

DIAGNOSTIC ET CARACTÉRISATION D'UN SITE POLLUÉ : COMPARAISON DE TECHNIQUES D'ÉCHANTILLONNAGE DES SOLS

Valérie Laperche (*, **) et Laurent Eisenlohr (**, ***)

(*) BRGM, Orléans (**) CNRSSP, Douai (***) CETE de Lyon / LRL Environnement, Bron

Une connaissance précise de l'état de pollution des sols est une des conditions indispensables pour la mise en place d'une technique de dépollution efficace. Une telle connaissance passe par la mise en oeuvre de campagnes d'échantillonnage permettant d'obtenir des données environnementales représentatives, c'est-à-dire minimisant les risques d'erreurs inhérents aux investigations de terrain. L'objectif du travail réalisé est de tester sur site la représentativité de l'échantillonnage des sols au travers de l'influence de la stratégie d'échantillonnage et de l'outil de prélèvement utilisé.

Malgré les caractéristiques distinctes des outils utilisés (tarière et pelle mécanique) et des quantités différentes de sol prélevées, il ne semble pas y avoir d'influence de l'outil de prélèvement sur le résultat d'analyse.

L'échantillonnage aléatoire prête à caution, car il n'a pas toujours permis de restituer les zones polluées détectées avec un échantillonnage systématique. En outre la représentativité de l'état de pollution n'est pas nécessairement améliorée par une échelle d'observation plus fine.

La représentativité des mesures reste donc un objectif exigeant et avant de choisir une stratégie d'investigation, il est nécessaire de prendre en compte tous les éléments en notre connaissance en fonction de l'objectif poursuivi. De plus, pour la réussite d'un diagnostic une réflexion sur le programme d'échantillonnage doit être engagée dès le début car c'est sur sa base que seront estimés les volumes de terres à traiter.

The choice of a suitable soil sampling strategy plays an important role in the characterization of contaminated land. In order to achieve representative sampling it is necessary to minimize errors due to field investigation, i.e. soil sampling, tool sampling, soil types and land uses.

The main objective of this work was a comparison of sampling strategies for mapping trace element concentrations at a given site. The studied area is a former arsenical pesticide manufactory site. Sampling area is approximately 5000 m². Soil samples were

collected during 1999 and 2001, on a regular grid of 10 x 10 m and 20 x 20 m. Additional sampling was also carried out on the basis of a regular grid of 5 x 5 m on two particular zones. At each sampling point two different tools were used (power shovel and hand auger). Random sampling was also used and compared to regular soil sampling.

A total of 121 soil samples were collected. Arsenic concentration was analysed on each sample. Arsenic concentrations ranged from 100 mg·kg⁻¹ to 14 000 mg·kg⁻¹. The topsoil (0 to -20 cm) has a higher arsenic content than the lower layers (-20 to -40 cm and -40 to -60 cm). The regular sampling appears to be the better strategy to achieve representative soil sampling. On the other hand, an increase of the number of sampling points does not necessarily improve soil sampling representativity. The use of the two tools provides similar arsenic concentrations. This paper argues for more research on sampling strategies and the need for a multidisciplinary approach.

INTRODUCTION

Lors du diagnostic d'un site potentiellement pollué, le but d'une campagne d'échantillonnage est d'obtenir une image aussi représentative que possible de l'étendue de la pollution. Pour atteindre cet objectif, l'opérateur doit sélectionner un certain nombre de paramètres clés qui influenceront les résultats, tels que le choix de la maille d'échantillonnage, l'outil et la méthode de prélèvement, mais aussi le mode de représentation et de calcul des résultats. Outre l'expérience de l'opérateur, la connaissance du site (historique, visite préliminaire,...) reste un facteur déterminant de réussite du diagnostic^[1, 2, 3, 4]. Afin d'étudier l'influence de certains de ces paramètres des campagnes d'échantillonnage des sols ont été réalisées sur le site d'une ancienne usine fabriquant des produits phytosanitaires à base d'arsenic.

