selon les contextes). Il faut compter 100 000 € environ pour l'achat ou 10 000 €/mois pour la location de l'ensemble du matériel. L'étude hydrogéologique, la mise

en place de piézomètres et la mise en œuvre des essais de traitement ne doivent pas être oubliées dans les coûts si elles n'ont pas déjà été réalisées.

PHASE

CONCEPTION

MISE EN ŒUVRE SUR SITE

TRAITEMENT ET SUIVI DES PERFORMANCES

Coût associé

€€€€€

€€€€€

€€€€€

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ < 10 000 € / €€€€ < 100 000 € / €€€€€ > 100 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] *Traitement des micropolluants organiques dans l'eau par des procédés d'oxydation avancée - L'actualité chimique n° 277-278 - Août-septembre 2004 – page 57*
- [2] *Conférence Intersol - Test de traitabilité de plusieurs polluants persistants (POP) par électro-oxxydation : essais comparatifs sur diverses familles de composés (PFas, OCHV, PCB) - 2021*
- [3] *Application de l'EBR (Electro-Bio-Remédiation). Protocole de mise en œuvre de tests de traitabilité sur site. Conférence INTERSOL 2022 Philippe Oudin et Hugo Carronier.*
- [4] *EBR as an Advanced Environmental Technology Incorporating Various New Electrochemical Methods Underlying New Frontiers in Groundwater Remediation - Conference Contaminated sites Management in Europe - 2018*
- [5] *Procédés d'oxydation avancée dans le traitement des eaux et des effluents industriels : Application à la dégradation des polluants réfractaires - Revue des Sciences de l'Eau - 2009*



MÉTHODES DE CARACTÉRISATION DES MICROPLASTIQUES DANS L'ENVIRONNEMENT












(SOLS, AIR ET EAUX)

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA MÉTHODOLOGIE

Cette fiche présente des méthodes de caractérisation d'une pollution par les microplastiques dans les matrices sols, sédiments, air ambiant, eaux de surface et souterraines. Elle présente comment échantillonner, préparer et analyser les microplastiques selon les objectifs de l'étude. Les microplastiques désignent les particules de matière plastique de **taille inférieure à 5 mm**, issues soit de la fragmentation de déchets plastiques plus gros par abrasion, ou oxydation (microplastiques dits **non intentionnels ou secondaires**), soit ajoutées intentionnellement à des produits (microplastiques dits **intentionnels ou primaires**, ex. : microparticules utilisées pour les produits cosmétiques, Granulés plastiques industriels (GPI)).

Ces microplastiques sont présents de manière ubiquitaire dans tous les compartiments de l'environnement, mais les sols sont le principal réservoir de plastique. Parmi les principales sources d'émission citons l'abrasion des peintures des navires, des pneus, des fuites de GPI, des microfibrilles textiles, de la fragmentation des macrodéchets plastiques, à l'usure des géotextiles. Les sols alimentent les eaux de surface et souterraines d'un flux irrégulier de microplastiques, dépendant des conditions climatiques, des usages des sols et de la présence de sources d'émission ponctuelles (décharges historiques, routes, industries).

La caractérisation des microplastiques permet de **mieux comprendre leur présence, leur source et d'évaluer leurs impacts sur la santé humaine, les écosystèmes et l'usage futur des sols**. Elle permet **d'anticiper les risques, de documenter l'état des milieux et d'orienter les stratégies**

	Toutes tailles	≥ 20 µm	≤ 20 µm
Quantifier la pollution en masse de microplastiques par masse/volume d'échantillon  Pyr-GC/MS			
Compter les particules (nombre de particules par unité de surface) 		FTIR 	µ-RAMAN 
Identifier la composition des polymères 	Pyr-GC/MS 	FTIR 	µ-RAMAN 
Identifier la composition des additifs organiques associés aux microplastiques 	Pyr-GC/MS 		

Pyr-GC/MS : Pyrolyse couplée à la spectrométrie de masse. FTIR : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

Méthodes d'analyse à mettre en œuvre selon l'objectif et la taille des particules ciblées.

de réhabilitation dans des contextes de sites agricoles, zones sensibles, reconversions d'usage ou présence suspectée de sources plastiques (boues, décharges, etc.). À noter qu'il n'existe aucune méthodologie harmonisée pour l'échantillonnage, la préparation et l'analyse des microplastiques. En 2023, **une norme ISO [1]** a été publiée, décrivant les différentes techniques d'analyses pour toutes les matrices environnementales, ainsi qu'une **norme AFNOR [2]** qui détaille l'analyse par spectrométrie vibrationnelle (FTIR, Raman) pour les eaux de consommation et les eaux souterraines.

CONTEXTE D'UTILISATION

Ces méthodes sont principalement appliquées sur des **sites agricoles** (ex. : amendés avec composts ou boues), des **friches industrielles**, ou des sols **urbains soumis à de forts apports diffus** de microplastiques (apports atmosphériques, poussières, ruissellement, etc.) ou lors de la **phase de travaux** pour anticiper la gestion des terres excavées.

À quelle étape ?

Ces méthodes sont souvent intégrées dans des **projets expérimentaux** ou des **études de faisabilité** pour **tester**

des technologies de dépollution innovantes, notamment des sédiments, des sols agricoles ou urbains. Elles peuvent intervenir dans des contextes de diagnostic **environnemental**, de **surveillance**, ou pour **évaluer l'efficacité de mesures de dépollution**. Ces méthodes sont pertinentes lorsque les problématiques soulevées incluent la traçabilité des sources de microplastiques, leur **persistance** dans les sols, leurs **interactions** avec les organismes vivants (notamment les vers de terre), et leur **transfert** vers les eaux souterraines ou les cultures.

POLLUANTS CONCERNÉS

Cette méthodologie concerne l'ensemble des microplastiques. Les microplastiques comprennent différents types de particules

de polymères (polyéthylène, polypropylène, polychlorure de vinyle, etc.) dont la taille est comprise entre **1 µm et 5 mm**.

MÉTHODES DE CARACTÉRISATION DES MICROPLASTIQUES DANS L'ENVIRONNEMENT

Ils sont caractérisés par différentes morphologies : granulés, sphères, fibres... Ils se composent d'un ou plusieurs **polymères** auxquels sont ajoutés des **additifs dont certains** sont des

perturbateurs endocriniens potentiels (ex. : phtalates, bisphénol A).

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Le matériel utilisé pour l'échantillonnage **dépend des caractéristiques du site** (surface, matrices à échantillonner) et de la taille des particules recherchées. Le tableau ci-dessous détaille les équipements à utiliser pour chaque matrice et le type d'échantillon collecté (brut, intégré dans le temps, par surface, etc.). Le matériel de prélèvement doit être en **acier**

inoxydable ou en **matériaux inertes** et les équipements de protection individuelle du personnel de terrain en coton ou cuir pour éviter toute contamination plastique. Le stockage est réalisé dans des contenants propres, en verre ou en métal, hermétiquement fermés à l'abri de la lumière pour préserver l'intégrité des échantillons.

