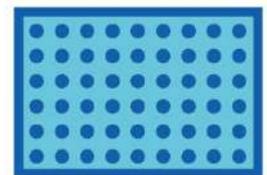
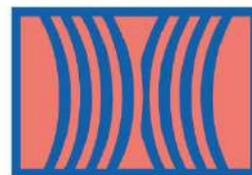


COMMUNICATIONS ORALES

5^e RENCONTRES NATIONALES

de la Recherche sur
les sites et sols pollués

04 et 05 février 2025 - Paris



Recueil des résumés

ATELIER 1A : Nouvelles approches
et outils de caractérisation in situ

En partenariat avec :



Atelier 1A

Nouvelles approches et outils de caractérisation in situ

[Caractérisation et interprétation des résultats]

Imagerie des flottants dans un sol alluvionnaire anthropisé 3

Comparaison entre approches traditionnelles et diagraphies utilisées pour les hydrocarbures et la lithologie

Analyse combinée chimique et minéralogique XRF-XRD sur site : application sur la mine d'Abbaretz (As) 11

Phytoscreening et appareils de mesure terrain 18

Phytoscreening appliqué aux hydrocarbures, COV et métaux, et couplage aux instruments de terrain

Développement de la dendrochimie appliquée aux sites pollués 25

Approche multi techniques pour l'analyse des traceurs et co-traceurs des polluants cerne par cerne

Imagerie des flottants dans un sol alluvionnaire anthropisé

Comparaison entre approches traditionnelles et diagraphies utilisées pour les hydrocarbures et la lithologie

Antonin VAN EXEM*¹, Audrey CHEREAU¹, François-Joseph ROUDAUT¹, Mohamad DHAINI ¹, Véronique LANGARD², Deborah JOHNSTON², Eric DONDAINE³, Philippe KASSEM³.

¹ Tellux, 11 rue du Moulin à Poudre - 76150 Maromme, France

² TotalEnergies, 2 place Jean Millier, 92400 COURBEVOIE, France

³ TotalEnergies, Tour Michelet, 24 cours Michelet, 92069 PARIS La Défense 10, France

* Contact : Antonin VAN EXEM antonin.vanexem@tellux.fr

Résumé

La caractérisation de la pollution des sols est une tâche complexe et coûteuse car elle dépend de plusieurs facteurs : l'hétérogénéité du sol, le type d'analyses des paramètres du sol, la résolution, la vitesse d'acquisition et, bien sur, la représentativité des résultats acquis. Tout l'enjeu avant le lancement des travaux est d'optimiser l'ensemble de ces facteurs. Sur un chantier stratégique au cœur d'une grande Métropole française, TotalEnergies a opté pour un déploiement simultané de méthodes conventionnelles et plus innovantes aussi afin de comparer ce que chacune apporte, les éventuelles différences, leurs avantages et inconvénients tout en cherchant à obtenir la répartition précise de la pollution dans le compartiment sol. Il s'agit de méthodes visant (i) à réduire les délais d'analyse et à obtenir des informations terrain pour piloter les investigations, (ii) à améliorer la connaissance sur la composition du sol et (iii) à améliorer la résolution des données. A l'issue de cette étude, les informations produites par les différentes techniques sont comparées dans une approche multi proxy (flottant, lithologie) et quantitative. Les résultats obtenus avec l'imagerie hyperspectrale, en regard des autres méthodes, ouvrent les perspectives d'une optimisation des diagnostics sur les sols hétérogènes par (i) une détection sur site des zones impactées, (ii) une amélioration de la représentativité des concentrations en contaminants, (iii) une corrélation spatiale sous forme d'images des marqueurs de la lithologie et des concentrations et (iv) une réduction des incertitudes verticales pour produire des informations robustes en vue de la gestion de site impacté.

Introduction

Le site d'étude est un ancien site de stockage de carburants sur les rives d'un cours d'eau en France. Le sol alluvionnaire du site est sablo-argileux et très hétérogène. Les remblais sont identifiés de 0,5 à 2 m d'épaisseur sur la majorité du site. Les teneurs en HCTs sont analysées sur douze forages d'une profondeur moyenne de 6 mètres à l'aide de quatre techniques différentes lors de 3 semaines d'acquisition :

1. investigations sur le terrain (signes organoleptiques et détecteur à photo-ionisation - PID),
2. analyse des hydrocarbures en laboratoire,
3. analyse directe par fluorescence induite par laser (LIF),
4. imagerie infrarouge hyperspectrale.

Après une présentation succincte des technologies mises en œuvre et du mode opératoire de la solution Tellux, les résultats sont présentés afin de conclure et proposer des perspectives pour l'utilisation de l'imagerie hyperspectrale.

Matériel et méthodes

L'imagerie hyperspectrale, les diagraphies et les méthodes traditionnelles auxquelles elle est comparée

Qu'est-ce que l'imagerie Hyperspectrale appliquée à la caractérisation d'une pollution aux hydrocarbures ?

Sous une caméra hyperspectrale infrarouge (mesures dans le domaine 1000 à 2500 nm), chaque pixel de l'image comporte 288 bandes spectrales, la résolution spectrale est d'environ 5 nm. La taille des pixels correspond à la résolution spatiale de l'image, ces pixels mesurent environ 0.25 mm de côté. L'imagerie est réalisée sur un carottage sous gaine, celui-ci est ouvert en deux dans la longueur pour mesurer une tranche de sol non remanié au centre du sondage.

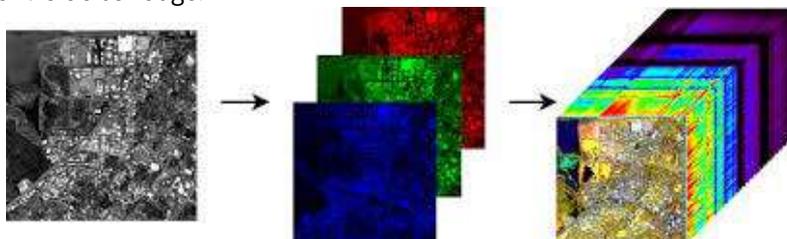


Figure 1 : Image noir et blanc, image couleur « RGB », image hyperspectrale

Le traitement des données est réalisé par une méthode d'apprentissage statistique (intelligence artificielle) afin d'identifier les variations des différents paramètres qui caractérisent les sols. Pour ce cas d'étude, les 2 paramètres mesurés et comparés à d'autres méthodes sont :

- le log lithologique par IA avec l'identification de 3 faciès,
- les concentrations en mg/kg d'hydrocarbures totaux (HCT) grâce à la calibration de l'imagerie hyperspectrale.

Le log lithologique par IA est obtenu par une méthode de traitement de données non supervisée (sans échantillon d'étalonnage, Dhaini et al., 2023¹). Ce traitement de données est utilisé pour entraîner un réseau de neurones à reconnaître les principaux composants de la lithologie afin d'identifier automatiquement des faciès. Pour les concentrations en HCT, les zones des données hyperspectrales où sont réalisées des

¹ M. Dhaini (2023), End-to-End Convolutional Autoencoder for Nonlinear Hyperspectral Unmixing
Résumés Atelier 1A - 5^e Rencontres Nationales de la Recherche sur les sites et sols pollués

prélèvements d'échantillon pour analyses COFRAC sont exploités à l'aide d'une méthode d'apprentissage supervisée (M. Dhaini et al., 2024²) afin de produire les images calibrées des concentrations en HCT.

Le banc d'analyse par imagerie hyperspectrale de Tellux est proposé sous forme d'une solution appelée Hyperscan™. Le mode opératoire de la solution Hyperscan™ est le suivant :

- Ouvrir les carottages en deux
- Faire une image hyperspectrale
- Traiter les données en première approche pour détecter les polluants organiques en temps réel (semi-quantitatif)
- Définir la stratégie d'échantillonnage
- Envoyer les échantillons en laboratoire d'analyses
- Caractériser la lithologie à partir de l'imagerie
- Réceptionner les résultats du laboratoire et entraîner un modèle IA
- Produire des résultats quantitatifs HCT

Les méthodes auxquelles sont comparés les résultats de l'Hyperscan™ sont :

- **Pour la lithologie :**
 - Le log géologique de terrain ("litho") correspondant aux lithologies (ou faciès) selon des figurés définis par les géologues,
 - et deux enregistrements des paramètres physiques du sol, les diagraphies :
 - le *Cone Penetrating Tool* (CPT) qui mesure la pression de pénétration dans le sol en kPa,
 - l'*Hydraulic Profiling Tool* (HPT) qui mesure la pression d'injection d'eau dans le sol (ml/min) pour calculer la perméabilité
- **Pour les hydrocarbures :**
 - les investigations de terrain (signes organoleptiques et PID),
 - la diagraphie *Laser induced fluorescence* (LIF) qui consiste à réceptionner le signal de lumière émis dans le sol par une fibre optique montée sur une perche métallique. Le résultat est exprimé en % converti en teneur en hydrocarbures,
 - les analyses HCT en laboratoire (GC-MS de laboratoire COFRAC) avec des prélèvements intentionnellement effectués en continu sur les carottages (donc plus que préconisé par la norme SSP), exprimés en mg/kg HCT C10-C40.



Une répartition des différentes méthodes utilisées sur ce site est représentée Figure 2 : on dispose d'analyses en laboratoire pour tous les sondages, des carottages avec imagerie hyperspectrale (12), des diagraphies HPT/CPT (3) et des diagraphies LIF (9).

Figure 2 : Site d'étude avec répartition des sondages pour lesquels une comparaison entre méthodes a été effectuée

Trois sociétés différentes sont intervenues pour mettre en œuvre ces méthodes, le bureau d'étude en charge du diagnostic (description géologique et analyse laboratoire), une entreprise de géotechnique pour les méthodes *direct push* (LIF, HPT, CPT) et Tellux pour l'imagerie hyperspectrale. Toutefois, la solution Hyperscan™ est proposée à la location et ne nécessite pas la présence d'une équipe Tellux sur site.

² M.Dhaini et al. (2024), *Contrastive learning for regression on hyperspectral data*

Résultats et discussion

Comparaison des résultats de lithologie des sols

La comparaison des méthodes pour l'analyse lithologique est représentée sur les 3 sondages où les données CPT/HPT ont été mesurées Figure 3.

- Le log « litho » correspond aux relevés géologiques réalisés par le bureau d'étude sur le terrain
- L'image en « fausse couleur » est une photographie (infrarouge) produite par l'imagerie
- Le log « log IA » présente la caractérisation de la lithologie à partir de l'imagerie
- La profil « HPT » présente les données de perméabilité apparente obtenue par un méthode direct push

Le log litho distingue 4 faciès : Remblais, Sable, Argile/Sable et Argile. Le log IA identifie 3 faciès principaux (argile, sable et indéterminé (remblais/sable)). Le profils HPT souligne la présence d'argiles mais ne distingue pas les sables ou les remblais.

La comparaison des résultats montre une bonne correspondance pour les deux premiers sondages mais une différence importante sur le troisième sondage où le log « litho » ne correspond pas à l'imagerie et aux données HPT/CPT. Les profils HPT (Hydraulique) et CPT (pression) montrent une baisse de perméabilité et une résistance accrue du sol en phase avec le faciès d'argile détecté par le log IA et décrit par le géologue sur le terrain sur les sondages S1 et S2. L'imagerie et les données HPT et CPT concordent sur la présence d'argiles dans les 3 sondages.

L'analyse de la lithologie par imagerie permet donc de distinguer d'avantage de lithologies que les mesures HPT et CPT et prévient les erreurs de description géologique réalisée sur le terrain.

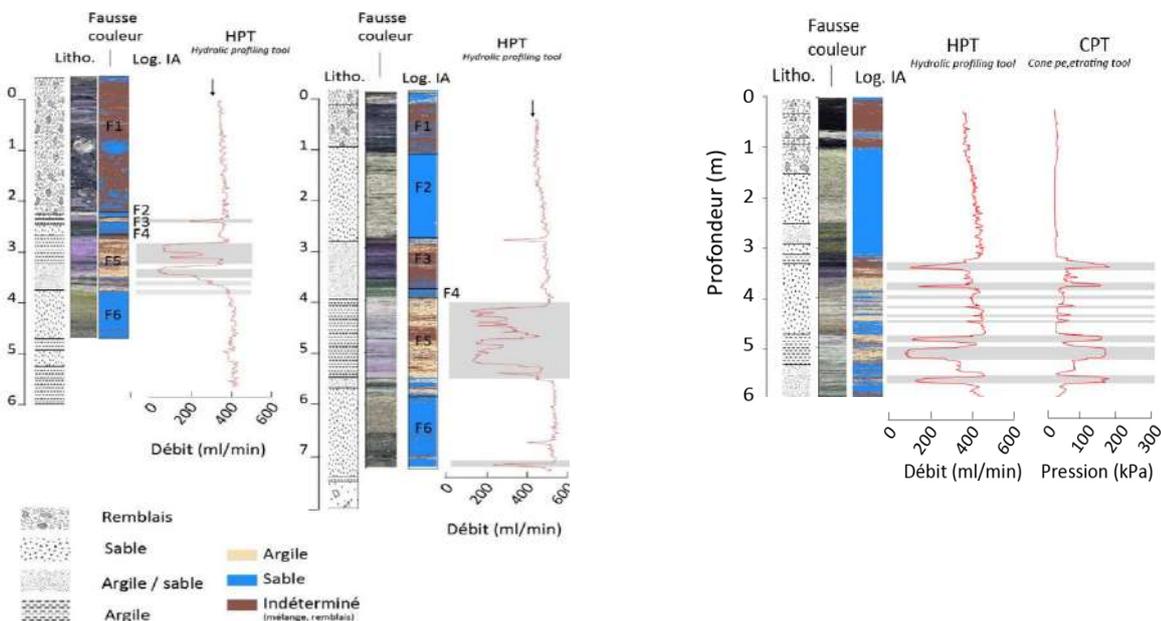


Figure 3 : Comparaison des techniques utilisées pour la lithologie sur les sondages S1, S2 et S3. Description terrain par le bureau d'étude (4 lithologies), image fausse couleur, log IA (3 lithologies) et log HPT (ml/min à convertir en perméabilité)

Comparaison des résultats de quantification des HCTs

Les résultats HCT par imagerie sont obtenus en 2 temps : un premier résultat semi-quantitatif est obtenu sur chantier. Le second résultat est une image HCT quantitative en mg/kg. Celle-ci est produite par étalonnage de l'image sur des zones prélevées pour réaliser des analyses COFRAC. La Figure 4 montre (i) les concentrations

moyennes des images HCT quantitatives pour les échantillons prélevés et utilisés pour la calibration (n=39) et (ii) les échantillons prélevés et analysés par le bureau d'étude (n=68). Les échantillons de Tellux représentent un prélèvement d'une longueur de 10 à 30 cm de carottage alors que les prélèvements du bureau d'étude représentent 70 cm à 1 m. Malgré la faible représentativité des mesures en laboratoire sur des intervalles aussi épais et hétérogènes, la correspondance avec la moyenne des valeurs HCT par imagerie est bonne. On illustre figure 6 cette problématique d'échelle sur 2 échantillons clés.