MATÉRIELS ET METHODES

Le terrain investigué est situé sur une plate-forme alluviale. Le substrat de la plaine alluviale est constitué de dépôts sableux ou sablo-argileux dans les 2 premiers mètres et de sables plus ou moins riches en gravier et galets jusqu'à 11 mètres de profondeur^[5].

Description du site

La superficie de la parcelle échantillonnée est de 5 000 m². Elle est recouverte de 2 zones boisées de 1 500 m² au total. Elle est située au sud-ouest du site au pied d'une plate-forme de remblais divers^[6]. Ces remblais, constitués de scories noires, de débris de briques rouges, de schistes noirs et d'autres déchets proviennent de l'activité industrielle passée puisque des analyses révèlent un fort pourcentage en arsenic (As) de 5 à 16 %^[7]. Cette zone de remblais est considérée comme la source primaire de pollution des sols de la parcelle située en contre bas au sud^[8]. Tous les sols échantillonnés sont naturels (en place) mais on peut remarquer dans les profils de fosses la présence de débris caractérisant une activité industrielle passée (débris de scories, briques rouges, ...).

Stratégie d'échantillonnage et traitement des résultats

Plusieurs stratégies d'échantillonnage et outils de prélèvement ont été testés sur la parcelle :

- un échantillonnage systématique selon une maille carrée de 10 m ou 20 m, avec des resserrements locaux à 5 m.
- un échantillonnage aléatoire (basé sur l'échantillonnage à 10 m).
- un échantillonnage à grande échelle tous les 0,4 m. Des prélèvements (550 à 650 g) ont été effectués sur les parois rafraîchies de fosses de plus grandes dimensions de 1,6 m de large et de 1,2 m de profondeur.
- dans le cadre de l'échantillonnage à 10 m, des prélèvements ont été effectués sur un même point d'abord à l'aide d'une tarière à main de diamètre de 4,5 cm (200 à 240 g) puis des prélèvements ont été effectués (550 à 650 g) sur les parois rafraîchies de fosses de petite dimension (0,8 m de large) ouvertes à la pelle mécanique pour une profondeur de 1,2 m.

La représentativité spatiale des mesures en arsenic des sols pour les différentes stratégies et/ou échelles d'observation a été comparée, permettant de dresser un état de contamination des sols sur l'ensemble de la parcelle.

Tous les prélèvements ont été géoréférencés et introduit dans un SIG (ArcView-Esri). Ce programme a été utilisé pour la réalisation des cartes de teneurs en utilisant comme interpolateur l'inverse des distances.

Préparation des échantillons et analyse chimique

Après séchage à l'air sous une hotte ventilée, tous les

échantillons ont été tamisés à 2 mm pour éliminer les éléments grossiers. Une aliquote de chaque échantillon a ensuite été broyée (< 100 µm). Le protocole utilisé pour la préparation au dosage de l'arsenic^[9] est une attaque acide (HCl). Les solutions ont ensuite été analysées par spectrométrie ICP-AES.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Les statistiques des teneurs en As ont été calculées séparément pour les échantillons prélevés en surface (0 à -0,2 m) et ceux en profondeur (-0,2 à -0,4 m et de -0,4 à -0,6 m) (tableau 1).

Tableau 1 : Statistiques élémentaires des teneurs en As (mg.kg⁻¹) pour les échantillons prélevés dans les fosses ouvertes à la pelle mécanique.

Profondeur	Nb éch	mini-mum	maxi-mum	Q ₅₀	m	σ	σ/m
0 à -0,2 m	63	119	13 753	701	1 531	2 528	1,65
-0,2 à -0,4 m	48	104	3 046	471	674	643	0,95
-0,4 à -0,6 m	12	51	977	289	339	69	0,20

La moyenne, la médiane et le maximum indiquent des teneurs en arsenic nettement plus élevées dans les niveaux de surface qu'en profondeur. L'écart-type est toujours supérieur pour l'échantillonnage réalisé en surface, cette variation étant principalement due à trois valeurs élevées 8 573, 12 877 et 13 753 mg.kg⁻¹ (figure 1a).