TYPES D'OUTILS	MATRICES ENVIRONNEMENTALES				
	Sols	Sédiment	Eaux de surface	Eaux souterraines	Air ambiant
Manuels	Tarière ou carottier métallique à main Pelle et truelle sans peinture (de 10 à 300 € pour l'achat du matériel réutilisable) : obtention d'un échantillon brut.	Carottier métallique à main, piège à sédiment (150 à 300 € selon les modèles à l'achat) : obtention d'un échantillon intégré dans le temps.	Filet manta (100* 30 cm, maille 330 ou 80 µm), circulaire (25 cm de diamètre, maille 300 µm) ou de type double neuston avec bouées latérales (maille 335 µm) (1200 à 4000 € à l'achat selon le modèle) et cadre en aluminium anodisé) : obtention d'un échantillon intégré sur la surface de prélèvement.	Échantillonneur type Bailer inox* (de 250 à 600 € à l'achat et réutilisable) : obtention d'un échantillon brut.	Dispositif passif (type Jauge Owen); exposition 2 semaines minimum (50 à 100 €/jour pour la location) : obtention d'un échantillon intégré sur la période d'exposition.
Mécaniques	Pelle ou tarière mécanique sans peinture (location de 80 à 600 €/jour selon les modèles) : obtention d'un échantillon brut.	Beine, graber métallique (500 à 900 € selon les modèles à l'achat, location de 100 à 300 €/jour) : obtention d'un échantillon brut.	Pompes inox (location de 100 à 150 €/jour, achat : 650 €) : obtention d'un échantillon brut.	Pompes inox (location de 100 à 150 €/jour) : obtention d'un échantillon brut.	Pompe à air et filtres (exposition minimale de 4h; 50 à 100 € de location/jour, 1 à 8 € les filtres consommables) : obtention d'un échantillon intégré sur la période d'exposition.
Protection individuelle	Vêtement couvrant en matière naturelle, gants en cuir ou coton au-dessus des gants de protection, sur-chausses et charlotte pour le casque en fibres naturelles.				

Matériel utilisé et coûts pour le prélèvement des échantillons.

MÉTHODOLOGIE

La méthodologie à mettre en œuvre dépend des objectifs de l'étude, de la taille des microplastiques à cibler et des matrices à investiguer.

Échantillonnage

Les échantillons prélevés doivent être comparés avec **un environnement local témoin ou à des points de référence** prélevés dans des zones de nature proche de celle du site n'ayant pas connues d'activité.

Afin de ne pas **contaminer les échantillons** avec le plastique présent sur les opérateurs et le matériel sur place, le matériel en métal, verre ou bois sans peinture (y compris pour les manches des ustensiles) doit être privilégié. Les outils doivent être nettoyés entre chaque prélèvement avec un torchon en fibres naturelles. Le flaconnage utilisé doit être conditionné par un laboratoire spécialisé prenant en compte les mesures de

prévention (verre passé au four à haute température, bouchon en plastique isolé du flacon par un film aluminium, etc.).

Des **blancs de terrain et de contamination atmosphérique** (flacon en verre rempli d'eau filtrée, ouvert durant l'échantillonnage et refermé en même temps que le flacon contenant l'échantillon) doivent être réalisés pour une meilleure prise en compte de la contamination croisée.

Pour les matrices solides (sols, boues, composts, etc.), la masse minimale des échantillons à analyser et donc à échantillonner est de 1-10 g pour les petits micros et nanoplastiques < 25 µm, 10-50 g pour les microplastiques (25 µm - 1 mm), 300-1000 g pour les grands microplastiques (1 - 5 mm). Le prélèvement d'**échantillons composites**, la réalisation de **triplicats ou l'homogénéisation mécanique** des échantillons avant sous-échantillonnage sont recommandés (avec un mode opératoire excluant l'utilisation de matériel en plastique).

Préparation des échantillons

La préparation dépend des matrices et des techniques d'analyse. De manière générale, les échantillons ne doivent pas être séchés à plus de 50 °C car certains types de microplastiques sont sensibles à la chaleur et peuvent subir des altérations physiques ou chimiques. La préparation des matrices solides devra passer par une **étape de digestion de la matière organique** puis une **phase de séparation** des microplastiques par densimétrie (flottation) pour les séparer des autres particules. La densité de la solution utilisée pour la phase de séparation densimétrique peut avoir un impact sur la nature des polymères détectés par la suite (ex du polychlorure de vinyle qui présente une densité élevée).

Pour les échantillons d'air et d'eau, si un tamisage est réalisé, il est important que la taille de coupure soit indiquée. Dans le cas où une séparation densimétrique est réalisée, la densité de la solution doit également être précisée. L'eau sera ensuite filtrée sur des filtres ou supports avec de nature et de tailles des pores qui seront précisées (souvent 2 à 2,7 µm) ou des membranes anodisées (diamètre de pores 2 µm) qui pourront ensuite être utilisées en Raman ou FTIR (plusieurs types de filtres disponibles).

Lorsque des doutes sur la **présence d'amiante dans les sols** sont identifiés, une première analyse pour **détecter la présence d'amiante est nécessaire**. Il faudra mener un diagnostic amiante

au préalable et prévenir systématiquement le laboratoire en cas de présence avérée d'amiante sur site et appliquer les protocoles de sécurité correspondants.

Analyses

Les méthodes d'analyses sont à sélectionner ou à combiner en fonction des objectifs de l'étude et de la taille des fractions de particules ciblées qui doivent être spécifiés sur le bordereau d'analyse. Le laboratoire devra porter une attention particulière à la **prévention de la contamination croisée au sein de ses locaux**, en réalisant des **blancs de manipulation**. Selon la méthode utilisée, le résultat peut s'exprimer en masse de microplastiques par volume ou masse d'échantillons, en nombre de particules par unité de surface ou sous la forme d'une liste des polymères présents ou des substances qui y sont associées.

Points de vigilance

- La taille des microplastiques analysables dépend des méthodes d'analyse, de la préparation des échantillons,
- Des matériaux inertes (verre, inox, PTFE) doivent être utilisés lors du prélèvement et du stockage (risque de contamination),
- Des blancs de terrain et de laboratoire doivent être réalisés (correction des résultats en cas de contamination croisée),
- Une analyse pour détecter la présence d'amiante est nécessaire lorsque des doutes sur la présence d'amiante sont identifiés.

TECHNIQUE D'ANALYSE	MATRICE	TAILLE CIBLÉE (µm)	COÛT/ ECH. (€)	PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS	AVANTAGES	INCONVÉNIENTS
µ-Raman	Eaux	1 à 100	300-450	Filtration de 0,5 à 5 litres d'eau, rinçage sur membrane, dépôt direct sur lame ou porte-filtre.	Technique non-destructive, Très sensible pour identifier les particules <20 µm. Idéal pour les études de pollution de matrices complexes.	Risque de fluorescence pour les matrices riches en matière organique. Base de données spectrales incomplète pour identifier certains polymères.
	Solides (sols, composts, boues, filtres)		400-550	Séchage à l'air libre sous hotte ou à 40°C en étuve (24 à 72h), tamisage (souvent <5 mm), digestion organique (H ₂ O ₂ ou Fenton), flottation (tri densimétrique), filtration sur membrane, dépôt sur lame ou porte-filtre (de 1 à 10 g secs nécessaires).		
FTIR	Eaux	20 à 5000	250-400	Filtration de 0,5 à 10 litres d'eau sur membrane IR (ex : ZnSe, PTFE), séchage à l'air ou à 40°C	Technique non destructrice. A privilégier en phase de diagnostic. Fournit des informations granulométriques (comptage, répartition en taille). Entre 30 et 40 polymères identifiables. Idéal pour les études de suivi de la pollution diffuse.	Pas efficace pour les particules <20 µm et les polymères translucides. Risque de fluorescence pour les matrices riches en matière organique. Extrapolation approximative de la masse de microplastiques/ ech.
	Solides (sols, composts, boues) et filtres de prélèvement d'air ambiant		350-450	Séchage à l'air libre sous hotte ou à 40°C en étuve (24 à 72h), tamisage (souvent <5 mm), digestion organique (H ₂ O ₂ ou Fenton), flottation (tri densimétrique), filtration sur membrane adaptée, dépôt sur membrane IR. Nécessite 5 à 20 g secs.		
Pyr-GC/MS	Eaux	Toutes les tailles	600-800	Filtration sur membrane de 1 à 20 litres (0.45 à 5 µm selon les tailles des particules ciblées), séchage des particules extraites (12 à 24h sous étuve à 50°C), broyage (< 1 mm), homogénéisation, pesée (nécessite 1 à 10 mg secs), encapsulation.	Obtention d'une masse totale de polymères par échantillon. Temps de préparation court, Peu sensible à la présence de matière organique. Idéal pour déterminer la signature chimique globale du site, et étudier la dégradation des plastiques. Technique à privilégier en phase travaux dans une approche de suivi de chantier.	Technique destructive. Ne fournit pas d'informations granulométriques (ni comptage, ni répartition en taille ou forme) et demande une expertise analytique poussée. Seulement 10 à 15 polymères sont identifiables selon les laboratoires.
	Solides (sols, composts, boues) et filtres de prélèvement d'air ambiant			Séchage de 5 à 10 mg (12 à 24h sous étuve à 50°C), broyage (< 1 mm), homogénéisation, pesée, encapsulation.		