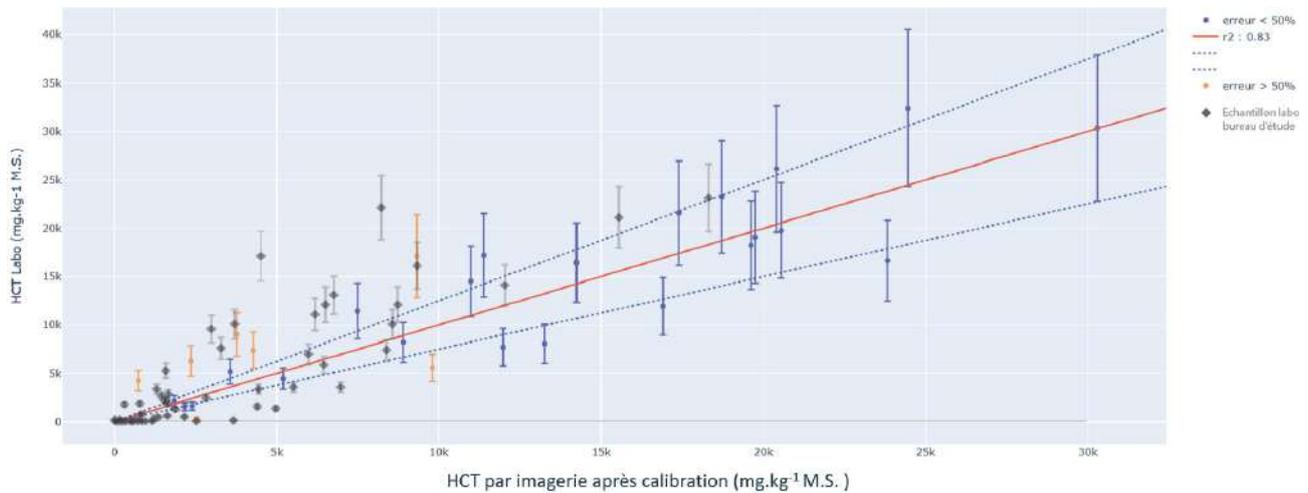


Figure 4 : Calibration des résultats prédits par l'imagerie hyperspectrale en regard des hydrocarbures totaux mesurés en laboratoire (en rouge). Echantillons satisfaisants en bleu, en orange échantillons avec une erreur >50%, et r² le coefficient de régression à partir de l'ensemble des échantillons utilisé pour la calibration. En gris les échantillons prélevés par le bureau d'étude ont été ajoutés.

On se focalise sur les résultats de 2 forages d'intérêt pour comparer les 3 techniques (Figure 5).

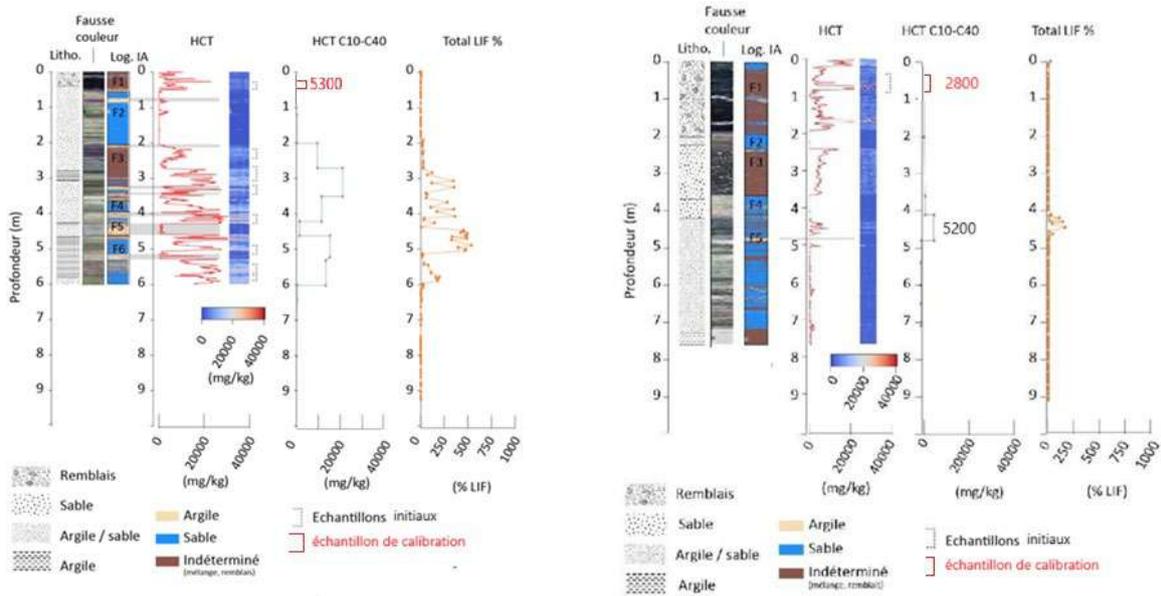


Figure 5 : Comparaison des techniques utilisées pour la quantification des composés dans les sols sur les sondages S6 et S7

Le sondage S6 est fortement impacté, le sondage S7 moins, La comparaison des 3 approches montre que :

- Les teneurs en HCT par imagerie et par analyse laboratoire présentent les mêmes concentrations (0 et 20 000 mg.kg⁻¹),
- Les analyses HCT par imagerie et LIF présentent les mêmes variations à haute-résolution,
- L'imagerie détecte des HCT dans les remblais, sur l'intervalle 0-1m/sol alors que le LIF ne les détecte pas, ces teneurs ont été confirmées par le laboratoire (5300 mg.kg⁻¹ et 2800 mg.kg⁻¹).

Tableau 1 : Comparaison des valeurs obtenues sur les intervalles 0-1 m/sol des sondages S6 et S7

	Détection HCT par imagerie terrain (semi-quantitatif)	LIF temps réel	Analyse labo terrain	Analyse labo ajoutée pour calibration de l'imagerie	HCT par IA après calibration
S6 intervalle 0-1m	1140 mg.kg ⁻¹	0	Pas prélevé	5300 mg.kg ⁻¹	4700 mg.kg ⁻¹
S7 intervalle 0-1m	1700 mg.kg ⁻¹	0	Pas prélevé	2800 mg.kg ⁻¹	8900 mg.kg ⁻¹

Les variations de concentration en HCT mesurés par l'imagerie calibrée sur les données COFRAC en comparaison des analyses laboratoires faites par le Bureau d'Etude sur des intervalles de 70cm à 1 m (figure 4) peuvent s'expliquer en partie par la différence de résolution entre les techniques. Sur la figure 6, les zones prélevées pour la calibration sont représentées en pointillés avec une correspondance de l'image HCT sur laquelle les valeurs ont été moyennées.

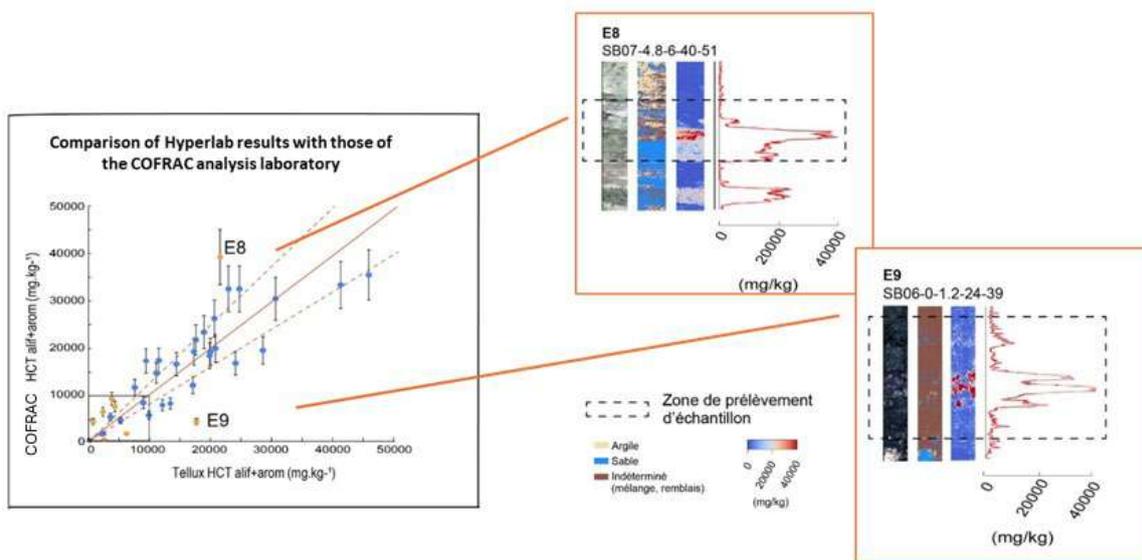


Figure 6 : Les images hyper-spectrales sont moyennées au niveau des zones de prélèvement d'échantillon pour être comparées aux résultats d'analyse COFRAC. L'hétérogénéité des prélèvements explique des écarts significatifs entre les deux techniques.

L'échantillon 8 présente une sous-estimation liée au prélèvement d'un échantillon (300g) sur deux zones, l'une contaminée et l'autre non (figure 6). La concentration de l'analyse COFRAC correspond à la zone contaminée (40 000 mg/kg) ce qui signifie que la prise d'essai (10g) a été réalisée dans la partie contaminée du prélèvement. L'échantillon 9, au contraire, montre une surestimation liée à un « effet pépite » dans le prélèvement de l'échantillon. Cette fois la prise d'essai n'a pas (ou peu) inclus ces pépites d'hydrocarbure ce qui créé l'écart entre le résultat laboratoire et les résultats obtenus par imagerie.

Combinaison des résultats de lithologie des sols et de quantification des HCTs par imagerie

L'imagerie hyperspectrale permet une étude multi-proxy sous forme d'images et offre une représentation précise des interactions polluants matrices. Sur la figure 7, les faciès argileux représentés en beige expliquent la distribution des hydrocarbures :

- Les marqueurs à haute résolution du log IA et les concentrations en HCT montrent qu'il n'y a pas d'hydrocarbures dans les faciès argileux,
- Les lentilles d'argiles sont des barrières de perméabilité qui conditionnent la répartition du flottant,
- la caractérisation des argiles à l'échelle du site permettra d'expliquer la répartition du flottant.

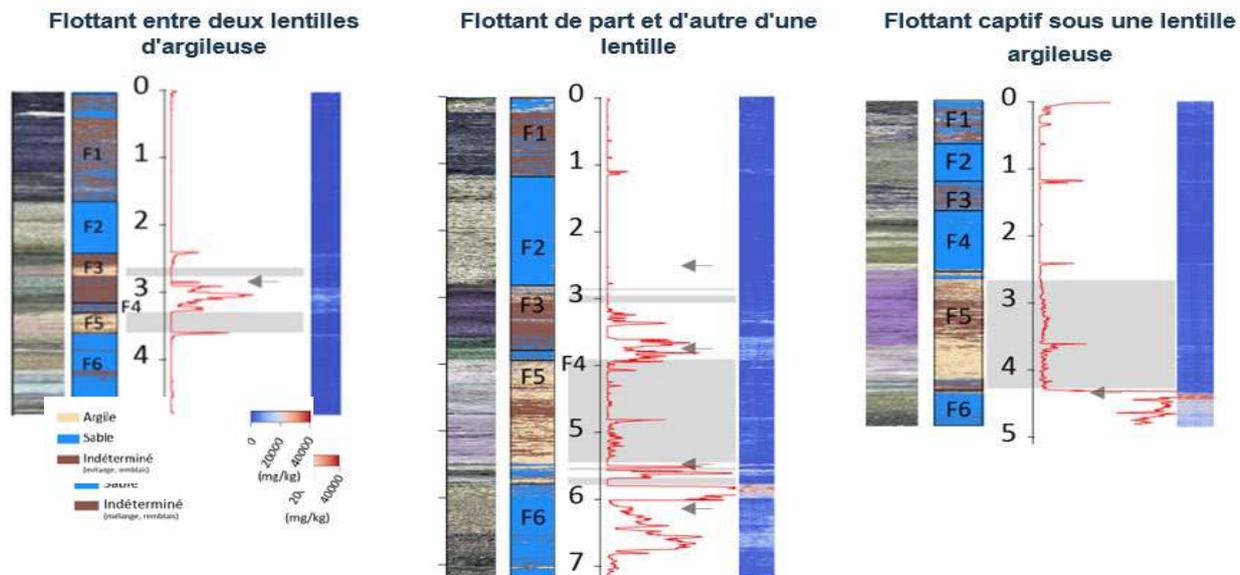


Figure 7 : Les 3 cas de figures d'interactions du flottant avec les lentilles d'argile sur ce projet : à gauche hydrocarbures sont captifs entre deux lentilles, au milieu hydrocarbures au-dessus et au-dessous de la lentille d'argile, à droite, hydrocarbures bloqués sous une lentille d'argile

Conclusions et perspectives

L'objectif de mettre en œuvre l'ensemble de ces techniques était de comparer la plus-value de chacune. On a établi que :

1. Les informations fournies par l'imagerie hyperspectrale sur site sont cohérentes avec les autres techniques, quantitativement avec les concentrations HCT en mg/kg et qualitativement avec les marqueurs à haute-résolution
2. L'apport de l'imagerie sur le terrain est de permettre une stratégie d'échantillonnage efficace, dans cette étude des prélèvements ont pu être réalisés dans les remblais et ont confirmé la présence d'hydrocarbures (jusqu'à >5000mg/kg)
3. La description lithologique obtenue par imagerie et intelligence artificielle est cohérente avec les informations des autres techniques de caractérisation du sol, elle permet d'affiner la description faite sur le terrain (passées argileuses dans ce cas de figure) et de s'affranchir des erreurs humaines dans la retranscription,
4. Les images HCT et les données COFRAC utilisées pour les calibrer donnent des corrélations statistiques élevés ($r^2=083$, $n=39$) avec des écarts résiduels en partie expliqués par la différence de résolution entre les pixels d'une image et la taille des prélèvements d'échantillon
5. L'approche multi-proxy sous forme d'image 2D des sondages permet d'interpréter la présence de flottants au regard des paramètres géologiques et les structures lithologiques renseignent sur la distribution du flottant à l'échelle du site.

Ce cas d'étude prouve que l'imagerie hyperspectrale est adaptée à la gestion durable des sols impactés et peut contribuer au réaménagement des zones impactées en améliorant leur caractérisation dans le cas de pollution par les hydrocarbures, ici dans les sols alluvionnaires. Tellux poursuit le déploiement de cette approche pour des acteurs du secteur de la dépollution avec plusieurs mises en œuvre possibles depuis la phase de diagnostic jusqu'à la phase travaux. Les perspectives de recherche portent sur le calcul des incertitudes sur les concentrations selon les lithologies et l'hétérogénéité.