À l'échelle de la parcelle, 2 zones fortement polluées en surface (0-0,2 m) en arsenic ont été identifiées (figure 1b), l'une en contrebas des remblais de l'usine au nord-ouest et l'autre plus au sud de la parcelle correspondant au point bas topographique. Ces spots de pollution se retrouvent dans la couche sous-jacente (0,2-0,4 m). Le bruit de fond local en arsenic analysé au nord-ouest de la parcelle est relativement élevé de l'ordre de 200 mg.kg⁻¹.

Les teneurs en arsenic des sols au pied des remblais sont généralement élevées de 1 000 à 8 500 mg.kg⁻¹, avec 2 valeurs supérieures à 12 000 mg.kg⁻¹, puis diminuent progressivement jusqu'au milieu de la parcelle pour atteindre des teneurs < 150 mg.kg⁻¹. Les fortes teneurs localisées à proximité des remblais indiquent une origine de la pollution provenant de cette zone située au nord de la parcelle (présence de nodules centimétriques de produits arseniés finis bleus remarqués dans une fosse).

Des valeurs élevées ressortent également dans la zone où la topographie est la plus basse. Dans ce cas, les teneurs les plus élevées se retrouvent dans un horizon argileux de surface de quelques centimètres d'épaisseur. Une étude récente^[10] a montré que les valeurs élevées en arsenic dans cette zone étaient dues à la présence

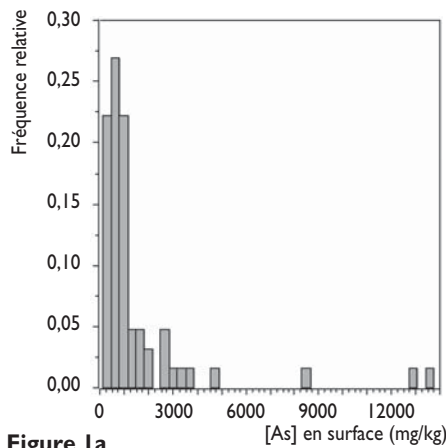


Figure 1a

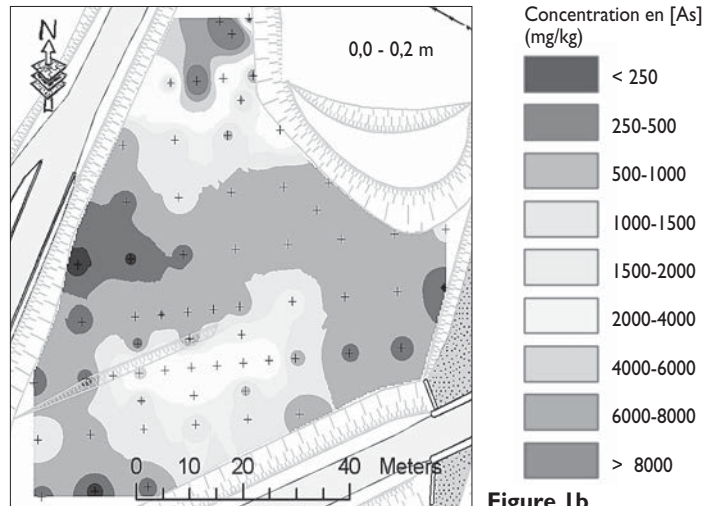


Figure 1b

Figure 1 : Histogramme (1a) et cartographie (1b) des teneurs en As (mg.kg-1) des sols de surface (0 à -0,2 m)

d'une couche de 1 cm d'épaisseur plus ou moins continue à une profondeur de 0,2 m composée de schulténite (PbHAsO₄) insecticide probablement fabriqué dans l'usine. De rapides tests de percolation de ces sols par de l'eau déminéralisée ont montré que 5 à 10 % d'arsenic se retrouvent dans les percolats, montrant ainsi un possible transfert. Une autre source de pollution de la parcelle, pour l'ensemble du terrain cette fois, peut être un enrichissement en arsenic des sols dû aux retombées

atmosphériques (fumées des cheminées).