FTIR : Spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier. Pyr-GC/MS : Pyrolyse couplée à la spectrométrie de masse.

Avantages, inconvénients et préparation des échantillons à appliquer pour chaque type d'analyse selon la matrice ciblée.

AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Acquisition des données

- Différentes techniques d'analyse possibles selon les objectifs et la taille des particules ciblées,
- Mise en œuvre simple,
- Techniques d'analyse abouties et complémentaires (masse et quantité).

INCONVÉNIENTS

Acquisition de données

- Risque élevé de contamination croisée des échantillons,
- Temps d'analyse long et coûts d'analyse élevés,
- Diagnostic amiante à mener lorsque la présence d'amiante est supposée ou avérée,
- Pas de méthodologie d'échantillonnage normalisée.

Interprétation

- Comparaison difficile des résultats entre les techniques d'analyse,
- Peu de recommandations sur la prise en compte des blancs de terrain dans l'analyse,
- Pas de valeurs de référence sur les concentrations en microplastiques des matrices.

MATURITÉ DE LA TECHNIQUE



R&D aboutie, indicateurs développés ou en cours de développement, technique peu utilisée sur le terrain

Les deux points d'attention relevés concernent l'**absence d'une méthodologie harmonisée toutes matrices confondues**, ainsi que l'équilibre à trouver entre le **besoin d'acquisition de données** et les **contraintes opérationnelles** liées au travail de terrain.




DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

Compter entre **un jour et une semaine pour l'échantillonnage** des différentes matrices en fonction du nombre d'échantillons prélevés, et de la surface à investiguer. La durée totale d'acquisition de la donnée dépend de la disponibilité des laboratoires d'analyse et du pré-traitement nécessaire des échantillons qui peut s'avérer long. Il faut compter entre **3 et 10 jours pour la préparation des échantillons et l'analyse** et **plusieurs semaines pour l'interprétation**. Un **délai moyen d'un mois** est donc généralement nécessaire pour obtenir un

résultat. Certains laboratoires travaillent sur des méthodes de préparation et d'analyse plus rapides, mais moins précises (classes de tailles supérieures et types de polymères restreints).

PHASE INVESTIGATIONS ANALYSE ET INTERPRÉTATION

Délai associé   

 : jour /  : semaine /  : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Compter entre **50 et 500 € par échantillon pour l'échantillonnage** selon la matrice et les conditions d'accès au site. La préparation et l'**analyse** d'un échantillon **coûtent en moyenne de 350 à 850 €**. À cela il faudra ajouter l'interprétation des résultats et la rédaction du rapport (entre 5 000 et 10 000 € en moyenne).

PHASE INVESTIGATIONS ANALYSE ET INTERPRÉTATION

Coût associé     

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS – RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] ISO 24187:2023 Principes d'analyse des microplastiques présents dans l'environnement

[2] XP T90-g68-1 - Qualité de l'eau - Analyse des Microplastiques dans les eaux de consommation humaine et les eaux souterraines - Partie 1 : méthodes utilisant la spectroscopie vibrationnelle

[3] European Commission : Directorate-General for Environment, 2023. Action de l'Union européenne contre les microplastiques

[4] Palazot M., Froger C., Kedzierski M., ADEME (2023). Projet MICROSOF : Recherche de microplastiques dans 33 sols français

[5] Appel à projets de recherche sur les microplastiques continentaux : quatre projets retenus pour mieux connaître les contaminations environnementales (2023)

[6] GESAMP (2019). Guidelines for the monitoring and assessment of plastic

[7] Preventing Plastic Pollution INTERREG project (2023). Guide d'une approche standardisée pour mesurer et identifier la pollution par les plastiques. 38p.

FICHES TECHNIQUES EPROUVEES





SONDE À INTERFACE MEMBRANAIRE (MIP)

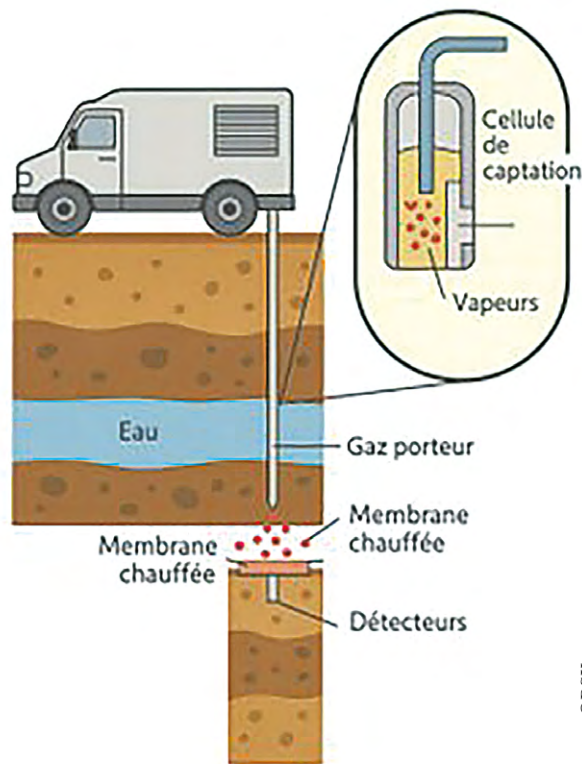
DÉTECTION *IN SITU* EN TEMPS RÉEL DES COV DANS LES SOLS ET LES EAUX SOUTERRAINES

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

La Sonde à interface membranaire (MIP) est une technique d'analyse semi-quantitative *in situ* sans prélèvement et en temps réel des composés organiques volatils (COV) présents dans les sols ou les eaux souterraines.

La sonde MIP est enfoncée dans le sol à l'aide d'un dispositif direct push. À son extrémité, le dispositif est constitué d'une membrane semi-perméable chauffée en moyenne à 120–130 °C pour favoriser la volatilisation des COV présents dans le sol ou la nappe qui l'entoure. Les vapeurs générées traversent la membrane et sont transportées en surface par un gaz porteur vers un train d'analyse contenant un ou plusieurs détecteurs en fonction des composés ciblés (détecteur à photoionisation (PID), détecteur à ionisation de flamme (FID), détecteur spécifique aux halogènes (XSD)). Les signaux générés sont proportionnels à la concentration des polluants du milieu traversé, mais ne donnent pas une concentration exacte sans calibration spécifique (mesure semi-quantitative). Le système d'acquisition synchronise ces mesures avec la profondeur d'avancement de la sonde pour obtenir un profil vertical, en temps réel, de la distribution des COV présents en profondeur.