Remerciements

Tellux tient à remercier TotalEnergies et RETIA pour la mise à disposition du matériel de cette étude et pour l'opportunité d'en partager les résultats. Nos remerciements vont également à l'ADEME qui finance ces premières années de développement des solutions de diagnostic environnemental combinant l'imagerie hyperspectrale à l'intelligence artificielle.

Analyse combinée chimique et minéralogique XRF-XRD sur site : application sur la mine d'Abbaretz (As)

Sylvain DELCHINI^{1*}, Emma JOSSE¹, Henry PILLIERE², Valérie GUERIN¹, Nicolas MAUBEC¹, Cédric DUEE¹, Aurélien BORDENAVE¹, Luca LUTTEROTTI³, Thomas RIEGLER⁴

¹ : Bureau de Recherches Géologiques et Minières, BRGM, 3 avenue Claude-Guillemin, 45060 Orléans,

² : TerrAnalytiX, 3 rue des Meuniers, 45150 Jargeau,

³ : Dipartimento di Ingegneria Industriale Università di Trento via Sommarive, 9, 38123 Trento (Italia),

⁴ : Eramet Ideas, 1 avenue Albert Einstein, 78190 Trappes, France

* contact : s.delchini@brgm.fr

Résumé

L'arsenic est un élément toxique courant dans les matières premières minérales. Il peut être mobilisé lors de la phase d'exploitation minière, les opérations métallurgiques, ou au cours de l'histoire après-mine au travers de l'évolution des résidus miniers laissés sur site exposés aux agents atmosphériques. La compréhension des phénomènes de mobilisation de l'arsenic est donc d'importance au vu des problèmes environnementaux et sanitaires. La stabilité/solubilité des déchets solides contenant de l'arsenic dépend ainsi de la cristallinité et de la nature des phases contenant de l'arsenic d'où l'importance de caractériser à la fois la chimie et la minéralogie des résidus miniers.

Pour répondre à ce besoin, le Benchtop Analyser, un instrument transportable permettant de réaliser des analyses combinées XRF-XRD a été déployé sur l'ancien site minier d'Abbaretz

L'acquisition rapide des données et leur traitement grâce au développement d'un logiciel (LUXREM) associé à une base de données cristallographique adaptée a permis de caractériser simultanément la chimie et la minéralogie des résidus en temps réel (< 30 min). Il est possible de les classer en 3 groupes en fonction notamment des teneurs en As et des phases minérales porteuses (kaolinite, Hydrous ferric oxyhydroxides (HFO) ou Hydroxide Ferric Arsenates (HFA)). Les résultats obtenus démontrent l'efficacité de cet équipement combiné par comparaison aux approches conventionnelles de caractérisations utilisées en laboratoire. Ils ouvrent de nouvelles perspectives pour des analyses rapides et précises, offrant des informations chimiques et cristallographiques dans divers domaines d'application pour évaluer les possibles mobilisation d'un élément tel que l'arsenic en fonction des conditions géochimiques propre au site investigué.

Introduction

Les sites miniers abandonnés contiennent de grandes quantités de déchets caractérisés par de fortes concentrations en métaux et métalloïdes tels que As, Cd, Pb, Cu, Sb, Ni, Cr et Zn contenus dans les résidus miniers et/ou les résidus de fonderies. La dispersion de ces polluants dans l'environnement sous forme de particules solides par l'érosion éolienne et hydrique entraîne une contamination des milieux. En raison des risques potentiels posés par la contamination des sols et des ressources en eau, et d'un besoin d'optimiser la gestion des sites miniers abandonnés, la caractérisation de la pollution inorganique directement sur site en temps réel est un enjeu important pour aider au diagnostic et ainsi améliorer les décisions en matière de surveillance environnementale et de travaux. L'évaluation des risques liés au métaux et métalloïdes dépend, au-delà de leurs concentrations dans les milieux, de leur mobilité qui est liée, entre autre à leur minéralogie.

Récemment, le développement d'instruments transportables sur site permettant d'effectuer simultanément une acquisition et une analyse combinées de données de diffraction des rayons-X (XRD) et de fluorescence des rayons-X (XRF), offrent de nouvelles perspectives analytiques rapides et précises pour obtenir des informations chimiques et minéralogiques (Bortolotti et al., 2017). Ces deux techniques analytiques sont complémentaires car l'une, la XRD, permet l'identification et la quantification des minéraux, tandis que l'autre, la XRF, permet d'identifier les éléments chimiques présents. L'association de ces données apporte des éléments d'informations sur la présence éventuelle de substitutions chimiques au sein des minéraux. Le couplage de ces deux méthodes en une seule étape d'acquisition constitue donc le chaînon manquant entre l'analyse élémentaire et les minéraux constitutifs. Un instrument d'analyse à rayons X innovant (appelé ci-après Benchtop Analyser) a été développé dans le cadre des projets SOLSA (H2020 SOLSA : G.A. No. 689868 & EIT SOLSA DEM'UP) permettant d'effectuer rapidement (< 30 min) une acquisition combinée XRF-XRD et de traiter les données à l'aide d'un logiciel unique (LUXREM, Herbelin et al., 2023). Le déploiement de cet instrument sur site a pour objectif d'identifier et quantifier les signatures chimique et minéralogique caractéristiques des sites d'étude ciblés en déterminant les éléments polluants et leurs phases porteuses sur une grande quantité d'échantillons (30 à 40 échantillons / jour).

Afin de tester et valider cette nouvelle approche d'analyses combinées XRF-XRD sur site en temps réel, le Benchtop Analyser a été déployé sur l'ancien site minier à étain (Sn) d'Abbaretz (44), caractérisé par des teneurs importantes en As dans les résidus miniers, et un drainage acide minier (DMA).

Matériels et méthodes

Contexte de l'ancien site minier d'Abbaretz

L'ancienne mine d'étain d'Abbaretz (Figure 1) appartient au permis d'exploration (PER) de Beaulieu qui couvre une superficie de 278 kilomètres carrés sur une région riche en étain, à 40 kilomètres au nord de Nantes.

La minéralisation d'étain à Abbaretz est très étroitement associée à la mise en place du leucogranite de Nozay de type-S daté de 315 Ma, qui intrude les métasédiments Ordovicien inférieur (480 Ma) à Silurien moyen (425 Ma) du synclinal de Nozay. Le leucogranite de Nozay présente une forme allongée de direction E-W, similaire à la direction principale de déformation des roches métasédimentaires en lien avec une mise en place synkinématique lors de l'orogène Varisque.

La minéralisation composée de cassitérite (oxyde d'étain) est disséminée dans des veines de quartz dans le granite de Nozay, ainsi qu'à leur périphérie où les veines de quartz forment un réseau anastomosé orientées est-ouest et plongeant de 30 à 45° vers le sud. Les veines de quartz à cassitérite présentent des halos d'altération et sont principalement associées à de la muscovite, de la tourmaline et de la kaolinite. En moindre proportion, de l'arsénopyrite, de la pyrite et plus rarement de la chalcopyrite ont été identifiés (Chauris, 1980).

Les premières traces d'exploitation de l'étain dans ce secteur remontent à l'âge de bronze et à l'époque romaine comme en témoignent les anciennes tranchées retrouvées. Plus récemment, la Société Nantaise des Minerais de l'Ouest (SNMO) a exploité le principal gisement d'Abbaretz sur le site du Bois-Vert en deux périodes : 1920-1926 (exploitation souterraine) et 1951-1957 (exploitation à ciel ouvert). Au cours de cette dernière période, environ 2 700 tonnes d'étain ont été extraits d'une mine à ciel ouvert de 900 mètres de long et jusqu'à 70 mètres de profondeur.

Suite à cette exploitation minière, le site du Bois-Vert présente deux terrils de stériles et de résidus de traitement de minerais issus de l'exploitation à ciel ouvert de la mine (Figure 1). Ces résidus, soumis aux eaux météoriques, génèrent un drainage minier acide chargés notamment en As, Co et Ni sur le site. Un plan de gestion a été élaboré par le DPSM (Département Prévention et Sécurité Minière du BRGM) dans l'optique de maîtriser ce DMA qui passe par l'amélioration de la connaissance des résidus miniers : origine des métaux et métalloïdes observés dans le DMA, teneurs en sulfures résiduels.

Dans ce cadre, en septembre 2023, une campagne de terrain a été réalisée dans le but de tester la solution LuxREM directement sur l'ancien site minier d'Abbaretz. Ce dernier a été déployé sur les résidus miniers, différents échantillons y ont été analysés sur site en temps réel en mode opérationnel pour caractériser leur chimie et leur minéralogie.

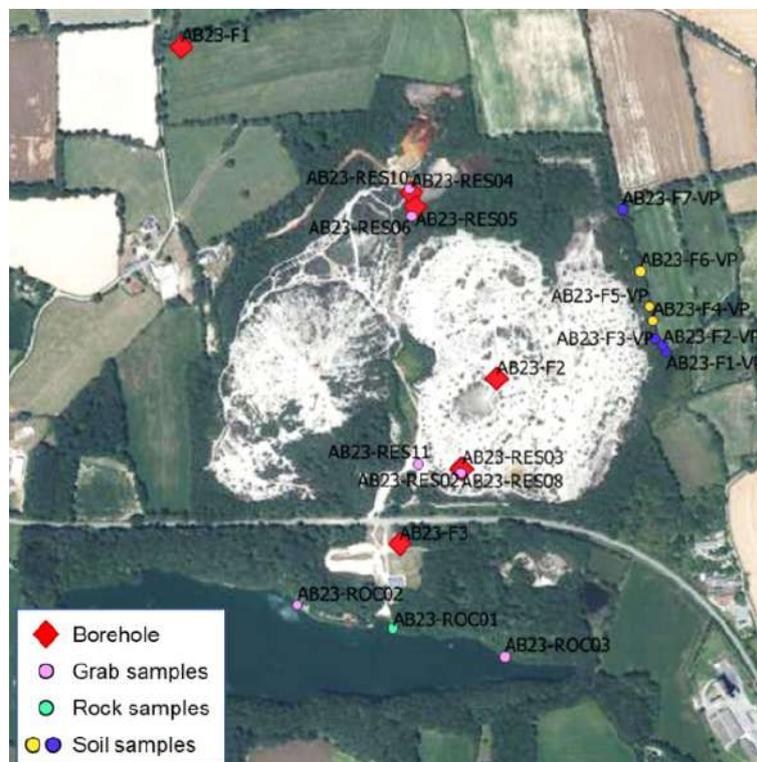


Figure 1 : Carte satellite de l'ancienne mine d'Abbaretz sur le site du Bois-Vert avec la position et la nature des échantillons analysés avec l'instrument combiné XRF-XRD

L'instrument combinée XRF-XRD

L'instrument combiné XRF-XRD de terrain est muni d'une source au cobalt ($K\alpha_1= 1,78897 \text{ \AA}$ et $K\alpha_2= 1,79285 \text{ \AA}$) pour la XRD et d'une source au molybdène pour l'XRF (Figures 2A et B). Il est équipé de deux détecteurs spécifiques et indépendants pour chacune des deux techniques, à savoir un détecteur CPS180 (Curved Position Sensitive) dans la gamme $5 \leq 2\theta \leq 120^\circ$ pour la XRD et d'un détecteur SDD (Silicon Drift Detector) pour l'XRF permettant l'analyse des éléments légers jusqu'au Mg. La configuration géométrique de cet appareil permet la mesure simultanée des signaux XRF et XRD selon l'approche développée par Maestracci et al. (2023 ; Figure 2C). Les paramètres de tension et de courant utilisés sont respectivement de 45 kV et 0.3 mA pour l'XRD et de 30 kV et 15 μA pour l'XRF pour un temps d'analyse de 15 minutes sur des échantillons préparés sur site sous la forme de poudre ($< 100 \mu\text{m}$).

Le traitement combiné XRF-XRD a été réalisé avec le logiciel LUXREM (Figure 2C). Pour les données XRD acquises, la méthode de traitement est basée sur l'approches algorithmiques. « Full Pattern Search Match » (FPSM, Lutterotti et al., 2019) qui permet de rechercher automatiquement les phases à l'aide d'une base de données cristallographique et de quantifier leurs proportions. Le traitement des données XRF repose sur la décomposition automatisée des spectres acquis avant d'identifier les éléments chimiques présents et de quantifier leurs proportions en s'appuyant sur une calibration interne réalisée à partir de matériaux de référence certifiés (standards).

Afin d'optimiser le processus de recherche de phases et la quantification chimique et minéralogique, une base de données cristallochimiques adaptée au site d'Abbaretz a été construite et utilisée dans le logiciel LUXREM. Cela permet de restreindre le nombre de phases et d'ajuster leur composition chimique à partir de la connaissance des substitutions chimiques potentielles, et leurs variations aux seins des phases obtenues par des micro-analyses en laboratoire (MEB-EDS, microsonde).

Au final, le traitement automatisé des données est réalisé en moins de 15 min, soit un temps total d'acquisition et de traitement de 30 min par échantillon directement sur site.

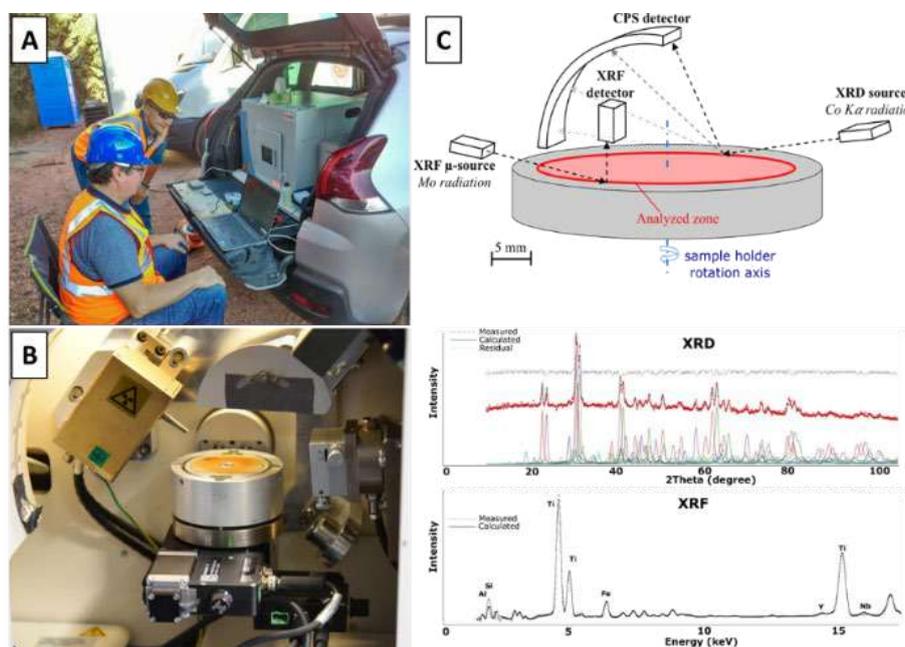


Figure 2 : (A) Instrument d'analyse combinée XRF-XRD sur le site d'étude. (B) Photographie présentant la partie analytique. (C) Schéma de la configuration instrumentale permettant l'acquisition des signaux XRF & XRD en simultanée (Herbelin et al., 2023, modifié de Maestracci et al., 2023)

Résultats et discussion

Les analyses combinées XRF-XRD réalisées avec le Benchtop Analyser sur les résidus miniers d'Abbaretz ont permis de caractériser la chimie et la minéralogie de 35 échantillons. Les résultats obtenus permettent de classer les résidus miniers en 3 groupes.