Influence du mode de prélèvement

La comparaison des teneurs en arsenic a été faite sur des prélèvements effectués au même endroit, l'un avec une tarière et l'autre sur les parois d'une fosse creusée à la pelle mécanique. La première méthode est aveugle et la nature de l'outil utilisé entraîne une sélection granulométrique des particules récoltées (la tarière repousse les blocs centimétriques). Les profondeurs échantillonnées ne sont pas rigoureusement identiques avec les deux outils et en plus l'échantillonnage n'a pas été effectué par les mêmes opérateurs. En revanche, l'objectif était le même : réaliser un prélèvement significatif d'une pollution de surface (0-0,2 m) et un autre plus en profondeur (0,2-0,4 m) pour caractériser un éventuel transfert du polluant. Malgré ces différences, les teneurs en arsenic obtenues dans les échantillons prélevés à un même endroit par les deux outils sont bien corrélées (figure 2). Cette corrélation est meilleure en surface ($r^2=0,82$) qu'en profondeur.

Comparaison des différentes échelles d'observation

A partir de l'ensemble des résultats obtenus en surface à la maille de 10 m, les simulations de cartographie des teneurs ont été tentées à la maille de 20 m, correspondant à 4 options distinctes, donnant chacune des résultats différents de la répartition apparente de la pollution en arsenic sur la parcelle (figure 3 page suivante). Dans un seul des 4 cas, le maillage à 20 m donne une représentation de la pollution similaire à celle du maillage à 10 m (figure 3a). Pour les autres, on perd une partie de l'information en minimisant l'ampleur de la contamination ; ainsi par exemple, la figure 3d montre une répartition assez homogène du polluant ne dépassant pas 2 000 mg.kg⁻¹. Ces simulations avec un maillage de 20 m montrent l'hétérogénéité de distribution en arse-

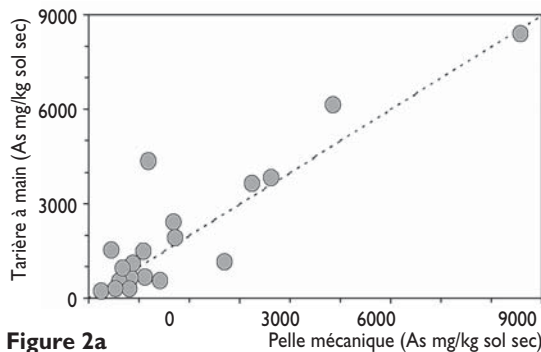


Figure 2a

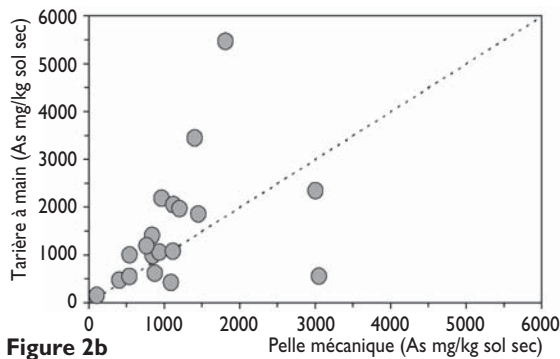


Figure 2b

Figure 2 : Comparaison des teneurs en As des sols de surface (a) et profondeur (b)

nic avec un halo de distribution inférieur à 20 m dans le cas présent. Ce qui implique qu'un maillage plus fin est ici un meilleur choix pour établir le diagnostic du site.