Elle permet de localiser précisément et rapidement les sources de pollution, d'identifier les interfaces géologiques impactées et d'orienter les sondages. Le couplage avec des capteurs de conductivité (EC) et de perméabilité (HPT) permet de contextualiser les signaux de pollution dans leur environnement géologique.



©RSK - 2025

Schéma de fonctionnement d'une sonde MIP

CONTEXTE D'UTILISATION

La sonde MIP est adaptée aux contextes où une pollution par des COV est suspectée, en profondeur ou non, dans la zone saturée ou non saturée. Elle est pertinente sur des sites à sources diffuses ou multiples, lorsqu'il est nécessaire d'obtenir une lecture continue du sous-sol pour affiner la compréhension des transferts verticaux et horizontaux ou localiser des poches de pollution résiduelles. Son déploiement est utile dans des environnements contraints où la densité des points d'investigations est limitée (zones urbaines, emprises industrielles actives, sites à accès difficile, etc.), ou lorsque le temps imparti à la caractérisation est réduit.

La sonde MIP est particulièrement adaptée aux terrains meubles à moyennement compacts, présentant une bonne pénétrabilité et une perméabilité modérée à élevée (limons, sables fins à moyens, graves peu compactées...). En revanche, la technique rencontre des difficultés de mise en œuvre dans les formations très compactes ou cimentées qui ralentissent la progression de la sonde. La technique n'est pas adaptée aux terrains graveleux, aux alluvions grossiers (galets et graves grossières), et aux moraines (risque de casse de la tête). Dans un sol très argileux, la faible diffusion des polluants vers la membrane peut limiter la détection des COV. La MIP est régulièrement déployée jusqu'à 15 m dans les terrains

favorables mais nécessite un accès et une logistique compatible avec un véhicule porteur ou une sondeuse embarquée.

À quelle étape ?

La MIP peut être utilisée en phase de diagnostic ou de suivi de chantiers de dépollution, en complément ou en amont de forages carottés. La MIP est adaptée aux phases d'investigations environnementales et de diagnostic initial, pour explorer rapidement la verticalité d'une pollution par COV et guider l'implantation des prélèvements de sol ou la position des ouvrages piézométriques ou de piézaires dans les secteurs présentant les concentrations les plus significatives. Grâce à son acquisition continue, elle permet de localiser des poches résiduelles, de discriminer les interfaces perméables et de cibler les zones à enjeux forts pour les prélèvements *in situ*.

En phase de dépollution, la MIP contribue au suivi de l'efficacité des traitements *in situ*, à la vérification de l'abattement des sources et à l'ajustement opérationnel des systèmes de pompage, d'injection ou de confinement. Son usage est également pertinent pour anticiper les transferts verticaux en aval de travaux et mieux dimensionner les actions correctives.

SONDE À INTERFACE MEMBRANAIRE (MIP)

POLLUANTS CONCERNÉS

La MIP est conçue pour détecter de manière **semi-quantitative** les **COV** présents dans le sol en zone saturée et non saturée avec une limite de détection aux alentours du ppm (sols) et du ppb (eaux). Elle est sensible aux hydrocarbures légers de type **BTEX** (benzène, toluène, éthylbenzène, xylènes), aux **essences de type naphta**, et aux **solvants chlorés** (trichloroéthylène, perchloroéthylène, etc.). Le **type de détecteur couplé (PID, FID, XSD) conditionne la nature des composés détectés**. Le PID est sensible aux COV

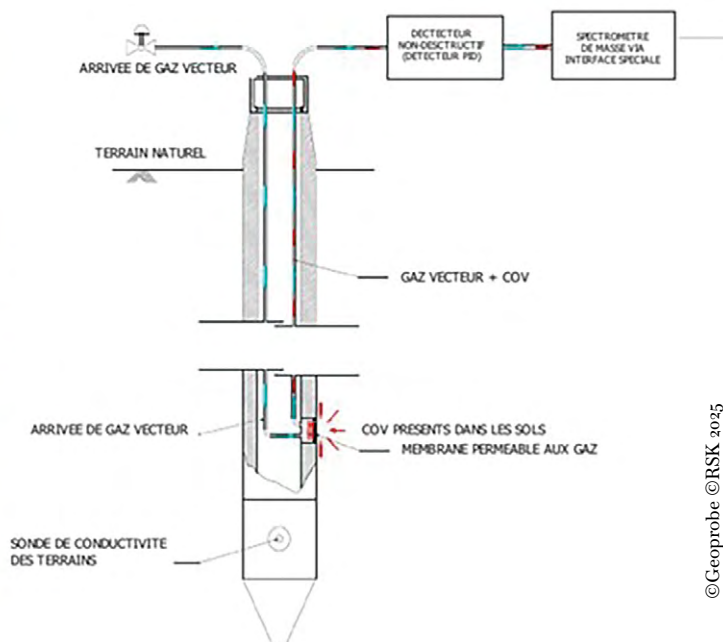
aromatiques et à certains composés oxygénés (ex. : cétones, acétaldéhyde), le FID permet une mesure globale des composés carbonés, et le XSD cible les composés halogénés. L'efficacité de la détection dépend des propriétés physico-chimiques des composés (volatilité, polarité, masse molaire), et leur capacité à traverser la membrane chauffée. Les composés semi-volatils (point d'ébullition > 200 °C) ou peu mobiles peuvent donner un signal atténué ou non détectable.

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

La mise en œuvre de la sonde MIP repose sur une **unité d'avancement de type direct push**, généralement embarquée sur un véhicule ou une sondeuse hydraulique, capable d'enfoncer la sonde jusqu'à la profondeur cible sans forage destructif. La sonde, généralement de diamètre 40 mm, comprend une **cellule de chauffage** équipée d'une **membrane perméable** thermorégulée, un **système de transport des vapeurs** par gaz porteur (azote), et un **ensemble de détecteurs embarqués** en surface, logés dans une unité d'analyse. En fonction des cibles recherchées, le dispositif peut coupler un **PID**, un **FID**, voire un **XSD**, selon la nature des polluants recherchés et la configuration choisie. Le système inclut

également une **chaîne d'acquisition numérique** synchronisée avec la profondeur, un **système de calibration** (gaz étalons), et des capteurs optionnels pour le **couplage avec des mesures de conductivité électrique (EC)**. Un couplage avec des mesures de **perméabilité (HPT)** peut permettre de mieux comprendre les couches préférentielles de transfert des polluants ou envisager une éventuelle dépollution par pompage ou injection.

Un **opérateur formé est indispensable** pour assurer la calibration, le suivi en temps réel des signaux, la gestion des interférences, et l'entretien régulier des composants sensibles (filtres, lampes, lignes).



© Geoprobe © RSK 2025

Schéma du dispositif pour l'usage d'une sonde MIP

MÉTHODOLOGIE

Études préalables

La **détection des COV par MIP** dépend de la **volatilité** des composés. Les **familles de polluants ciblés doivent donc être préalablement identifiées** afin d'anticiper leur compatibilité avec les détecteurs disponibles. La diffusion des COV vers la membrane du MIP peut être limitée dans un sol peu perméable (argileux, ou compact), ce qui peut affecter la détection. La

présence de structures influençant les transferts verticaux et horizontaux des polluants doivent être connues de même que la présence d'une nappe, sa profondeur, et le sens d'écoulement pour positionner au mieux les sondages. Il s'agit aussi d'anticiper **la nature des sols et leur compacité**, car la progression de la sonde peut être limitée ou à éviter en présence de matériaux trop durs ou de structures enterrées intercalaires. Des **tests**

préliminaires sur un ou deux points pilotes peuvent permettre de valider l'applicabilité de la technique. Il est important de **s'assurer de l'accessibilité des zones à investiguer** par un véhicule porteur ou une sondeuse hydraulique, et prévoir les mesures de sécurité associées (détection réseaux, ATEX si besoin).