Les groupes 1 et 2 sont principalement composés de K (1,5 – 4 %), Si (24 – 40 %) et Al (6 – 15 %) dont les teneurs varient selon les échantillons. La différence entre ces deux groupes se trouve dans les teneurs en As, Fe et S. Le groupe 1 présente des teneurs en As inférieures à 0,05 %, associées à des teneurs en Fe (< 3,5 %) et en S (< 0,1 %) faibles, tandis que le groupe 2 possède des teneurs en As plus élevées qui varient entre 0,05 % et 1 %, avec des teneurs en Fe (2 – 7 %) et en S (< 0,8 %) légèrement plus fortes.

Le quartz, la muscovite, la tourmaline (schorl-dravite) et la kaolinite sont les principaux minéraux identifiés dans les échantillons qui composent les groupes 1 et 2, ce qui est cohérent avec les résultats des compositions chimiques. Les variations de proportion de ces minéraux sont également en accord avec les variations chimiques mesurées. Les fortes teneurs en Si sont associées à des fortes proportions en quartz (> 70 %), tandis que les teneurs les plus élevées en K (~ 4 %) et/ou Al (~ 25 %) sont corrélées à des proportions importantes en muscovite (> 50 %) et/ou kaolinite (> 40 %). Les variations de teneurs en Fe sont principalement liées à la variation de la proportion de tourmaline dans les échantillons et en moindre mesure avec la muscovite qui contient du Fe en substitution avec l'Al. Aucune phase majoritaire porteuse de l'As n'a été identifiée, ce qui n'est pas étonnant étant donné les proportions en As mesurées (< 1 % pour les 2 groupes). Cependant, dans les groupes 1 et 2 les analyses microsondes utilisées pour ajuster la composition chimique (en substitutions dans la structure cristalline ou en adsorption au niveau des charges de surfaces) de la base de données cristallographiques ont permis de montrer que les principales phases porteuses de l'As sont la kaolinite, accompagnée en très faibles proportions par les hydroxydes de fer (Hydrous ferric oxyhydroxides (HFO) type goethite) et les arsénates de fer (Hydroxide Ferric Arsenates (HFA) type scorodite) disséminés dans les échantillons. À partir de cette base de données cristallographique, le traitement combiné automatisé des données XRF et XRD via LUXREM permet de quantifier l'As dans les échantillons analysés. Les résultats obtenus montrent que la différence de proportion en As entre les groupes 1 (< 0,05 %) et 2 (0,05 % et 1 %) est liée (1) à une proportion plus importante de kaolinite, et/ou (2) à une proportion plus importante de HFO et HFA.

Le troisième groupe se caractérise par des teneurs en As élevées à très élevées comprises entre 1 % et 24 %, associées à une augmentation des teneurs en Fe (4,5 – 14 %) et en S (0,1 – 9 %), tandis que les teneurs en K (0,15 – 2,2 %), Si (3 – 25 %) et Al (1 – 12 %) diminuent. La diminution des teneurs en K, Al et Si s'explique par la présence en plus faibles proportions du quartz, de la muscovite, de la tourmaline et de la kaolinite. L'augmentation des teneurs en As, Fe et S, est quant à elle liée à la présence importante de minéraux de type HFA et HFO tels que la scorodite ($\text{FeAsO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) et la goethite issue de l'oxydation des sulfures primaires, notamment de l'arsénopyrite localement identifié dans certains échantillons. En effet, sous l'effet des eaux météoriques les minéraux primaires de type sulfures s'altèrent en oxydes avec émission de protons ce qui génère un drainage minier acide chargé notamment en As. Ce processus s'accompagne de la néoformation de minéraux secondaires tels que les HFA et les HFO également porteurs d'As.

Afin de montrer la fiabilité de cette approche innovante, 20 échantillons sélectionnés ont été analysés en laboratoire avec des équipements conventionnels pour caractériser la chimie (XRF pour les éléments majeurs et ICP-AES pour les éléments traces) et la minéralogie (XRD avec la méthode d'affinement Rietveld).

Pour les analyses chimiques, la comparaison entre les résultats laboratoires et les analyses sur site avec le combiné XRF-XRD avec LuxREM pour le Fe, le S et l'As, qui constituent les principaux éléments entrant dans la composition des HFA et HFO, montre une bonne corrélation avec un coefficient R^2 de 0.97 (Figure 3A).

Pour la minéralogie, le coefficient R^2 est de 0.95 ce qui montre également la bonne corrélation entre les données de laboratoire et la solution LuxREM.

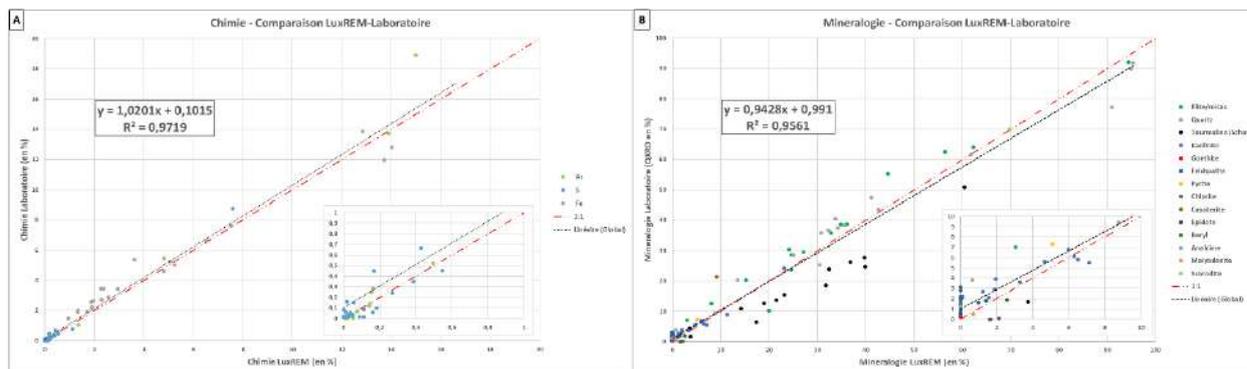


Figure 3 : (A) Proportions chimiques calculées par le logiciel LUXREM et comparées aux résultats de laboratoire obtenue par XRF sur perle pour les éléments majeurs et ICP-MS pour les éléments traces. (B) Proportions minéralogiques calculées par le logiciel LUXREM et comparées aux résultats de laboratoire obtenue par XRD.

Conclusions et perspectives

La gestion des résidus miniers issus de l'exploitation d'anciennes mines peut s'avérer compliqué de par la forte variabilité chimique notamment des éléments polluants et la faible quantité d'analyses chimiques réalisables sur de grandes surfaces. De plus ces analyses chimiques sont rarement corrélées aux variations minéralogiques qui apporteraient une information complémentaire permettant de mieux comprendre les transformations physico-chimiques des matériaux et ainsi contribuer à l'élaboration de modèles prévisionnels robustes (évolutions des polluants, transformations minéralogiques au cours du temps, etc.). La possibilité de réaliser des analyses couplée chimie-minéralogie en temps réel directement sur site permet d'optimiser la campagne d'échantillonnage et de réduire les coûts d'analyses et délais de traitement des données. Les résultats présentés dans cette étude avec le Benchtop Analyser capable de réaliser des analyses combinées XRF-XRD rapidement (< 30 min par échantillon) montrent l'intérêt de ce type d'analyse, à la fois chimique et minéralogique pour quantifier les teneurs en éléments chimiques ici l'As, ainsi que l'identification de leurs phases porteuses correspondant principalement ici aux HFA (type scorodite) et HFO (type goéthite avec de l'As en adsorption).

D'autres cas d'application pourraient être envisagés pour le Benchtop Analyser comme son déploiement sur des grands chantiers pour la caractérisation de matériaux excavés (TEX) sur site afin d'apporter une capacité de décision en temps réel (optimisation d'échantillonnage, réduction des coûts d'analyses, suivi de process, contrôle qualité etc.). La caractérisation de ces TEX est un enjeu car elle permet de les orienter vers les bonnes filières réduisant ainsi les surfaces de stockage temporaire sur les sites de travaux ou le recours à des sites de dépôt intermédiaire. Elle permettrait également d'identifier sur des critères chimique et minéralogique les matériaux réutilisables ou ceux qui sont à risques sur le moyen-long terme tel que des TEX porteuses de pyrites pouvant avoir des conséquences environnementales importantes, en plus de générer un coût économique non négligeable pour le maître d'ouvrage.

Références

Bortolotti, M.; Lutterotti, L.; & Peponi, G. Powder Diffraction, 2017. Combining XRD and XRF analysis in one Rietveld-like fitting. 32(S1), S225-S230. doi:10.1017/S0885715617000276

Chauris, L. Éditions du B.R.G.M., 1980. Les Gisements d'Abbaretz et de Saint-Renan (Massif armoricain) : Sn, W. 26e CGI (Congrès géologique international), Paris.

Gražulis, S.; Daškevič, A.; Merkys, A.; Chateigner, D.; Lutterotti, L.; Quiros, M.; Serebryanaya, N.R.; Moeck, P.; Downs, R.T. and Le Bail, A.; Nucleic acids research, 2012. Crystallography Open Database (COD): an open-access collection of crystal structures and platform for world-wide collaboration. 40(D1), pp. D420-D427.

Herbelin, M., Delchini, S., Pillière, H., Lutterotti, L., Nicco, M., Dia, M., Le Guen, M & Riegler, T. Materials Proceedings, 2023. Fast and Cost-Effective Quantitative Assessment of the Chemical and Mineral Composition of Heavy Mineral Sands Ores: Application of the New SOLSA Combined XRF-XRD Analytical Solution to the Grande Cote Operation Ti-Zr Mine. 15(1), 41. <https://doi.org/10.3390/materproc2023015041>

Lutterotti, L., Matthies, S., Wenk, H.R., 1999. MAUD: a friendly Java program for material analysis using diffraction. IUCr: Newsletter of the CPD 21 (14–15).

Lutterotti, L.; Pillière, H.; Fontugne, C.; Boullay, P.; and Chateigner, D. J. Appl. Cryst., 2019. Full-profile search–match by the Rietveld method, 52(3), 587-598. <https://doi.org/10.1107/S160057671900342X>

Maestracci, B.; Delchini, S.; Chateigner, D.; Pilliere, H.; Lutterotti, L. and Borovin, E.. J. Geochem. Explor, 2023. Simultaneous combined XRF-XRD analysis of geological sample: New methodological approach for on-site analysis on New-Caledonian Ni-rich harzburgite. p.107250.

Remerciements

Ce travail a été réalisé dans le cadre du projet européen SOLSA DEM'UP (<https://solsa-dem-up.eu/en>) cofinancé par l'institut européen d'innovation et de technologie (EIT). Cet organisme de l'Union européenne reçoit le soutien du programme de recherche et d'innovation Horizon Europe de l'Union européenne.

Les auteurs remercient le Département Prévention et Sécurité Minière (DPSM) pour l'accès au site d'Abbaretz, son soutien dans ce travail, ainsi que le personnel des laboratoires BRGM pour les analyses réalisées.

La mairie d'Abbaretz et la DREAL Pays-de-Loire qui ont permis ces travaux de recherche sont également remerciées.

Phytoscreening et appareils de mesure terrain

Phytoscreening appliqué aux hydrocarbures, COV et métaux, et couplage aux instruments de terrain

Sébastien KASKASSIAN^{1*}, Maria AGUDELO¹, Michel CHALOT², Catherine LORGEUX³, Pierre FAURE-CATTELOIN⁴, Christophe GEANTET⁵, Chantal LORENTZ⁵, Stéphane FIEVET⁶

¹: TAUW France, 91-93 Boulevard du Parc d'Artillerie, 69007 Lyon, s.kaskassian@tauw.com, m.agudelo@tauw.com

²: Laboratoire Chrono-Environnement (LCE), 4 place Tharradin, 25211 Montbéliard, michel.chalot@univ-fcomte.fr

³: GeoRessources, Faculté des Sciences, Campus Aiguillettes, 54506 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, catherine.lorgeoux@univ.lorraine.fr

⁴: LIEC, Université de Lorraine, Faculté des Sciences et Technologies, 54506 Vandœuvre-lès-Nancy Cedex, pierre.faure@univ.lorraine.fr

³: IRCELYON, 2 avenue Albert Einstein, 69626 Villeurbanne Cedex, christophe.geantet@ircelyon.univ-lyon1.fr, chantal.lorentz@irelyon.univ-lyon1.fr

⁶: WESSLING France, 40 rue du Ruisseau, 38070 Saint-Quentin-Fallavier, stephane.fievet@wessling.fr

Résumé

Le phytoscreening permet la détection de certains composés à l'aide des arbres utilisés comme bio-indicateurs. Le projet PHYTOCARB vise à consolider les connaissances de phytoscreening pour les COV et métaux et à élargir le champ d'application aux HAP et hydrocarbures ainsi que tester l'applicabilité d'analyseurs de terrain. Une première phase d'échantillonnage d'arbres est réalisée, sur des sites expérimentaux dont la pollution est connue, pour consolider les protocoles les plus adaptés à la caractérisation de la pollution. Ensuite, les protocoles analytiques les plus pertinents sont mis en œuvre sur des sites réels pour évaluer l'applicabilité du phytoscreening. Les résultats obtenus mettent en évidence que le phytoscreening est applicable à la recherche des COHV, certains métaux et les HAP légers. Cependant, les résultats concernant les BTEX et les hydrocarbures pétroliers ne permettent pas de démontrer l'application du phytoscreening à la recherche de ces types de molécules. Les analyseurs de terrain (XRF pour les métaux et GC Torion® pour les COV et HAP légers) permettent l'obtention de résultats similaires à ceux obtenus au laboratoire. De futures campagnes de prélèvement et analyses devraient permettre d'affiner les protocoles applicables à l'utilisation *in situ* des analyseurs de terrain et d'approfondir les raisons concourant à l'absence de détection des BTEX et hydrocarbures pétroliers.