Cependant, même avec une maille à 20 m, la densité de mesure reste très importante et nettement supérieure à celle pratiquée classiquement pour les diagnostics environnementaux. Afin de se rapprocher des pratiques courantes et de tester l'influence de l'expérience de l'opérateur sur l'image de l'état de pollution d'un site, il a été demandé à 2 personnes ayant travaillé sur le site de choisir, sans connaître les résultats analytiques, 10 des 47 points d'échantillonnage (maille 10 x 10 m). Malgré une densité de points de mesure élevée (20 pts/ha) et une très bonne connaissance du site, les représentations des deux opérateurs ne permettent pas de visualiser la 2^e zone fortement polluée au sud de la parcelle (figure 4). En revanche, la 1^{ère} zone polluée située au pied des remblais a été mise en évidence dans les deux cas. Ce test montre clairement que la représentativité d'un échantillonnage ne dépend pas uniquement de paramètres pragmatiques (stratégie et plan d'échantillonnage, densité de points de mesure, connaissances du site, etc.). Un échantillonnage avec un maillage plus serré à 5 m a été effectué dans les deux zones fortement polluées au nord près des remblais, et dans la partie centrale du terrain. Au centre, ce nouvel échantillonnage n'apporte pas d'information supplémentaire sur la répartition de la pollution. Il confirme les résultats obtenus avec la maille à 10 m. Par contre, au nord, cet échantillonnage met

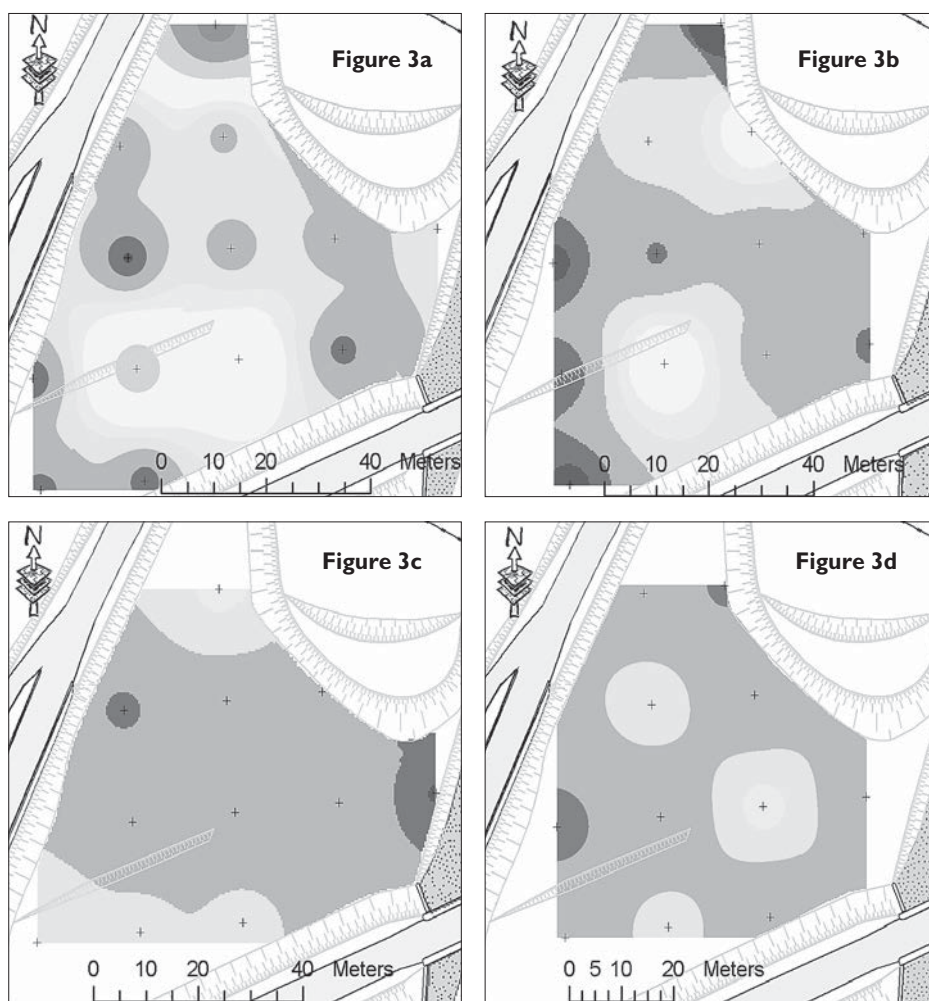


Figure 3 : Stratégie d'échantillonnage des sols de surface avec une maille de 20 m