Calibration

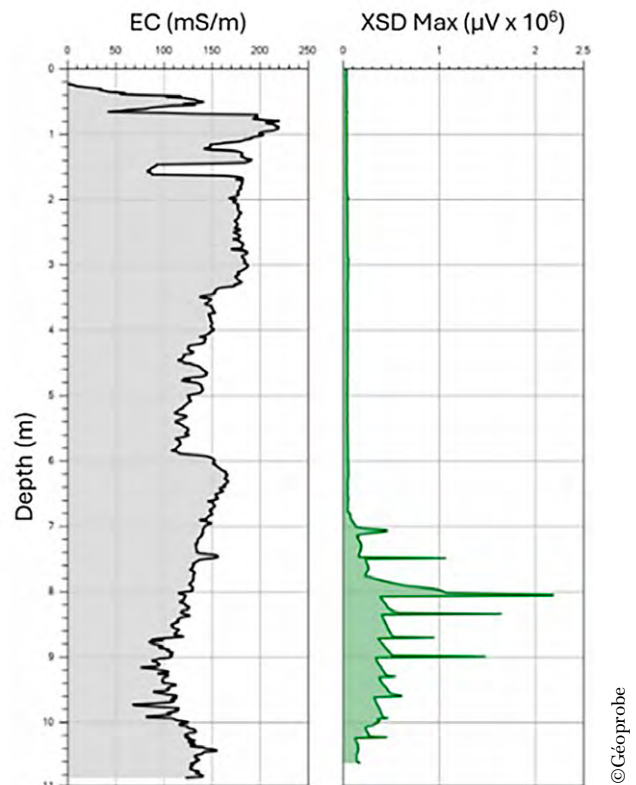
La qualité des données produites par la MIP repose sur une **calibration rigoureuse** du système de détection. Avant et après chaque sondage, la sonde, la membrane, la ligne de corps et les détecteurs doivent faire l'objet de tests à l'aide de solutions standardisées contenant un composé cible ou des gaz étalons. Les détecteurs embarqués (PID, FID, XSD) peuvent être étalonnés à l'aide de **gaz standards de concentration connue** (ex. : mélanges d'isobutylène, de méthane, etc. selon le détecteur utilisé). La calibration se déroule en surface, sur l'unité d'analyse, en injectant le gaz étalon dans le circuit pour ajuster la réponse du capteur à une valeur de référence. Une vérification à l'air ambiant propre (blanc avec bouteille de gaz d'air ou d'azote synthétique certifiée sans COV) est recommandée afin de s'assurer de l'absence de dérive ou de pollution résiduelle du système. Cette opération permet de garantir la **comparabilité des profils** entre plusieurs points et de détecter d'éventuelles anomalies de fonctionnement (dérive du signal, saturation, interférence). Ces étapes doivent être consignées dans le journal de terrain.

Mise en œuvre

La sonde est **progressivement enfoncée dans le sol** par enfoncement statique (direct push), à une vitesse de 1 à 2 cm/s afin de permettre à la membrane d'atteindre sa température maximale et de capter le maximum de polluants volatils à chaque intervalle d'arrêt. La membrane chauffée entre alors en contact avec les milieux traversés, favorisant la volatilisation des COV environnants. Ces composés diffusent à travers la membrane et sont transportés par un flux d'azote vers les détecteurs situés en surface. Les **données sont acquises en continu**, synchronisées avec la profondeur, et restituées sous forme de profils verticaux. La vitesse d'avancement, la température de la cellule, et le débit du gaz porteur sont surveillés en temps réel pour garantir la stabilité du signal. En cas de pollutions concentrées, un **détergent adapté (Alconox)** ou un **débit d'azote** peuvent être utilisés pour nettoyer l'ensemble du matériel entre les sondages. **Les tests doivent être réalisés avant et après chaque sondage** (blanc, test de fin de sonde) afin de confirmer l'absence de dérive instrumentale, ou de pollutions croisées.

Analyse/Interprétation des résultats

Les résultats se présentent sous forme de **profils verticaux d'intensité de signal**, exprimés en mV ou mV/s pour chaque détecteur. Ces signaux traduisent une présence potentielle de COV à différentes profondeurs, **mais ne correspondent pas à une concentration absolue mais semi-quantitative en polluants du milieu. Le signal est proportionnel à leur(s) présence(s).** L'interprétation des données brutes repose sur le contexte géologique et hydrogéologique et sur la **comparaison des signaux entre détecteurs**, leur position dans la stratigraphie et leur recoupement avec les profils de conductivité (EC) ou de perméabilité (HPT).



Profil MIP montrant à gauche la conductivité électrique (EC) du sol et à droite, les signaux d'un détecteur MIP-XSD

L'analyse doit tenir compte des **limites de détection spécifiques**, des éventuelles interférences entre composés (mélanges complexes), ainsi que des effets d'atténuation liés à la nature du sol (porosité, humidité, compacité). L'interprétation finale doit être confrontée à des analyses de confirmation en laboratoire sur des échantillons prélevés a posteriori aux profondeurs ciblées et, pour certains points, dans les matrices dédiées (sols, gaz du sol, eaux souterraines).

Les profils MIP permettent d'établir une cartographie des panaches de pollution, pour définir des volumes d'excavation ou orienter des forages destructifs.

Points de vigilance :

- Il n'est pas possible d'identifier précisément les COV détectés en cas de mélange,
- La mesure est semi-quantitative,
- Chaque détecteur a ses propres **plages de sensibilité** et peut réagir différemment selon les propriétés du ou des composés,
- La technique est **peu adaptée aux formations compactes ou cimentées** (risque de casse),
- Une **humidité élevée des sols (>85 %)**, une **température proche de 0°C**, ou une **perméabilité faible** peuvent réduire la volatilisation des COV et limiter leur détection,
- Les profils MIP doivent être recoupés avec d'autres données (ex. : analyses, sondages, etc.),
- La présence de produits purs peut saturer la membrane MIP, altérer la sonde et fausser les résultats mesurés.



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – RETOURS D'EXPÉRIENCES

AVANTAGES

Polluants

- Différents capteurs sont disponibles en fonction de la famille de COV ciblée.

Mise en œuvre

- Mobilisable en une journée (6 sondages MIP ≤ 10 m peuvent être réalisés par jour),
- Fonctionne de manière autonome depuis un véhicule ou une plate-forme,
- Ne nécessite aucun prélèvement.

Résultats

- Produit un profil vertical continu de la présence de COV,
- Pas de délais d'analyse (mesure en temps réel),
- Couplage possible avec d'autres capteurs HPT (perméabilité) et EC (conductivité) pour faciliter la compréhension des mécanismes de transfert des polluants,
- Permet, en phase de diagnostic avec l'acquisition d'informations sur site en temps réel, de mieux définir l'extension d'une zone source et de pollution concentrée.

INCONVÉNIENTS

Polluants

- Limiter aux polluants les plus volatils (point d'ébullition inférieur à 200 °C).

Mise en œuvre

- Nécessite un accès au site compatible avec l'utilisation d'un dispositif de type direct push,
- Peu adaptée aux sols consolidés (sols compacts, alluvions très grossières, etc.),
- Coût de mobilisation significatif en cas d'intervention sur un nombre limité de sondages ou si les conditions d'accès sont complexes.

Résultats d'interprétation

- Ne permet ni l'identification exacte ni la quantification directe des composés,
- L'interprétation des signaux nécessite des recoupements par des analyses ciblées.