Introduction

Certaines espèces d'arbres prélèvent des polluants organiques et des éléments traces métalliques présents dans les sols. Ils peuvent donc être utilisés comme bio-indicateurs. La technique de phytoscreening a de nombreux avantages : application rapide et peu coûteuse, notamment dans des zones d'accès difficile, équipement réduit et manuel. Elle consiste à prélever des carottes des cernes extérieures des arbres avec un marteau sondeur équipé d'une pointe creuse et d'un maillet, après avoir retiré l'écorce avec un écorceur (Figure 1).

Le projet PIT [1] a permis de synthétiser des retours d'expérience, notamment l'intérêt du phytoscreening pour identifier les COHV et certains métaux. Il indique également que l'analyse par GCxGC-MS est la méthode de référence pour l'analyse des HAP et des hydrocarbures pétroliers dans les cernes de bois. Cependant, la disponibilité limitée au sein des laboratoires académiques et commerciaux de cet outil analytique, reste un verrou pour permettre une application large du phytoscreening. Des essais s'appuyant sur des techniques de GC-MS 1D, plus classique, avec ou sans fractionnement préalable, sont nécessaires.



Figure 1 : Matériel et technique d'échantillonnage pour le diagnostic par phytoscreening

L'ADEME, via le programme GESIPOL, soutient le projet PHYTOCARB, proposé par le consortium constitué de TAUW, le LCE, GeoRessources, le LIEC, l'IRCELYON et WESSLING, visant à consolider les connaissances du phytoscreening pour certains polluants (COV et métaux) et à élargir le champ d'application de cette méthode aux hydrocarbures lourds (HAP et alcanes C > 10). La pertinence d'analyseurs de terrain et un transfert de technologie pour faire émerger une offre analytique par un laboratoire acteur des sites et sols pollués sont également étudiés.

Matériel et méthodes

Une première phase d'échantillonnage d'arbres a été réalisée, sur des sites expérimentaux dont la pollution est connue, pour consolider les protocoles les plus adaptés à la caractérisation de la pollution (métaux, COHV, BTEX ou HAP). Les méthodes d'analyse testées pour chaque famille de polluant sont explicitées dans le Tableau 1. De plus, des essais de dopage d'échantillons de bois par des HAP et hydrocarbures pétroliers ont pour objectif de comparer plusieurs méthodes analytiques. Ensuite, les protocoles analytiques les plus pertinents ont été mis en œuvre sur des sites réels pour évaluer les limites d'application du phytoscreening.

Famille de polluant	Métaux	COHV, BTEX et HC C5-C10	HAP et hydrocarbures
Préparation de l'échantillon	Calcination des carottes et reprise des cendres dans une solution de minéralisation.	Extraction des composés volatils des carottes par augmentation de la température	3 protocoles d'extraction : <ul style="list-style-type: none"> • Méthode ASE (hexane / toluène) [1] • Méthode ASE (dichlorométhane) [2] • Extraction à l'éther de pétrole
Méthode d'analyse au laboratoire	ICP-MS et ICP-AES	GC-MS/FID	Après extraction : GCxGC-ToF Après extraction et fractionnement : GC-MS [3] [4]
Méthode d'analyse in situ	LIBS [5] et XRF [6]	GC Torion® [7]	GC Torion® (HAP et hydrocarbures légers)

Tableau 1 : Méthodes de préparation et d'analyse des échantillons de bois

Résultats et discussion

Test de méthodes analytiques pour les hydrocarbures

Différentes méthodes et solvants pour l'extraction des hydrocarbures C10-C40 et HAP ont été testés lors d'essais préliminaires sur des échantillons de bois provenant d'un site pollué afin de déterminer la méthode d'extraction et le solvant les plus adaptés :

- Méthode ASE (hexane / toluène),
- Méthode ASE (dichlorométhane),
- Extraction à l'éther de pétrole.

Les résultats obtenus par GC-MS et GCxGC-ToF suite aux différentes extractions ont permis de choisir la méthode ASE (dichlorométhane) comme la plus adaptée à l'extraction de ces composés. Cette méthode permet l'extraction d'un nombre de molécules élevé et le dichlorométhane permet d'obtenir des blancs plus propres et une meilleure qualité chromatographique.

Afin de tester la capacité des méthodes analytiques GC-MS et GCxGC-ToF à détecter les hydrocarbures C10-C40 et les HAP, des dopages d'échantillons de bois non exposés ont été réalisés par contact avec des solutions connues (pétrole et goudron de houille) :

- Dopage de l'extrait de bois : tester l'effet de la matrice sur le fractionnement et le signal (dopage après extraction) ;
- Dopage du bois : vérifier que tous les composés sont bien récupérés après extraction et fractionnement (dopage avant extraction).

Les analyses ont montré l'absence d'interférence de la matrice bois et des étapes préparatives (extraction/fractionnement) pour la détection des composés dopés. Ces méthodes analytiques sont donc capables de détecter les hydrocarbures et les HAP présents dans le bois :

- GC-MS : nécessite une étape de fractionnement supplémentaire mais est similaire aux techniques déjà disponibles chez certains laboratoires commerciaux,
- GCxGC-ToF : permet de s'affranchir de l'étape de fractionnement mais est une technique peu disponible chez les laboratoires commerciaux.

Ces méthodes ont été utilisées pour analyser des échantillons de bois prélevés au droit d'un site pollué aux hydrocarbures pétroliers (« mare » de pétrole située au pied de certains arbres appelés « ZP »). Les analyses ne permettent pas de mettre en évidence des différences significatives (intensité et signature des fractions aliphatiques ou aromatiques) entre les arbres situés en zone polluée (ZP) et ceux situés en zone non polluée (ZNP) (cf. Figure 2, tronquée à C14 tenant compte des pertes potentielles des hydrocarbures semi-volatils lors des étapes de préparation). La poursuite des travaux devrait permettre d'orienter la méthode analytique la plus adaptée.

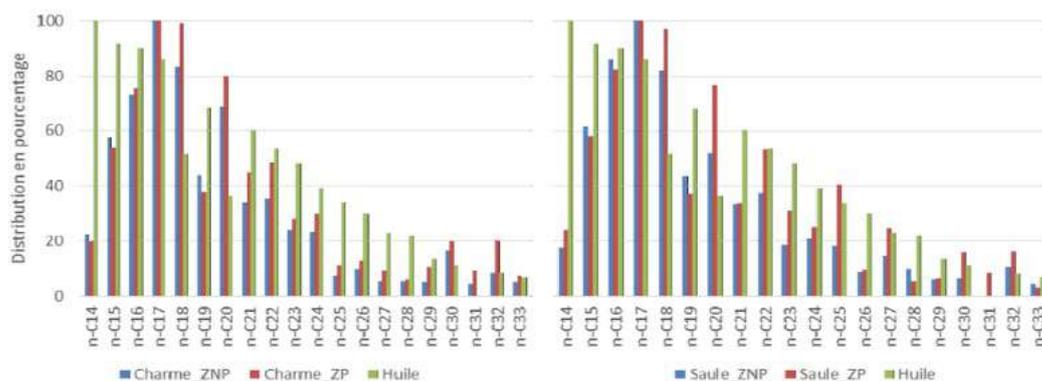


Figure 2 : Distribution des n-alcane (aire sous la courbe de chaque classe rapportée au pic le plus intense) dans l'huile du site (site PEC), le charme (gauche) et le saule (droite) situés en ZP et ZNP obtenus par GC-MS après fractionnement (fraction aliphatique)

Analyseurs de terrain

L'application des analyseurs de terrain pour les échantillons du phytoscreening ont mis en évidence les résultats suivants :

- **Métaux :**

- Préparation des échantillons : les échantillons de bois sont séchés à l'air libre (XRF et LIBS) et broyés pour l'analyse XRF (hachoir à lame) ;
- LIBS : le LIBS ne détecte pas les métaux présents dans les échantillons de bois exposés (LQ trop élevé) ;
- XRF : le XRF de terrain permet de quantifier correctement certains métaux présents dans le bois (Cu, Mn, Zn, les plus mobiles sont ceux transférés dans les arbres – Figure 3), d'autres sont en concentrations trop faibles (Cd, Pb, Sn, Al) ou non corrélés aux données en laboratoire (Cr et Fe). Au vu de la rapidité de la mesure au XRF (90 secondes), différents protocoles de préparation et de mesure sur site sont en cours d'évaluation (mesure directe sur le tronc, mesure après broyage sur site d'échantillon frais, etc.) ;

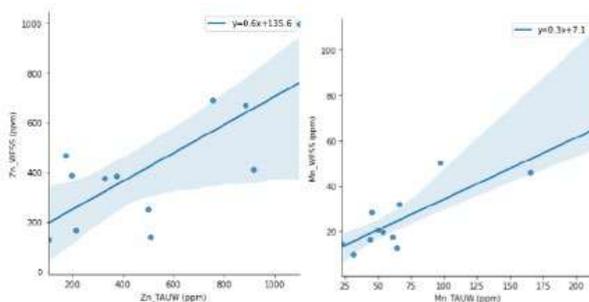


Figure 3 : Comparaison des analyses de laboratoire (WESS : ICP-MS après calcination et minéralisation) et de terrain (TAUW : XRF sur échantillon séché et broyé) pour la recherche des métaux (Zn à gauche, Mn à droite) dans les échantillons de bois exposés (Site VCH)

- **COHV et HAP légers :**

- Préparation des échantillons : conditionnement dans des flacons head-space, chauffage du flacon à 60°C pendant au moins 6 min, exposition de la fibre SPME 5,5 minutes à 60°C et 5,5 minutes à température ambiante ;
- GC Torion® : la plupart des COHV sont bien détectés par le GC Torion® et en proportions comparables à celles des analyses réalisées en laboratoire. Les HAP légers ainsi que quelques hydrocarbures légers sont également détectés par le GC Torion®. De nouvelles campagnes d'investigation sont prévues afin d'étudier l'applicabilité du GC Torion® comme analyseur sur site (COHV et HAP) permettant d'orienter le plan d'échantillonnage d'un diagnostic phytoscreening.

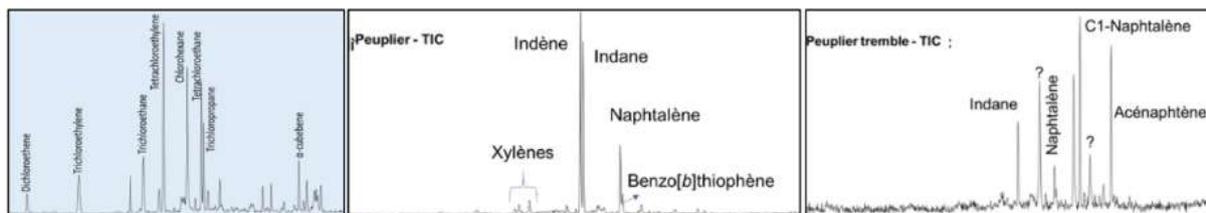


Figure 4 : Spectres obtenus par GC Torion® sur des échantillons de bois exposés (site COHV à gauche, site HAP au centre et à droite)

Application du phytoscreening comme outil de diagnostic

Les résultats obtenus à ce jour confirment les connaissances quant à l'applicabilité du phytoscreening pour cartographier la pollution en COHV et en certains métaux. La Figure 5 corrobore fidèlement la répartition spatiale de la pollution d'un site dont les sols et les gaz du sol (horizon 0-1m) sont impactés par les COHV grâce à l'échantillonnage d'une variété d'essences d'arbres présents sur site (charmes, chênes, frênes, saules, peupliers et érables) sans déceler une tendance associée aux essences échantillonnées.

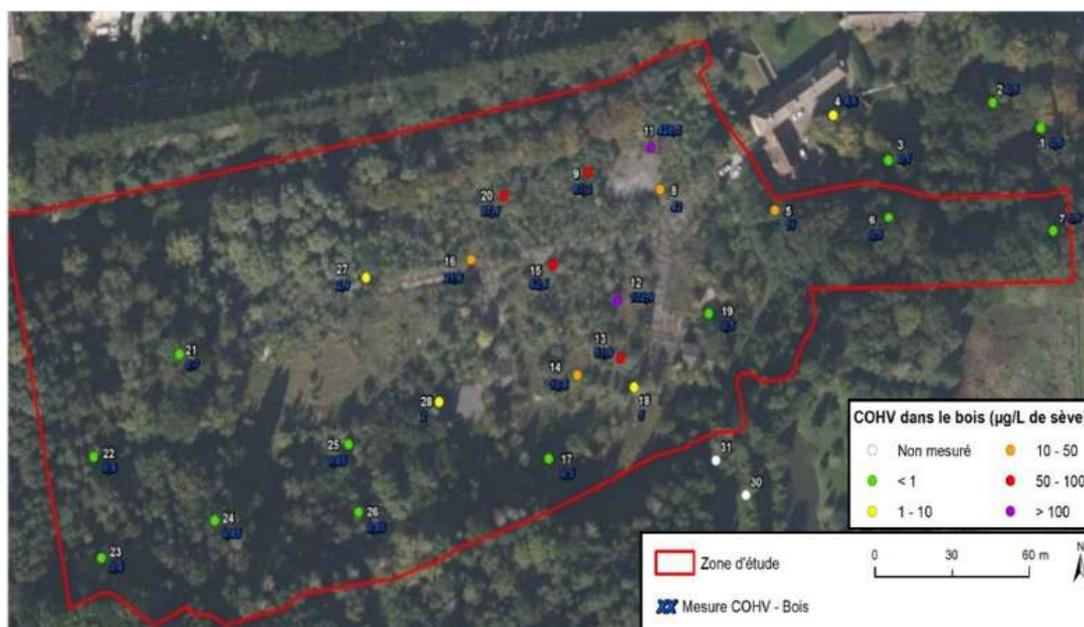


Figure 5 : Cartographie des résultats du diagnostic par phytoscreening sur un site pollué aux solvants chlorés (site SER)

Les investigations réalisées au droit de différents sites pollués aux HAP montrent des résultats encourageants : détection de certains HAP dans le bois (HAP légers : naphtalène, acénaphtylène, acénaphthène, fluorène, phénanthrène, anthracène, fluoranthène et pyrène). La poursuite des travaux sur les HAP se focalisera sur la détermination des causes de l'absence de détection des HAP lourds et établir une corrélation quantitative entre les concentrations dans le bois et dans les sols.

D'autre part, l'application du phytoscreening à la détection des BTEX n'a pas pu être démontrée. Plusieurs sites ont été investigués mais aucune détection significative des BTEX n'a été mise en évidence dans les arbres malgré des teneurs importantes de ces polluants dans les autres matrices (sol, eaux souterraines et/ou gaz de sol, cf. Tableau 2) et bien que d'autres composés volatils (COHV par exemple) aient été détectés en concentrations significatives dans les toutes les matrices de ces sites, y compris les arbres.