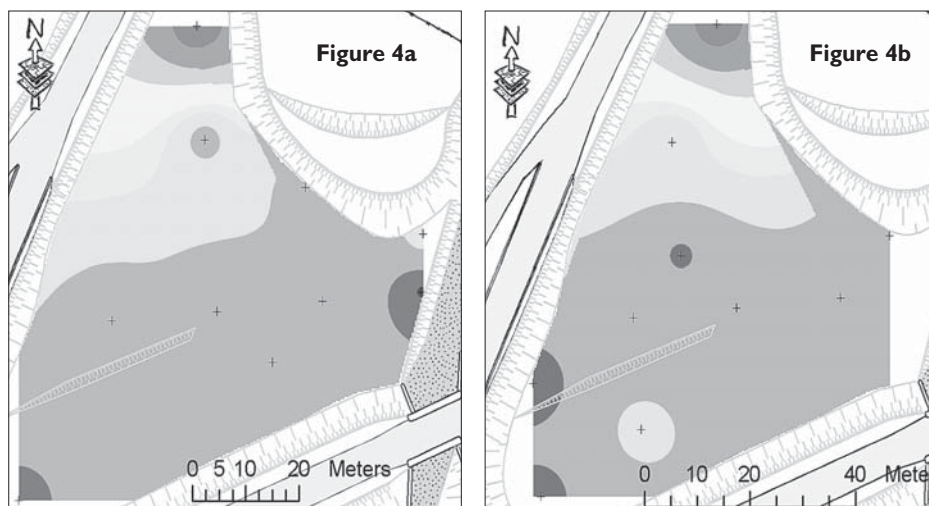


Figure 4 : Carte des teneurs en As des sols de surface obtenue par les opérateurs

en évidence des teneurs en arsenic de près de 14 000 mg.kg⁻¹, c'est à dire des pics de pollution plus intenses mais très ponctuels. La variabilité des teneurs en arsenic près des remblais est importante. Sur 400 m², on obtient des teneurs allant de 120 à 14 000 mg.kg⁻¹.

Cette zone est représentative de la totalité de l'histogramme c'est-à-dire des plus basses teneurs aux plus élevées. Puisque la distribution des teneurs sur cette zone de 400 m² apparaît hétérogène et discontinue on peut envisager qu'un maillage plus serré permettrait de mettre à jour d'autres secteurs pollués d'extension réduite.

Deux grandes fosses (1,6 m x 1,6 m) ont été creusées près des remblais dans un secteur moyennement contaminé permettant ainsi de faire 9 prélèvements tous les 0,4 m en surface (0 à -0,2 m) et 9 prélèvements tous les 0,4 m en profondeur (-0,2 à -0,4 m) sur deux des parois des fosses. Une des deux montre une variation des teneurs importante en surface de 278 à 1 075 mg.kg⁻¹. En profondeur les teneurs varient de 156 à 269 mg.kg⁻¹ et sont en moyenne 3,5 fois inférieures à celles de la surface (figure 5).