RETOURS D'EXPÉRIENCE :

Les campagnes réalisées en contexte industriel (anciens ateliers de dégraissage, zones de stockage d'hydrocarbures) ou dans le cadre de projets de réhabilitation urbaine ont démontré la **pertinence de la MIP pour localiser des sources en zone saturée**, orienter des piézomètres, des piézajais ou des essais de pompage ou optimiser la stratégie de dépollution. Elle a également parfois permis de détecter des poches de DNAPL non repérées par des sondages classiques, et d'éviter des implantations inutiles de forages profonds. La MIP s'est révélée être un bon outil pour visualiser en 2D ou 3D les panaches de polluants, et caler des modèles hydrodynamiques et hydrodispersifs. Cependant, l'interprétation des signaux en présence de mélanges complexes ou de matrices hétérogènes peut être délicate. Enfin, en raison du coût élevé de la prestation, la MIP est souvent réservée à des sites à enjeux ou à des phases exploratoires bien ciblées.

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

Une fois le matériel acheminé et les tests de calibration réalisés (quelques heures), la sonde peut être **opérationnelle en 1 heure**. 50 à 80 m linéaires peuvent être sondés par jour pour une équipe aguerrie. Le délai varie selon la profondeur, le nombre de sondages et la nature du terrain et la distance entre les points de sondage. Les résultats sont directement visualisables sur site pour une première **interprétation immédiate**. Un traitement approfondi des données (croisement

MIP/HPT/EC, intégration au modèle du site) peut être réalisé dans les jours qui suivent.

PHASE INVESTIGATIONS ANALYSE ET TRAITEMENT

Délai associé



☒ : jour / ☒☒ : semaine / ☒☒☒ : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

La technique présente un **coût unitaire élevé** lié à la logistique embarquée (véhicule porteur, instrumentation, personnel spécialisé) et au matériel de détection. Le coût journalier se situe entre **2 500 et 4 500 € HT**, incluant l'analyse, le matériel, les opérateurs et le traitement des résultats. Ce coût peut être compensé par une **réduction du nombre de sondages destructifs**, le **ciblage précis des forages** à instrumenter dans le contexte de zones étendues

ou complexes, l'**accélération de la phase d'étude** ou un gain de temps dans certains chantiers.

PHASE INVESTIGATIONS ANALYSE ET TRAITEMENT

Coût associé

€€ > €€€

€€

€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] BRGM RP-70901-FR (2023) – Techniques d'investigation innovantes en SSP – outils in situ et mesures en continu

[2] Geoprobe Systems (2013) – Membrane Interface Probe Technical Guide & Operating Principles

[3] Arcilla (2020) – Fiche présentation MIP-HPT

LE DÉTECTEUR À PHOTOIONISATION (PID)

MESURE QUALITATIVE EN TEMPS RÉEL DES COV DANS L'AIR AMBIANT ET LES GAZ DU SOL

DESCRIPTION DU PRINCIPE DE LA TECHNIQUE

Le **détecteur à photoionisation (PID)** est un appareil principalement utilisé en sites et sols pollués pour **identifier la présence de composés organiques volatils (COV) dans l'air ambiant** (mode ppb) **ou dans les gaz du sol** (mode ppm généralement). Attention, **les mesures de COV faites sur le terrain au PID sont qualitatives**, voir semi-quantitatives et ne constituent pas des mesures « vraies » ou à valeur juridique contrairement aux analyses en laboratoire accrédité. Il s'agit d'**une technique de screening** permettant d'orienter les prélèvements et définir des zones ou secteurs méritant des analyses approfondies : elle ne peut servir seule à tirer des conclusions sur un diagnostic et encore moins sur une évaluation des risques sanitaires.

Son fonctionnement repose sur l'ionisation des molécules cibles par rayonnement ultraviolet (UV). Le gaz contenant des COV est aspiré dans une chambre où une lampe UV émet un rayonnement (généralement de 10,6 eV mais adaptable en intensité selon les composés recherchés) capable d'ioniser certaines molécules. Les ions ainsi produits sont détectés par des électrodes, générant un **courant électrique proportionnel**

à la concentration du composé détecté. Le courant généré est converti en une valeur numérique affichée directement sur l'appareil. Le résultat est exprimé en ppm ou ppb équivalent isobutylène (gaz utilisé pour l'étalonnage). Cette **mesure semi-quantitative** permet d'apprécier **en temps réel la concentration de gaz volatils ionisables** présents dans **l'air ou les gaz du sol** (à condition que l'entretien et l'étalonnage du PID soient réalisés préalablement à la mission et conformément aux prescriptions du constructeur, ou fournisseur du matériel). Ces mesures **ne constituent en aucun cas une mesure fiable ou « vraie » de la teneur en COV.**

L'utilisation du PID peut intervenir à différentes étapes d'un projet, tant pour orienter les investigations que pour évaluer l'efficacité de mesures de dépollution ou apprécier l'exposition des opérateurs sur les chantiers (équipement de sécurité). Il peut être employé lors des campagnes d'investigations sols (sondages, fouilles), lors des campagnes de prélèvement de gaz du sol ou d'air ambiant, en phase de suivi de travaux de dépollution sur site avec du dégazage de sols pollués ainsi que lors de travaux de dépollution *in situ* avec extraction de COV.

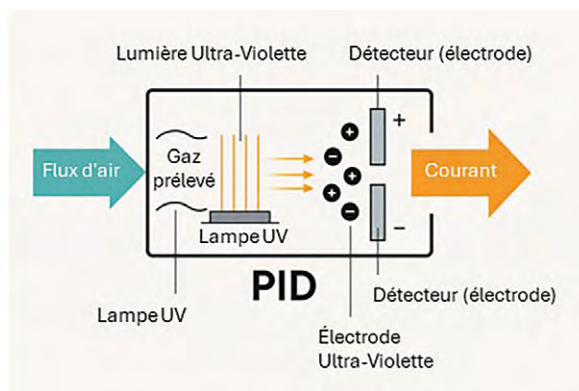
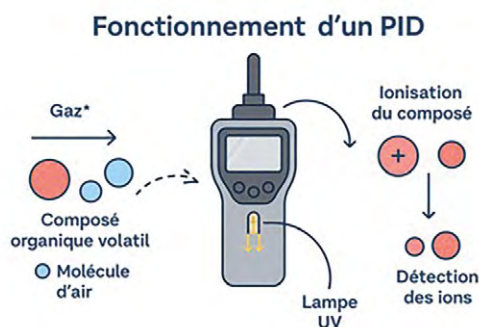


Schéma de fonctionnement du PID

L'utilisation du PID **permet une évaluation instantanée des COV**, offrant ainsi aux intervenants de terrain une capacité de réaction rapide face à une situation potentiellement critique. **Cette réactivité constitue un levier de sécurisation et d'optimisation de la stratégie d'échantillonnage.**

Le PID se distingue par un **coût d'exploitation réduit** par rapport aux méthodes de prélèvement et d'analyse différée en laboratoire. La relative simplicité des opérations d'étalonnage

renforce l'intérêt économique de cet outil pour **les phases de reconnaissance et de suivi environnemental**. Enfin, sa **portabilité**, combinée à une autonomie satisfaisante et à une ergonomie adaptée aux contraintes de chantier, en fait un outil polyvalent et robuste, parfaitement intégré aux routines des investigations de terrain à condition de suivre le protocole d'étalonnage requis.