Echantillon	BTEX dans les arbres (µg/L de sève)	BTEX dans les sols (0-1 m ; mg/kg MS)	BTEX dans les eaux souterraines (µg/L)	BTEX dans les gaz de sol (µg/m ³)
SER002	0,2	<0,5	-	-
SER006	<2,4	<0,5	21 000	<52,9
SER007	<2,4	<0,5	550	-
SER008	1,1	0,357	-	253
SER011	<2,4	<0,5	0,8	-
SER014	<2,4	0,74	-	3 111
SER015	<2,4	5 790,6	-	76 342
SER016	<2,4	1 068,4	-	233
SER025	<2,4	<0,5	1,1	<85,5

Tableau 2 : Résultats en BTEX (somme) dans les arbres, les sols et les eaux souterraines (site SER)

Conclusions et perspectives

Les résultats d'analyse des polluants sur les échantillons d'arbres indiquent que le phytoscreening est adapté à la mesure (détection et quantification relative) de certains polluants présents dans le milieu souterrain (sol, nappe, gaz du sol) : COHV, certains métaux et les HAP légers. La poursuite des travaux sur les COHV et les métaux s'attachera à identifier les limites d'application (essence d'arbre, corrélations quantitatives arbres vs. autres milieux).

Cependant, les méthodes d'extraction et d'analyse testées n'ont pas permis de démontrer l'application du phytoscreening pour la recherche de BTEX et d'hydrocarbures pétroliers. Les essais en cours sur la comparaison de méthodes analytiques doivent permettre de guider les protocoles les plus adaptés. D'autre part, de nouveaux essais sont planifiés afin de déterminer les causes de l'absence de détection des BTEX (biodegradation au niveau du système racinaire [8]) et des hydrocarbures pétroliers (faible taux de transfert sol / arbre, biodegradation au niveau du système racinaire [9], difficulté de détection par rapport à un bruit de fond élevé).

Sous réserve d'étapes de préparation des échantillons de bois, les analyseurs de terrain permettent d'anticiper un gain lors de diagnostics phytoscreening : détection et semi-quantification pour certains métaux (XRF après séchage et broyage grossier) et COHV – HAP légers (GC Torion® après mise en température). De par la rapidité des protocoles de prélèvement du phytoscreening (jusqu'à 40 arbres par jour), de prochaines investigations sur site doivent permettre d'évaluer les contraintes d'application opérationnelle (durée et complexité de préparation des échantillons, mesures sur carottes de bois ou directement sur le tronc, etc.)

Références

- [1] ADEME. Chris Balouet et Michel Chalot (2015). Pollution investigation by trees (PIT), methodological guide. 72 pages.
- [2] Biache C., Lorgeoux C., Saada A., Colombano S., Faure P., 2017, Fast method to quantify PAHs in contaminated soils by direct thermodesorption using analytical pyrolysis, *Talanta*, 166, 241-248
- [3] Abuhelou F., Mansuy-Huault L., Lorgeoux C., Catteloin D., Collin V., Bauer A., Jaafar Kanbar H., Gley R., Manceau L., Thomas F., Montargès-Pelletier E., 2017, Suspended particulate matter collection methods influence the quantification of polycyclic aromatic compounds in the river system, *Environmental science and pollution research international*, 24, 28, 22717-22729.
- [4] Tchang-Tchong L., Michels R., Beccaletto L., Bossennec C., Lorgeoux C., Faure P., 2023, Geological and geochemical constraints to the reconstruction of the early paleothermal conditions of the Upper Rhine Graben, *Marine and Petroleum Geology*, 151, 106202
- [5] Kamil, Z.J., Zoory, M.J. & Mohamad, H.J. LIBS technique for plant mineral ratio analysis and environmental and agricultural importance: a comprehensive review. *Eur. Phys. J. D* 78, 27 (2024). <https://doi.org/10.1140/epjd/s10053-024-00818-6>
- [6] FELLIN, Marco, Martino NEGRI, Federico MAZZEI, et Roberto ZANUTTINI. 2014. «Charactrisation of ED-XRF Technology applied to wooden matrix.» *WOOD RESEARCH* 59 (4): 533-546.
- [7] Tchang-Tchong L., Michels R., Beccaletto L., Bossennec C., Lorgeoux C., Faure P., 2023, Geological and geochemical constraints to the reconstruction of the early paleothermal conditions of the Upper Rhine Graben, *Marine and Petroleum Geology*, 151, 106202
- [8] Wilson J, Bartz R, Limmer M, Burken J. Plants as bio-indicators of subsurface conditions: impact of groundwater level on BTEX concentrations in trees. *Int J Phytoremediation*. 2013;15(9):900-10. doi: 10.1080/15226514.2013.765769. PMID: 23819284.
- [9] Eze, M.O., Thiel, V., Hose, G.C. et al. Bacteria-plant interactions synergistically enhance biodegradation of diesel fuel hydrocarbons. *Commun Earth Environ* 3, 192 (2022). <https://doi.org/10.1038/s43247-022-00526-2>

Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier Hélène Roussel, Bastien Collet, Caroline Hussard, Cécile Fabre, Héloïse Thouement, Laurine Pierre, Coralie Gosset, Aurélie Pierrieau pour leur participation à cette étude et leurs conseils.

Développement de la dendrochimie appliquée aux sites pollués

Approche multi techniques pour l'analyse des traceurs et co-traceurs des polluants cerne par cerne

Hugo LOUET¹, Anne-Marie DESAULTY^{2*}, Stefan COLOMBANO³, Philippe LACH⁴, Michel CHALOT⁵

¹ Bureau de Recherches Géologiques et Minières (BRGM), F-45060, Orléans, France, h.louet@brgm.fr

² Bureau de Recherches Géologiques et Minières (BRGM), F-45060, Orléans, France, am.desaulty@brgm.fr

³ Bureau de Recherches Géologiques et Minières (BRGM), F-45060, Orléans, France, s.colombano@brgm.fr

⁴ Bureau de Recherches Géologiques et Minières (BRGM), F-45060, Orléans, France, p.lach@brgm.fr

⁵ Chrono-environnement UMR 6249, Université de Franche-Comté CNRS, F-25000 Besançon, France michel.chalot@univ-fcomte.fr

Résumé

Les sols contaminés par des polluants organiques et métalliques dus aux activités minières et industrielles nécessitent une gestion efficace pour des raisons environnementales, sanitaires et économiques. La dendrochimie, qui utilise les arbres comme bio-indicateurs pour enregistrer la pollution, est une méthode prometteuse pour diagnostiquer ces sols. Le projet GESIPOL ARGOS, coordonné par le BRGM et en partenariat avec TAUW, Chrono-Environnement et l'INRAE, vise à développer une méthode dendrochimique pour mesurer les traceurs de ces pollutions dans les arbres cerne par cerne. Cette méthode peu coûteuse et rapide est adaptée aux zones difficiles d'accès, et permet de comprendre la diffusion d'une pollution à l'échelle d'un site. Durant la première année du projet, des carottes d'arbres prélevées sur le site de Vieux-Charmont ont été analysées, révélant les avantages et limites des techniques utilisées (microdensitométrie, μ EDXRF et LA-ICP-MS). Le programme ARGOS a été développé sur Spyder utilisant le langage python pour traiter les données issues des analyses élémentaires. Les prochaines étapes du projet incluent l'amélioration et le développement des différentes techniques d'analyses bénéfiques au projet, ainsi que le programme ARGOS. Enfin la méthode développée sera testée sur des sites contaminés par des métaux et des composés organiques.

Introduction

La dendrochimie est un outil permettant d'identifier et de dater la pollution sur un site et éventuellement d'en établir l'origine pour déterminer les responsables de celle-ci. Cet outil se base sur l'absorption des nutriments et de certains polluants se trouvant dans le sol par les racines des arbres, mais également sur l'absorption de polluants volatils par les feuilles. Afin de développer cet outil d'analyse dans le cadre de sites et sols pollués, le BRGM, le laboratoire Chrono-Environnement, l'INRAE ainsi que le bureau d'études TAUW collaborent dans le cadre du projet financé par l'ADEME : GESIPOL ARGOS (Micro-Analyse élémentaire et isotopique des cernes des arbres comme outil de suivi chronologique et spatiale des pollutions dans le domaine des sites et sols pollués : Dendrochimie). L'objectif du projet est de développer une méthode validée de caractérisation dendrochimique basée sur une approche multi techniques, permettant la mesure directe et quantitative des traceurs et co-traceurs des polluants cerne par cerne. Le projet ARGOS vise à constituer le premier consortium commercial capable de réaliser à la fois les analyses et les interprétations de dendrochimie en France.

Matériel et méthodes

Dans le cadre du projet ARGOS, un premier site d'étude a été sélectionné afin de développer la méthode. Il s'agit d'un ancien site industriel situé à Vieux-Charmont (Bourgogne-Franche-Comté) La zone échantillonnée dans le cadre de cette étude qui servait pour le stockage des déchets se trouve au milieu du site industriel entre deux anciennes usines (industries horlogère et automobile). La base de données Basol (Site BASOL numéro : 25.0020) et l'étude de Collot et al. (2023) sur le site de Vieux-Charmont montre que les sols de la zone étudiée contiennent des teneurs importantes en Cd, As, Hg, Ni, Pb, Sn, Zn, Cr, Cu et Fe.

De plus, un ancien site minier, présentant une pollution importante en métaux (As, Pb, Cr, Cu, Ni, Ag, Zn, Cd, Hg), a été échantillonné en juillet dernier. Les échantillons ont été préparés et sont en cours de datation et d'analyse.

Les carottes d'arbre des sites d'études ont été prélevées et étudiées selon le mode opératoire développé et utilisé dans le cadre projet ARGOS et présenté dans la Figure 1.

Pour l'étude des métaux les facteurs de bioconcentration étant élevés pour les feuillus (peuplier, bouleau et saule) comparés aux autres essences d'arbre (Migeon et al., 2009), ce sont ces essences, qui sont privilégiées. La technique d'échantillonnage des arbres pour la dendrochimie et la dendrochronologie consiste à prélever une carotte diamétrale passant par le cœur, à hauteur de poitrine (environ 1 m 30 de hauteur), dans une orientation constante en utilisant une tarière de Pressler. Dans l'idéal les arbres échantillonnés doivent être de la même espèce, d'un âge similaire, de la même taille et en bonne santé. Deux carottages par arbres sont souvent nécessaires afin d'obtenir des données significatives et comparables, ces prélèvements sont sans danger pour l'arbre échantillonné lorsqu'ils sont réalisés correctement. Un échantillon témoin, servant de référence, sur un arbre de la même espèce mais dans une zone non polluée est recommandé.

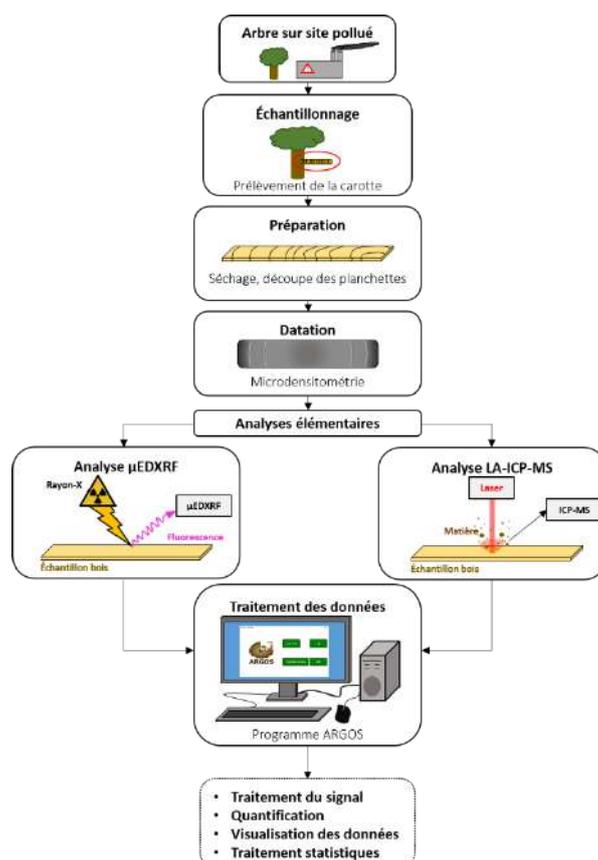


Figure 1 : protocole de prélèvement, de préparation et d'analyse des échantillons développé et utilisé dans le projet ARGOS.

Après le prélèvement, la préparation consiste au séchage de la carotte pendant 2 à 3 jours dans une étuve à 40 °C. La carotte est ensuite découpée en planchette de 2 mm d'épaisseur en utilisant une scie à lames jumelles permettant d'avoir une épaisseur constante le long de la planchette.

Les planchettes sont ensuite analysées par microdensité indirecte aux rayons X qui permet de produire des profils microdensitométriques pour chaque arbre étudié (Polge, 1978). Les différents niveaux de gris observés sur ces profils sont directement liés à la densité de bois permettant ainsi de définir avec précision les limites de cernes annuels de croissance de l'arbre et de qualifier sa réponse aux variations de son environnement.

Des analyses par μ EDXRF et LA-ICP-MS ont été effectuées sur des planchettes de bouleau et de peuplier issues du site d'étude de Vieux-Charmont ainsi que sur les standards externes utilisés en LA-ICP-MS pour la quantification des échantillons. L'analyse par μ EDXRF (pour spectrométrie par microfluorescence X à dispersion d'énergie) est une technique d'analyse non destructive basée sur la réponse de l'échantillon à un rayonnement X. Le spectre d'énergie émis est caractéristique de la composition de l'échantillon avec des raies d'émission spécifiques aux éléments présents et l'intensité de ces raies proportionnelles à leur concentration. Dans le cadre du projet ARGOS, le spectromètre M4-TORNADO-PLUS de la marque Bruker® est utilisé pour les analyses par μ EDXRF. Contrairement à l'analyse par μ EDXRF, l'analyse par LA-ICP-MS (pour spectrométrie à source plasma couplée à un système d'ablation laser) est semi-destructive. Un faisceau laser pulsé (de fréquences et de tailles choisis selon les conditions souhaités) est focalisé à la surface de l'échantillon. Le panache de particule et d'ions généré par l'ablation est ensuite transporté via un flux constant d'hélium gazeux auquel est ensuite ajouté de l'azote (gaz) et de l'argon (gaz) vers un ICP-MS. Ce panache est ensuite ionisé dans un plasma à couplage inductif, et les espèces atomiques sont transportées sous forme d'ions, séparées et analysées en fonction de leurs rapport masse/charge au fil du temps. Dans le cadre du projet ARGOS le laser à source gazeuse Eximer (EXCIted diMER) Argon Fluor Cetac® Excite 193nm, ainsi que l'ICP-MS Agilent® 8900 Triple-Quadripole sont utilisés pour les analyses LA-ICP-MS.