Dans une couche, on observe des différences entre deux échantillons voisins de 0,4 m de l'ordre de 250 % (278 à 768 mg.kg⁻¹). À l'échelle de la parcelle, ces teneurs sont représentatives de la partie la plus faible de l'histogramme et montre donc l'intérêt d'utiliser une stratégie d'échantillonnage régulière sur l'ensemble de la parcelle. Sur la base de stratégies d'échantillonnage différentes, on montre l'importance de la variabilité des teneurs à différentes échelles d'observation et également pour diverses possibilités d'observation (ou simulations et cela pour une même échelle : voir maille d'observation à 20 m). Ceci pose clairement les limites d'un échantillonnage ponctuel sur cette parcelle où co-existent diverses origines de la pollution en arsenic et/ou divers modes de développement de cette pollution au cours du temps (durant la période d'activité de l'usine mais également depuis sa fermeture : retombées atmosphériques, zones de dépôt, enfouissement de déchets...). De tels constats ont été mis en évidence sur le site d'une ancienne cokerie au sol totalement remanié^{[1][4]}.

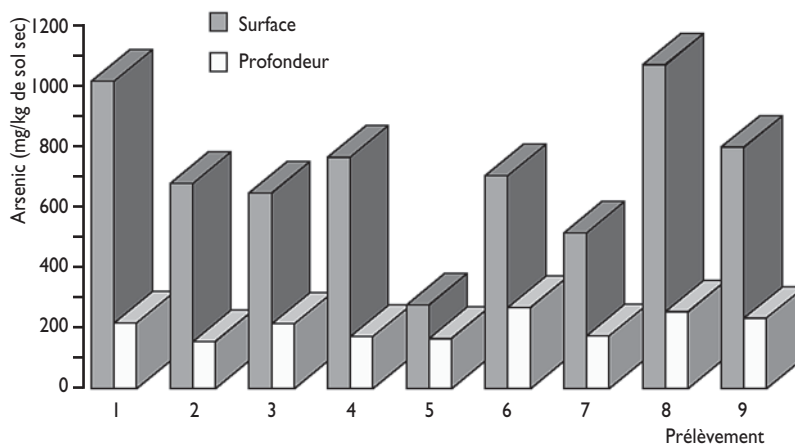


Figure 5 : Comparaison des teneurs en As des sols prélevés tous les 0,4 m

CONCLUSION

Les investigations effectuées sur la problématique de l'échantillonnage des sols ont permis de caractériser une parcelle de 5000 m² contaminée en arsenic avec deux zones plus fortement polluées en surface. En profondeur, les teneurs chutent rapidement pour atteindre des valeurs proches du bruit de fond local. Malgré les caractéristiques distinctes des outils utilisés (tarière et pelle mécanique) et particulièrement les quantités prélevées différentes, il ne semble pas y avoir d'influence sur les teneurs en arsenic.

Par contre l'approche utilisant la variation de la maille de prélèvement (échantillonnage à différentes échelles : 0,4 ; 5 ; 10 et 20 m) permet de mieux appréhender la difficulté de représentativité spatiale des teneurs obtenues lors d'un diagnostic de pollution. Cette représentativité n'est pas nécessairement améliorée pour une distance d'échantillonnage < 5 m dans la zone sud de la parcelle où les teneurs en arsenic sont comprises entre 3000 et 5000 mg.kg⁻¹. En revanche, au pied des remblais, l'échantillonnage plus resserré a permis de localiser des zones, certainement très réduites mais fortement polluées avec des teneurs en arsenic >10 000 mg.kg⁻¹. Une façon d'améliorer la représentativité spatiale des teneurs en polluant est de permettre à l'opérateur d'acquiescer une bonne connaissance du site avant qu'il ne choisisse sa stratégie d'échantillonnage et détermine la localisation des points de prélèvement : c'est, entre autres, l'objectif d'une étude historique du site, d'une visite préliminaire et de l'analyse de quelques échantillons préalablement au diagnostic sensu stricto.