LE DÉTECTEUR À PHOTOIONISATION (PID)

CONTEXTE D'UTILISATION

Le détecteur PID trouve sa pleine efficacité dans des **contextes où la présence de COV est connue ou fortement suspectée**. Il est particulièrement pertinent sur des sites pollués où des **dégagements gazeux peuvent survenir**, ou lors d'opérations telles que des sondages, des fouilles ou des terrassements. Il constitue alors un **outil de repérage rapide**, utile pour **orienter les prélèvements ou déclencher des mesures de sécurité immédiates**. Il constitue aussi un outil efficace lors des **campagnes de prélèvement des gaz des sols**. Par exemple, en cas de présence de COV détectables par PID, la mesure PID permet de modifier les conditions de prélèvement de gaz du sol et d'éviter la saturation des tubes adsorbants envoyés en analyse.

Sur les **chantiers de dépollution**, le PID est utilisé pour surveiller l'émission de COV pendant la manipulation des matériaux impactés et pour vérifier l'efficacité de mesures de confinement. En revanche, il montre des **limites dans des environnements très humides (>90 %) ou à températures extrêmes (<0 °C ou >50 °C)**, et ne peut être utilisé en zone ATEX sans certification spécifique.

POLLUANTS CONCERNÉS

Le PID est sensible à une large gamme de composés organiques volatils (COV), ionisables par une lampe UV de **10,6 eV**, tels que les **hydrocarbures légers comme les BTEX** (benzène, toluène, éthylbenzène et xylènes) et les **essences de type naphta**. Afin de **détecter certains composés organiques halogénés volatils (COHV)** comme les **solvants chlorés** (ex. : 1,1,1 trichloroéthane, chlorure de méthyle, tétrachlorure de carbone, chloroforme et dichlorométhane notamment), **il convient de changer la lampe du PID** par une lampe d'intensité

À quelle étape ?

Le PID est particulièrement adapté aux **phases exploratoires et opérationnelles** d'un projet SSP. Lors des phases **d'étude initiale** ou de **diagnostic environnemental**, son usage permet de repérer rapidement des zones émissives, d'orienter les points de prélèvement ou de sélectionner les échantillons les plus représentatifs à soumettre à une analyse.

En **suivi environnemental**, notamment dans les gaz du sol ou l'air ambiant, le PID joue un rôle de veille en détectant qualitativement les variations de concentrations. Il permet aussi d'identifier les points de remontée de vapeurs dans les bâtiments (vide-sanitaire, siphons, etc.).

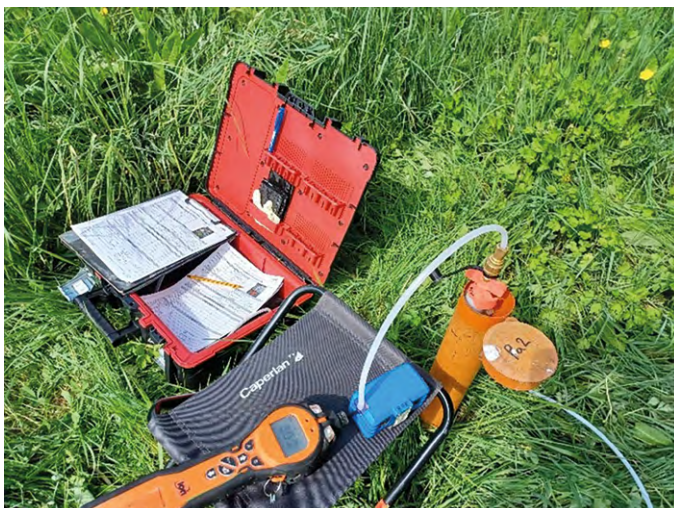
Sur les **chantiers de dépollution**, il contribue à la **sécurité des interventions** et au pilotage opérationnel. Il s'inscrit dans les missions de type B et C définies par la norme NF X31-620-1 qui impose notamment la présence d'un PID sur le terrain pour des raisons de protection des opérateurs.

de 11,7 eV. D'autres familles de polluants peuvent être identifiées comme **les alcools, les cétones ou encore les aldéhydes**, à condition que leur potentiel d'ionisation soit compatible avec l'énergie de la lampe utilisée. Attention, certains composés détectables peuvent donner une réponse faible ou instable en raison de leur adsorption sur les surfaces, leur faible volatilité, leur sensibilité aux conditions environnementales (température, humidité) (ex. : acétone, éthanol).

MATÉRIEL NÉCESSAIRE

Pour mettre en œuvre cette technique, plusieurs équipements sont requis. Le cœur du dispositif est le PID lui-même, équipé d'une **lampe UV capable d'ioniser les molécules cibles**. Ce détecteur doit être associé à une

pompe, intégrée ou externe, assurant l'aspiration de l'air ou des gaz dans la chambre d'ionisation. L'étalonnage est rendu possible grâce à une **bouteille de gaz étalon** – typiquement de l'isobutylène – utilisée avec un **régulateur de débit**.



Présentation du matériel pour l'usage du PID

Enfin, divers accessoires tels que cannes de prélèvement, tuyaux, ou raccords spécifiques peuvent s'avérer nécessaires selon les configurations de mesure. Des filtres à poussières et à charbon actif peuvent être utilisés lors d'une utilisation en présence d'humidité excessive ou d'atmosphère chargée en poussières pour réduire l'humidité ou empêcher que des particules ou des composés non ciblés (ex. : hydrocarbures lourds) saturer ou obstruent les détecteurs.

MÉTHODOLOGIE

Études préalables

Bien que le PID soit un outil de mesure rapide et facilement mobilisable, son emploi ne peut se concevoir sans une **analyse préliminaire du contexte physico-chimique** et des polluants attendus. En effet, la capacité du PID à détecter un composé dépend directement de son **potentiel d'ionisation** (en électronvolt, eV) et de l'énergie de la **lampe UV installée sur l'appareil** (classiquement 10,6 eV). Il est donc essentiel, en amont, d'identifier les familles de composés susceptibles d'être présents sur site (BTEX, solvants chlorés, hydrocarbures légers, etc.) à partir de l'étude historique et documentaire du site, de l'analyse des processus industriels ou usages passés et des données de pollution existantes (analyses de sols, gaz, eaux).

Une **grille d'adéquation** entre les composés attendus et la capacité du PID à les détecter en fonction du type de lampe est fournie par le fabricant à partir des **valeurs de potentiel d'ionisation (PI)**. Certains solvants chlorés (comme le perchloréthylène) ont un potentiel proche ou supérieur à 10,6 eV, et ne seront donc pas ou peu détectés, à moins d'utiliser une lampe à 11,7 eV (rarement installée pour des raisons de fragilité et de pérennité de la lampe : quelques semaines maximum).

D'autres paramètres environnementaux (humidité, pression, température ambiante) doivent également être anticipés, car ils peuvent perturber la mesure.

Ainsi, une **étude préalable**, même sommaire, est indispensable pour **justifier l'usage du PID** au regard des objectifs de terrain, **interpréter correctement ses limites de réponse, et éviter des interprétations erronées** ou un sentiment de fausse sécurité en cas de mesures négatives.

Étalonnage

L'étalonnage (ou calibration) constitue une étape essentielle pour garantir la fiabilité des données. Elle repose sur **l'exposition du PID à un gaz étalon de concentration connue**, généralement de l'isobutylène. L'appareil est d'abord mis à zéro à l'aide d'un air de référence exempt de COV (air ou azote synthétique en bouteille certifié sans COV), puis exposé au gaz étalon pour ajuster sa réponse. Une **vérification de la bonne performance de l'appareil doit être réalisée avec le gaz étalon** à chaque campagne. Un étalonnage correct conditionne la qualité des mesures obtenues, tout en assurant la traçabilité de l'intervention. En cas de dérive, une étape d'étalonnage peut intervenir. **Un étalonnage minimum annuel de l'appareil chez le fournisseur** reste indispensable.