Afin de traiter et fusionner les données obtenues à partir des différentes techniques analytiques obtenues lors du projet ARGOS, un programme informatique a été développé sur Spyder (Scientific PYthon Development EnviRonment) utilisant le langage python. L'application permet de traiter, quantifier et visualiser les données issues des cartographies (ou simple ligne) de LA-ICP-MS, mais également de visualiser les données (quantifiées ou non par le logiciel M4 Tornardo) de l'EDXRF. Enfin il est également possible d'effectuer des traitements statistiques sur les jeux de données LA-ICP-MS et EDXRF et de fusionner les deux. Ce programme informatique est toujours en développement, et le sera tout au long du projet ARGOS.

Résultats et discussion

La datation par microdensitométrie est difficile à établir pour les feuillus (peuplier et saule), car leur limite de cerne est peu marquée.

Concernant l'analyse des standards par μ EDXRF, les résultats obtenus sont cohérents pour la plupart des matrices et éléments (sauf concentrations proche de la limite de quantification et interférences). Concernant l'analyse par μ EDXRF des échantillons prélevés sur le site de Vieux-Charmont, les conditions d'analyses utilisées ont permis de détecter plusieurs éléments chimiques (Si, Al, Fe, Ca, Na, K, Mg, Ti, P, Mn, S et Zn) dont l'étude est d'un grand intérêt pour suivre l'étendu d'une contamination sur un site pollué. Les analyses préliminaires (portant seulement sur quelques échantillons) du deuxième site d'étude ont permis de détecter et de quantifier un élément d'intérêt majeur pour l'étude de ce site : l'arsenic. En effet, cet élément, présent en très faible quantité dans les arbres, est néanmoins observable dans les échantillons prélevés sur le site. Ces résultats sont toutefois préliminaires : la datation n'ayant pas encore été réalisée, il n'est pas encore possible de corrélérer ces résultats avec les données du site (historique du site, piézomètres, pH, etc.). Sur les cartographies obtenues, l'évolution de la concentration en fonction des cernes d'arbres est identifiable et permet donc de suivre l'évolution temporelle de la concentration des éléments chimiques. De plus, on constate des corrélations entre l'évolution de plusieurs éléments chimiques au sein d'un même échantillon, ainsi que des variations de concentrations dû à l'anatomie de l'arbre (transition aubier/duramen). L'analyse par LA-ICP-MS des échantillons de Vieux-Charmont permet de détecter et de quantifier un grand nombre d'éléments (B, Na, Mg, Al, P, S, Cl, K, Ca, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Rb, Sr, Mo, Cd, Sb, Ba, Hg et Pb) avec des limites de détection très basses (ppm [μ g/g] voir ppb [ng/g]) comparées à celles obtenues en μ EDXRF. Dans les échantillons analysés, comme pour la μ EDXRF on note la présence de corrélation entre certains éléments (par exemple entre Zn, Cd et Pb qui sont des polluants présents sur le site d'étude). De plus, on retrouve également des changements de concentration au niveau de la transition entre l'aubier et le duramen, un facteur important à prendre en compte lors des analyses dendrochimiques. Le nombre d'éléments détectés et quantifiés dans les planchettes de bois est beaucoup plus important en LA-ICP-MS qu'en μ EDXRF, en raison des très bonnes limites de détection en spectrométrie de masse. Les concentrations obtenues pour les deux méthodes d'analyse sont du même ordre de grandeur mais il y a quand même des différences qui devront être corrigées en travaillant sur la quantification en LA-ICP-MS et les standards utilisés. En comparaison, la μ EDXRF a l'avantage d'être rapide, non destructive et permet d'analyser des planchettes de grande taille alors que l'analyse par LA-ICP-MS est semi-destructive, plus difficile de mise en œuvre mais permet d'analyser un grand nombre d'éléments avec une très bonne limite de détection. Ces deux techniques sont donc complémentaires et c'est leur couplage qui va permettre une analyse dendrochimique exhaustive de l'échantillon.

Le programme ARGOS a permis d'obtenir des représentations graphiques des cartographies réalisées, mais également d'obtenir le profil de la concentration des éléments pour chaque ligne analysée et/ou la moyenne de plusieurs lignes. De plus, le programme a également permis de réaliser des traitements statistiques sur les résultats pour les deux techniques d'analyse, ce qui est essentiel pour l'interprétation dendrochimique des résultats. Enfin, il permet également de comparer les résultats des deux techniques d'analyse en comparant l'évolution de la concentration sur un échantillon pour chacune des techniques d'analyse.

Conclusions et perspectives

Afin de développer notre méthode, nous avons travaillé sur des carottes de peuplier et de bouleau prélevées par le laboratoire Chrono-Environnement sur le site de Vieux-Charmont (Bourgogne-Franche-Comté), friche industrielle autrefois soumise à une activité industrielle horlogère et automobile. Ces carottes ont ensuite été préparées, transformées en planchette et datées par l'INRAE puis analysées au BRGM. L'étude de ces planchettes a permis de révéler les atouts et limites de chaque technique d'analyse. La datation par microdensitométrie est difficile à établir pour les feuillus (peuplier et saule), car leur limite de cerne est peu marquée. L'analyse par μ EDXRF a l'avantage d'être rapide, non destructive et de permettre d'analyser des planchettes de grande taille, alors que l'analyse par LA-ICP-MS est semi destructive, plus difficile de mise en œuvre, mais permet d'analyser un grand nombre d'éléments, dont les métaux présents dans les sols du site de Vieux-Charmont et que l'on retrouve dans bon nombre de sites et sols pollués français (Hg, Pb, As, etc.). Le programme informatique ARGOS qui a été développé dans le cadre de ce projet permet de traiter et fusionner les données obtenues à partir des différentes techniques analytiques (analyse rétrospective microdensitométrie, LA-ICP-MS et μ EDXRF), mais aussi de leur appliquer des traitements statistiques.

Dans le cadre du projet, deux campagnes d'échantillonnage ont et vont avoir lieu dans les prochains mois afin de tester la potentialité de la méthode sur un site soumis à une forte contamination métallique et un site soumis à une contamination organique (pollution chlorée). L'échantillonnage de ces sites permettra de perfectionner les méthodes d'analyses mises en place et également d'introduire de nouvelles variables à l'interprétation des résultats (conditions météorologiques, comparaison avec des piézomètres, etc.). De plus, la micro-Tomographie à rayon X sera utilisée afin d'améliorer la datation qui est difficile pour les essences d'arbres étudiées. Des inter comparaisons sont prévues avec d'autres techniques d'analyse (e.g. l'ITRAX pour l'analyse μ EDXRF). Le développement de l'analyse par LA-MC-ICP-MS pour l'analyse isotopique d'élément tel que le plomb permettant de retracer l'origine de la pollution est également envisagé. Enfin, le programme informatique continuera d'être développé et amélioré pour pouvoir notamment implémenté tout au long du projet les différents types de données acquises et utiles pour le projet (données météorologiques, données issues des différentes techniques d'analyses, statistiques, etc.), mais aussi pour leur représentation et leur traitement statistiques.

Remerciement

Merci à Nassim Belmokhtar et Philippe Rozenberg de l'INRAE pour l'échantillonnage et la datation des échantillons ainsi que leur expertise sur le domaine des arbres, à Maria Agudelo et Sébastien Kaskassian de TAUW pour l'échantillonnage et les informations fournies tout au long du projet ARGOS. Merci également à Claire Aupart, Sébastien Perret, Stéphane Gaboreau et toutes les personnes au sein du BRGM qui ont aidé au développement d'ARGOS. Enfin, merci à l'ADEME et en particulier à Helene Roussel pour le soutien fourni au projet.

Bibliographie

Collot, J. et al. (2023). Floristic survey, trace element transfers between soil and vegetation and human health risk at an urban industrial wasteland. *Journal of Hazardous Materials*, 459, 132169. <https://doi.org/10.1016/J.JHAZMAT.2023.132169>

Migeon, A. et al. (2009). Metal accumulation by woody species on contaminated sites in the north of France. *Water, Air, and Soil Pollution*, 204(1–4), 89–101. <https://doi.org/10.1007/s11270-009-0029-5>

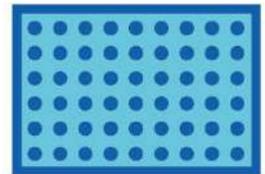
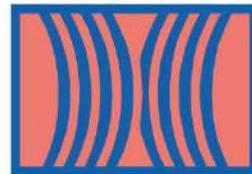
Polge, H. (1978). Fifteen years of wood radiation densitometry. *Wood Science and Technology*, 12(3), 187–196. <https://doi.org/10.1007/BF00372864>

COMMUNICATIONS ORALES

5^e RENCONTRES NATIONALES

de la Recherche sur
les sites et sols pollués

04 et 05 février 2025 - Paris



Recueil des résumés

ATELIER 1B : Outils de traitement et
de cartographie des données

En partenariat avec :



Atelier 1B

Outils de traitement et de cartographie des données

[Caractérisation et interprétation des résultats]

Calcul de valeurs de fonds pédogéochimiques sur la Métropole de Lyon avec la méthodologie nationale 3

Carte d'anomalies géochimiques 10

Outil national de valorisation des terres excavées

Premiers fonds pédogéochimiques urbains de la Base de Données des analyses de Sols Urbains - BDSolU 16

Cartorisk 22

Outil de cartographie géostatistique des risques sanitaires pour la reconversion des friches

Forensie environnementale : outils statistique et isotopie 28

Pollution des sols en ETMM à l'échelle d'un territoire en contexte industriel multi-sources

Calcul de valeurs de fonds pédo-géochimiques sur la Métropole de Lyon avec la méthodologie nationale

Baptiste SAUVAGET^{1*}, Hélène DEMOUGEOT-RENARD²

Résumé

Entre 2018 et 2023, une méthode statistique de calcul de valeurs de fonds des sols urbains a été développée par l'équipe du projet « Etablissements de fonds pédo-géochimiques – FGU »¹. Celle-ci est présentée dans la nouvelle version du guide national de détermination des valeurs de fonds à l'échelle d'un territoire, en cours de parution². Sur la même période, au cours de deux études successives^{3,4}, le bureau eOde a pu tester la méthode et l'ajuster sur un grand jeu de données rassemblé dans une base (Geomely) par la Direction du Foncier et de l'Immobilier de la Métropole de Lyon : la base Geomely renfermait les analyses chimiques de 5 948 échantillons de sol à la date de réalisation des études, collectés dans le cadre de projets de construction sur le territoire métropolitain.

Le jeu de données a été divisé en deux sous-ensembles représentatifs des fonds pédo-géochimiques naturel et anthropisé, et des corrections ont été apportées pour réduire l'effet de leur répartition spatiale en grappes (dégrouper) et des valeurs inférieures aux limites de quantification (substitution des valeurs par une méthode originale par discrétisation). Pour chacune des 14 substances analysées dans les sols (As – Ba – Cd – Cr total – Cu – Hg – Mo – Ni – Pb – Sb – Se – Zn – 16HAP – PCB), la limite supérieure interne de la vibrissse a été calculée comme valeur haute des gammes de valeurs, pour définir une « ligne de base » opérationnelle permettant de différencier les fonds pédo-géochimiques entre eux et les anomalies anthropiques. Des lignes de base différentes ont été calculées par entités géographiques cohérentes (EGC), qui partitionnent le territoire en fonction de la géologie et de l'occupation des sols.

Les résultats bruts issus du traitement statistique ont été arrondis par la Métropole de Lyon pour constituer des valeurs locales utilisables dans la pratique, afin de favoriser la réutilisation de terres excavées et la protection de la ressource sol. Une note technique à destination des professionnels pour décrire les conditions d'utilisation de ces lignes de base est en cours d'élaboration.

¹ eOde, 7 chemin de Mont-Riant, CH-2000 Neuchâtel, baptistesauvaget@eode.ch

² eOde, 7 chemin de Mont-Riant, CH-2000 Neuchâtel, helenedemougeotrenard@eode.ch

Introduction

En France, les guides de valorisation des terres excavées hors site⁵⁶ demandent l'estimation de la qualité des sols par comparaison au fond pédo-géochimique, qui comporte lui-même plusieurs niveaux. Le premier niveau, national, rassemble des valeurs seuils libératoires relativement faibles autorisant la réutilisation des terres sur l'ensemble du territoire français (hors France d'outre-mer). Afin de pouvoir valoriser davantage de terres tout en protégeant la qualité chimique des sols urbains, deux autres niveaux sont proposés correspondant à des fonds pédo-géochimiques locaux dont les valeurs peuvent être supérieures aux seuils nationaux. De manière plus générale, ces valeurs locales représentatives des concentrations chimiques « habituelles » des sols d'un territoire urbain ou péri-urbain – quartier, métropole, bassin versant ou région – sont utiles aux gestionnaires de ces zones dans le cadre de la planification urbaine et de la préservation de la ressource sol.

Afin de déterminer ces référentiels locaux, une approche statistique est possible. Elle consiste à calculer une valeur seuil statistique sur un jeu de données représentatif des valeurs de fond. La méthode de détermination de cette « ligne de base » est décrite dans la version actualisée du guide de détermination des valeurs de fond à l'échelle d'un territoire (à paraître), reprise entre 2022 et 2024 par l'ADEME avec le concours du bureau eOde et la participation d'un groupe de relecteurs² : elle consiste à calculer la limite supérieure interne de la vibrisse sur une gamme de valeurs représentatives du fond pédo-géochimique naturel ou anthropisé d'une entité géographique cohérente (EGC). Cette méthode a été établie entre 2018 et 2023 par le BRGM, l'École des Mines de Paris, le bureau eOde et l'INRAE, dans le cadre du projet « Etablissements de fonds pédo-géochimiques – FGU » cofinancé par l'ADEME.

En parallèle, depuis 2010, la Métropole de Lyon rassemble dans une base (Geomely) les données sur la qualité chimique de sols prélevés dans le cadre de projets de construction et d'aménagement menés sur son territoire. Cette base est actuellement l'une des plus fournies des collectivités territoriales françaises, avec près de 6 000 échantillons de sol.. Par le projet CARTIFOND soutenu par l'ADEME, le bureau eOde a eu pour mission d'analyser les données de la base pour établir des valeurs de fonds pour la Métropole de Lyon. Ce travail a servi à la fois à déterminer des « lignes de base » pour la Métropole, et à expérimenter les méthodes en cours de développement dans le cadre du projet FGU. L'objectif est de présenter ici les résultats de ces travaux.

Matériel et méthodes

Données d'entrée

La base de données Geomely contenait 5 948 échantillons de sol en juillet 2018. Chacun des échantillons présentait des informations sur le positionnement des points de prélèvement et leur profondeur, les méthodes de prélèvement, les protocoles et les résultats d'analyse, renseignées par une centaine de variables sous format : numérique, catégoriel, ou sous forme de texte libre ou prédéfini à choix en menu déroulant.