Les travaux réalisés dans le cadre de cette étude, et ceux effectués par ailleurs au CNRSSP^{[1], [4]} montrent l'importance de cerner la variabilité des teneurs à toute échelle d'observation, aussi bien sur des anciens sites industriels aux sols habituellement fortement remaniés que sur des sols naturels en place. Ceci

implique de privilégier le recours à une maille d'échantillonnage régulière, relativement dense, particulièrement si la variabilité des teneurs est grande et de ne pas minimiser le nombre de prélèvements même si la maîtrise des coûts liés à une opération de diagnostic de pollution reste un objectif non négligeable. Seul un échantillonnage régulier, non préférentiel, permettra un retour sur le terrain pour réaliser des prélèvements complémentaires cohérents avec les premiers (par exemple une autre échelle d'observation). Ce type de démarche est nécessaire dans le cas de l'utilisation de la géostatis-

tique pour estimer les volumes de terres contaminées et donc les coûts de traitement.

Valérie Laperche *, **, et **Laurent Eisenlohr** **, ***

* BRGM, 3 avenue Claude Guillemin, BP 6009, 45060 Orléans cedex 2,

** CNRSSP, 930 Boulevard Lahure, BP 537, 59505 Douai cedex,

*** CETE de Lyon / LRL Environnement, 25 avenue François Mitterrand, Case n° 1, 69674 Bron Cedex

Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier l'Ademe qui a soutenu la réalisation de cette étude, ainsi que les industriels et institutions partenaires du CNRSSP.

Références

- [1] Jeanne N. (2001) : *Caractérisation géostatistique de pollutions industrielles de sols. Cas des hydrocarbures aromatiques polycycliques sur d'anciens sites de cokeries* -Thèse de doctorat en géostatistique, ENSMP, Paris, 193 p.
- [2] Sastre J., Vidal M., Rauret G. and Sauras T. (2001) : *A soil sampling strategy for mapping trace element concentrations in a test area* - Sci. Total Environ., 264 :141-152
- [3] Tack F.M.G. and Verloo M.G. (2001) *Guidelines for sampling in Flandres (Belgium)* - Sci. Total Environ., 264 :187-191
- [4] Wavrer P. et Jeanne N. (1998) : *Échantillonnage de sites contaminés par des polluants organiques. Comparaison de différentes stratégies et outils* - Rapport CNRSSP/1998/27, octobre 1998, 45 p.
- [5] BRGM, (2000) : *Site de la Vieille Usine à Auzon. Rapport de Synthèse des travaux de caractérisation sur l'état du site; recommandations en vue de la réhabilitation du site* - Rapport BRGM R40910. 46 p.
- [6] Eisenlohr L. (2000) : *Ancienne usine de produits phyto-sanitaires. Compte rendu de la campagne d'échantillonnage* - Rapport CNRSSP/00/04, février 2000, 10 p.
- [7] Laperche V. (2000) : *Étude de la spéciation et de la distribution de l'arsenic sur le site de la vieille usine d'Auzon : État des lieux – Caractérisation des*

échantillons : Rapport CNRSSP/2000/22, décembre 2000, 27 p.

[8] Laperche V. et Eisenlohr L. (2001) : *Échantillonnage d'un site contaminé par l'As. Comparaison de différentes stratégies et représentativité de l'échantillonnage des sols*. Rapport CNRSSP/2001/11, décembre 2001, 33 p.

[9] Thomas P., Finnie J.K. and Williams J.G. (1997) : *Feasibility of identification*

and monitoring of As species in soil and sediment samples by coupled high-performance liquid chromatography inductively coupled plasma mass spectrometry - Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 12, 1367-1372

[10] Cances B. (2001) : *Spéciation et mécanismes de transfert de l'arsenic sur une friche industrielle contaminée* - Rapport d'avancement, CNRSSP/01/20, décembre 2001, 26 p.

WWW.
pro-environnement.com

Information et documentation pour les professionnels de l'environnement

1600 formations à l'environnement
accès gratuit aux deux bases de données

Base de données de l'éco-industrie
enregistrement et accès gratuit

Archives éditoriales du mensuel Environnement & Technique
accès gratuit pour la recherche d'articles

Archives éditoriales du trimestriel Déchets Sciences & Techniques
accès gratuit pour la recherche d'articles

Archives éditoriales de la lettre Info Santé Déchets
accès gratuit pour la recherche d'articles