Mise en œuvre

Après étalonnage, la mise en œuvre du PID suit un **protocole rigoureux**. Le détecteur est démarré à l'air ambiant propre afin de **stabiliser sa base de référence**. Une fois la mise à zéro effectuée, les mesures peuvent être entreprises soit en

Pour éviter la rémanence du signal entre deux mesures PID en raison de l'adsorption des COV sur les tuyaux ou cannes utilisés pour le prélèvement, il est recommandé d'utiliser **des cannes ou tuyaux en PTFE ou en silicone**, de purger le système après chaque utilisation avec de l'azote ou de l'air propre, et d'opter pour une longueur et diamètre de tuyau adaptée (des tuyaux trop longs ou trop fins peuvent favoriser l'adsorption des COV et ralentir la réponse du détecteur).

mode ponctuel, soit selon un profil vertical au fur et à mesure de l'avancement d'un sondage. Les valeurs mesurées sont généralement enregistrées manuellement ou automatiquement, avec mention du contexte de mesure (profondeur, localisation, conditions météo). Ce protocole **assure la comparabilité des données** sur un même site et entre différents sites.

Analyse / Interprétation des résultats

Les mesures obtenues par PID sont exprimées en partie par million (ppm) ou par milliard (ppb) d'équivalent isobutylène. Ces données doivent être interprétées comme **des indicateurs semi-quantitatifs** : elles permettent de repérer des anomalies, de prioriser des prélèvements et/ou des analyses ou de déclencher des mesures de protection. En revanche, **elles ne sauraient se substituer à des analyses accréditées en laboratoire, notamment lorsque des comparaisons à des seuils réglementaires ou des évaluations de risques sanitaires sont en jeu**.

Points de vigilance

- Il convient **de nettoyer et de vérifier** le bon fonctionnement du PID (étalonnage, batterie, capteur, écran, pompe, filtre poussière) avant chaque mesure.
- Les mesures doivent être effectuées en conditions stables (sans condensation, en atmosphère non saturée) et documentées précisément (heure, lieu, météo, profondeur).
- Il convient d'éviter de réaliser des mesures au PID en cas d'humidité élevée (>90 %), de températures extrêmes (<0 °C et >50 °C) ou d'atmosphère avec beaucoup de poussières pour ne pas compromettre le bon fonctionnement du capteur.
- Les mesures du PID sont exprimées en équivalents isobutylène. Pour estimer la concentration d'un composé donné, il est nécessaire de multiplier la valeur affichée par un facteur de correction (CF).
- Il convient de s'assurer que les composés ciblés sont bien ionisables avec la source UV utilisée (voir **facteurs de réponse spécifiques** fournis par le fabricant).
- La réponse de certains composés peut être faible ou instable en raison de leur adsorption sur les surfaces, leur faible volatilité, ou leur instabilité chimique.
- Le PID ne permet pas d'identifier les composés présents. En présence de plusieurs COV ou COHV, la lecture reflète une concentration globale, sans distinction des composés.
- Les résultats issus du PID ne peuvent pas être utilisés comme preuves opposables sans être confirmés par des méthodes analytiques normalisées.



AVANTAGES – INCONVÉNIENTS – MATURITÉ DE LA TECHNIQUE

AVANTAGES

Polluants

- Bonne sensibilité à de nombreux COV.

Mise en œuvre

- Technique portable utilisable dans des environnements variés,
- Coût réduit par rapport aux méthodes de prélèvement et d'analyse différée en laboratoire,
- Simplicité des opérations d'étalonnage.

Résultats d'interprétation

- Fournit des mesures instantanées, en temps réel, et une évaluation semi-quantitative en COV.

INCONVÉNIENTS

Polluants

- Ne permet pas d'identifier les composés présents,
- Certains polluants peuvent être mal ou pas détectés en cas d'utilisation d'une lampe à 10,6 eV.

Mise en œuvre

- Nécessite l'application d'un protocole rigoureux et d'une prise en compte des conditions de mesure pour assurer la comparabilité des données sur et entre différents sites,
- Ne peut être utilisé en zone ATEX sans certification spécifique.

Résultats d'interprétation

- La réponse du PID peut être influencée par les conditions environnementales (humidité, poussières, température élevée, etc.).
- Les résultats doivent être confirmés par des méthodes analytiques normalisées.

RETOURS D'EXPÉRIENCE :

Le PID s'est avéré utile pour localiser des nappes d'hydrocarbures légers dans des remblais. Cependant, il peut sous-estimer la présence de solvants chlorés volatils non détectés en raison de leur faible ionisation, mais confirmés par analyse en chromatographie. Le PID a fait ses preuves concernant la détection rapide des COV et le suivi en temps réel de leurs concentrations dans l'air ambiant ou les gaz du sol. C'est un véritable **outil d'aide à la décision sur site**, en complément des prélèvements pour analyses en laboratoire. Cependant, il nécessite un étalonnage rigoureux et une interprétation prudente des résultats, notamment en présence de mélanges de polluants. Il convient de porter attention aux points de vigilance listés précédemment lors de sa mise en œuvre et l'interprétation des résultats.

DÉLAIS DE MISE EN ŒUVRE

L'un des principaux avantages du PID réside dans sa rapidité de mise en œuvre. Le déploiement sur le terrain peut être **effectué en moins d'une heure**, incluant les opérations d'étalonnage, les vérifications de bon fonctionnement et l'adaptation aux conditions locales. Le matériel étant portable et autonome, il ne nécessite pas d'infrastructure particulière ni de logistique lourde. La mesure étant obtenue en temps réel, **l'interprétation des résultats peut être réalisée immédiatement** par les opérateurs présents, permettant une prise de décision rapide (orientation des sondages, adaptation du prélèvement, sécurisation du chantier, etc.). Il est toutefois

recommandé de reporter ces données dans un rapport structuré intégrant les limites d'interprétation, ce qui peut nécessiter **un délai de traitement d'une journée supplémentaire selon le niveau de formalisme requis**.

PHASE INVESTIGATIONS ANALYSE ET TRAITEMENT

Délai associé



⌘ : jour / ⌘⌘ : semaine / ⌘⌘⌘ : mois

ÉLÉMENTS DE COÛTS

Du point de vue économique, l'utilisation du PID reste très compétitive. Le coût unitaire des mesures est faible, notamment en comparaison des analyses de laboratoire. Le principal poste de dépense concerne **l'acquisition ou la location du matériel (de 150 à 250 €/jour pour la location, jusqu'à 6 000 € à l'achat)**, ainsi que la formation initiale des opérateurs et la maintenance périodique (compter 200 à 300 € pour l'étalonnage et l'entretien annuel).

PHASE INVESTIGATIONS ANALYSE ET TRAITEMENT

Coût associé



€ < 100 € / €€ < 1 000 € / €€€ > 1 000 €

POUR EN SAVOIR PLUS - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] ASTM D5730-98 – Guide for Site Characterization for Environmental Purposes with Emphasis on the Vadose Zone

[2] US EPA Method 3815 – Screening for Volatile Organic Compounds Using PID Technology

[3] BRGM RP-70901-FR (2022) – Guide technique sur l'échantillonnage des sols pour la recherche de composés organiques volatils et semi-volatils et son annexe 3 – Exemple de protocole d'utilisation du PID

[4] Technical Note TN-106 – A Guideline for PID Instrument Response (Honeywell, 2015)

[5] RAE Systems (2013) – The PID Handbook, 3e éd. : Theory and Application of Direct-Reading PIDs

[6] Norme NF ISO 18400-301, Qualité du sol – Échantillonnage et mesures semi-quantitatives sur site des composés organiques volatils dans le cadre des investigations de terrains



DIAGNOSTIC



DÉPOLLUTION



SUIVI

techniques-innovantes-ssp@brgm.fr