Les substances analysées renseignées dans la base sont : dans les échantillons de sol brut et dans les éluats, les éléments traces métalliques As, Ba, Cd, Cr total, Cu, Hg, Mo, Ni, Pb, Sb, Se et Zn ; dans les échantillons de sol brut uniquement, la somme des 16 HAP de la liste US EPA, la somme de 7 PCB, les hydrocarbures totaux (HCT) et les BTEX ; dans les éluats uniquement, les fluorures, l'indice phénol, la fraction soluble, les chlorures et les sulfates.

Positionnement des données

Pour des raisons de confidentialité, le positionnement précis des points d'analyse n'est pas indiqué dans la base. Un maillage a été superposé à la carte du territoire de la Métropole de Lyon, et les données ont été attribuées à une maille carrée de 100 m de côté. Chacune des mailles d'une surface d'1 hectare peut donc contenir un à plusieurs échantillons, sans que leur position XY dans le système de coordonnées de référence soit précisée. Pour les besoins du projet CARTIFOND, des tests menés sur un cas synthétique et un sous-ensemble de données de la base nous ont conduit à positionner aléatoirement les échantillons dans la maille.

Attribution des données aux fonds pédo-géochimiques anthropisé et naturel

Au stade de leur saisie par les bureaux d'étude, les données de la base Geomely ont été classées dans 3 catégories : « bruit de fond géochimique naturel » (BFGN), « bruit de fond géochimique avec apports d'origine naturelle » (BFGAN) et « bruit de fond géochimique avec apports d'origine anthropique » (BFGAA). Les définitions de ces catégories ont été posées antérieurement à celles définies dans le guide national², qui ne distingue que 2 fonds pédo-géochimiques : naturel (FPGN) pour du sol - d'origine naturelle en place ou déplacé (remblais) - qui n'est pas marqué par l'activité humaine, ou anthropisé (FPGA) pour du sol - naturellement en place ou déplacé (remblais) - marqué par une activité anthropique diffuse.

Des analyses de variance (ANOVA) pour les 14 substances d'intérêt et une analyse de variance multiple (MANOVA) suggèrent que la catégorie BFGN se différencie le plus systématiquement des 2 autres catégories, BFGAN et BFGAA. Les catégories de sol BFGAN et BFGAA semblent en revanche plutôt assez proches l'une de l'autre. Ces tendances ont conduit à la décision de :

- Regrouper les données des bruits de fonds de remblais naturels (BFGAN) et de remblais anthropisés (BFGAA), pour former le fond pédo-géochimique anthropisé (FPGA) ; 3 721 échantillons sont ainsi attribués au FPGA,
- Traiter séparément les données du fond pédo-géochimique naturel (BFGN = FPGN) ; 2 203 échantillons caractérisent le FPGN.

Gestion des tailles variables d'échantillons (support)

Les échantillons de sol présentent des longueurs de carottes très variables dans les 2 fonds, allant de moins de 0.3 m à 1.9 m, avec une moyenne à 1 m. Les échantillons de sol de tout support ont néanmoins été conservés dans les 2 fonds pour les traitements ultérieurs, compte-tenu de l'influence négligeable de leur support sur les statistiques, et notamment sur la vibrisse supérieure interne utilisée comme ligne de base de référence.

Profondeur d'échantillonnage

Les échantillons attribués au fond anthropisé FPGA ont été prélevés dans les terrains de surface, en moyenne jusqu'à 1.0 – 1.2 m de profondeur. Les échantillons classés dans le fond naturel FPGN sont généralement plus profonds, situés en moyenne à 1.6 – 2.2 m de profondeur. Les échantillons de toutes les profondeurs ont été conservés, étant donné le peu d'influence de la mise à l'écart des profondeurs les plus extrêmes (9.8 m dans le FPGN, 10.5 m dans le FPGA) sur les statistiques.

Gestion des données en grappes (dégrouper)

Le rassemblement dans la base Geomely de données collectées dans le cadre de projets de construction et d'aménagement induit une répartition spatiale en grappes sur le territoire : les données collectées dans les sites d'intérêt sont séparées par de petites distances, les groupes de données ainsi constitués pouvant être très éloignés les uns des autres. Cette organisation peut avoir un effet sur les statistiques, la qualité chimique des sols étant sur-représentée au niveau des sites, sous-représentée en dehors. Un dégroupement a été appliqué aux données afin de corriger cette redondance d'information en pondérant les données. Une fenêtre carrée de 600 m de côté a été utilisée pour calculer des poids de dégroupement pour les données du fond FPGN, de 500 m de côté pour les poids des données du fond BFGA.

Substitution des valeurs inférieures aux limites de quantification

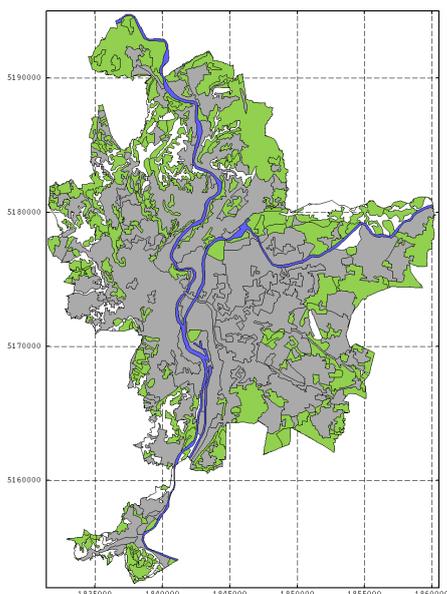
Les fortes proportions de valeurs inférieures aux limites de quantification (<LQ) peuvent influencer les paramètres statistiques calculés sur la substance d'intérêt, notamment la ligne de base. Pour corriger cet effet de censure des données, la méthode de substitution par discrétisation développée par l'équipe du projet FGU et présentée dans le nouveau guide national² a été appliquée dès que 25% des valeurs ou plus étaient censurées. Elle consiste à substituer chaque valeur inférieure à la LQ par « n » valeurs réparties uniformément entre 0 et la LQ et chacune pondérée par 1/n.

Calcul des lignes de base par EGC ou sur tout le territoire

Conformément à la méthodologie mise en place dans FGU, la limite supérieure interne de la vibrisse a été utilisée comme ligne de base pour toutes les substances. La méthodologie a été appliquée sur l'ensemble des données pour la totalité du territoire, puis par entités géographiques cohérentes (EGC) construites à partir de regroupements de faciès géologiques pour le FPGN et d'occupation des sols pour le FPGA (*Figure 1*) :

- Les géodonnées de Corine Land Cover 2012 (CLC12) ont été classées en 3 usages correspondant à 3 catégories « activités urbaines et industrielles », « zones vertes : parcs et jardins, forêts, terres agricoles, etc. » et « cours d'eau »,
- Les formations lithologiques de la carte géologique au 1/50 000 du BRGM ont été classées dans les groupes des « Alluvions » (Fz), « Zones de transition » (NFGy), « Moraines » (Gy+Granit) et « Autres formations ». Ces regroupements ont été établis en concertation avec Blandine Clozel, géologue cheffe de projet au BRGM Auvergne-Rhône-Alpes. Les lignes de base calculées sur ces EGC se révélant très semblables, ce découpage n'a finalement pas été conservé.

Groupes d'usage du sol



Groupes de formations géologiques

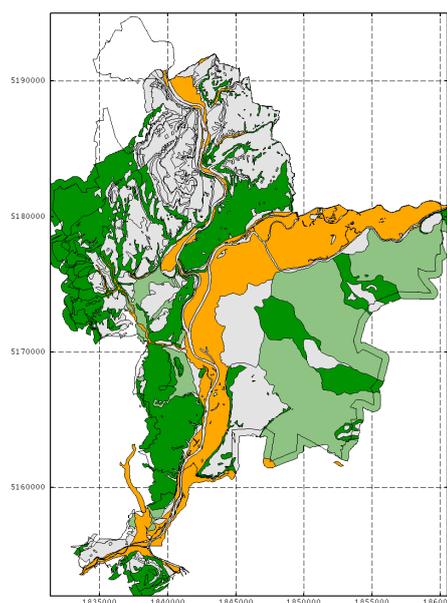


Figure 1 – Localisation des groupes d'usage du sol (gauche) et de formations géologiques (droite), formant les EGC définies sur le territoire de la Métropole de Lyon pour établir les fonds.

Résultats

Les lignes de base retenues par la Métropole de Lyon pour caractériser les fonds

résultent d'adaptations pratiques des valeurs de fonds issues du traitement statistique des données :

- Les valeurs calculées par EGC ont été retenues lorsqu'elles apparaissaient bien différenciées (cas du cuivre, du plomb et du zinc par exemple),
- La valeur globale calculée pour l'ensemble du territoire a été adoptée lorsque les valeurs par EGC ont été jugées peu différenciées (cas des paramètres Cr total – Hg – Mo – Ni – 16HAP – PCB dans le FPGA et de toutes les substances dans le FPGN),
- La valeur du FPGN a été attribuée à la valeur du FPGA dans les zones vertes (voire au FPGA dans tout le territoire) lorsque cette dernière était inférieure à la première (cas de Ba – Cr total – Ni), en partant de l'hypothèse que les teneurs dans le fond anthropisé doivent être au moins égales à celles du fond naturel.

La comparaison aux valeurs nationales (TEX niveau 1 ou Aspitet niveau 2 (anomalie modérée)) montre que les valeurs locales de nombreuses substances sont égales ou plus élevées que les valeurs libératoires nationales (TEX niveau 1) (cas d'As ou Cd), autorisant davantage de réutilisation de terres excavées. Quelques-unes en revanche sont plus faibles, reflétant ainsi le contexte géologique et d'occupation des sols propre à la Métropole de Lyon.

Conclusions et perspectives

Le projet CARTIFOND représente un premier cas d'application de la méthodologie nationale révisée de détermination des fonds des sols urbains d'un territoire, sur un grand jeu de données. En étant mené en parallèle à la troisième phase du projet FGU, il a non seulement permis de construire un premier référentiel des sols spécifique au territoire lyonnais, mais également de contribuer à l'approfondissement de la méthodologie nationale pour calculer des lignes de base.

Cela a notamment permis de mettre l'accent sur les facteurs limitants de chaque étape de calcul des valeurs de fond et sur les points d'attention principaux tels que les effectifs, les proportions de valeurs <LQ, ou bien encore le besoin de dégroupement spatial.

A l'échelle de la Métropole de Lyon, ces valeurs de référence représentent une première étape dans la prise en compte des fonds pédo-géochimiques locaux dans l'aménagement du territoire, qui pourra être complétée à l'avenir par une mise à jour des valeurs avec les nouvelles données rassemblées dans la base Geomely depuis 2018, ainsi que par une cartographie géostatistique des fonds.

Enfin, avec 12 substances bénéficiant de lignes de base et 2 fonds, naturel et anthropisé, un outil de croisement des différents résultats semble nécessaire pour déterminer rapidement les possibilités de réutilisation des terres et la qualité chimique multi-paramètre d'un sol. Un outil interactif de croisement des différents résultats et de comparaison à des analyses de sols pourrait être développé pour remplir ce rôle en intégrant, si-besoin, le découpage des parcelles cadastrales.

Références

- (1) Charvet, R.; Mougin, C.; Rémy, E. *Sols Urbains, Environnement et Santé. Repenser Les Usages*, Quae.; 2024.
- (2) ADEME. Méthodologie de Détermination Des Valeurs de Fonds Dans Les Sols: Echelle Territoriale. Groupe de Travail Sur Les Valeurs de Fonds. Version Actualisée; A paraître.
- (3) eOde. Projet Cartifond. Cartographie Des Valeurs de Fonds Des Sols de La Métropole de Lyon. Rapport Final; Grand Lyon et Ademe, 2022; p 92.
- (4) eOde. Détermination Des Fonds Pédo-Géochimiques Des Sols Du Grand Lyon (Base de Données Geomely). Etude d'approches Géostatistiques Adaptées à La Cartographie Des Valeurs de Fonds; Grand Lyon, 2020; p 128.
- (5) Coussy, S.; Hulot, C.; Billard, A.; Kaabouch, S.; Dubrac, N. Guide de valorisation hors site des terres excavées issues de sites et sols potentiellement pollués dans des projets d'aménagement; Ministère de la transition écologique et solidaire, 2020; p 60.
- (6) Coussy, S.; Dubrac, N.; Moutier, L. Guide de valorisation hors site des terres excavées non issues de sites et sols potentiellement pollués dans des projets d'aménagement; Ministère de la transition écologique et solidaire, 2020; p 51.
- (7) Baize, D. Teneurs Totales En "Métaux Lourds" Dans Les Sols Français. *Courrier de l'Environnement de l'INRA* 2000, No. 39.

Remerciements

Nous remercions chaleureusement la Métropole de Lyon nous ayant accordé leur confiance et expertise pour cette étude, et plus particulièrement Pierre Clottes et Julien Correa. Nous remercions l'ADEME pour son appui financier, et tout particulièrement Hélène Roussel pour son soutien indéfectible au projet. Et enfin nous remercions le BRGM et Blandine Clozel pour son expertise en géologie.

Carte d'anomalies géochimiques

Outil national de valorisation des terres excavées

Noémie DUBRAC^{1*}, Stéphane BELBEZE¹, Valérie LAPERCHE¹, Jérémie MELLETON¹, Samuel COUSSY¹

¹BRGM (French Geological Survey), 3, av. Claude Guillemin, 45060 Orléans, France, n.dubrac@brgm.fr, s.belbeze@brgm.fr, v.laperche@brgm.fr, j.melleton@brgm.fr, s.coussy@brgm.fr

Résumé

Dans le cadre de la mise à jour de la méthodologie nationale de valorisation des terres excavées de 2020, une carte nationale d'anomalies géochimique a été mise en place afin d'aider les parties prenantes à valoriser certaines terres excavées non issues de sites et sols pollués sans caractérisation préalable. En 2021, un premier retour d'expérience a permis d'identifier les besoins d'évolution de la carte, qui ont été mis en œuvre en 2022 et 2023. Cette carte a été mise en place à partir de plusieurs sources de données, et un traitement statistique particulier a été déployé afin d'aboutir à une carte dont la résolution est de 3 km. Cette carte est actuellement diffusée sur le visualiseur Infoterre du BRGM et sur l'application TERRASS.

Introduction

Le cadre réglementaire et technique dans le domaine de la valorisation des terres excavées s'étoffe depuis plusieurs années. Associée à la publication des guides de valorisation hors site des terres excavées issues de sites et sols potentiellement pollués ou non dans des projets d'aménagement (Coussy et al., 2020a ; Coussy et al., 2020b), une mise à jour importante des différents outils d'aide à la valorisation des terres excavées tels qu'Hydrotex (Boissard et al., 2018), le guide de caractérisation des terres excavées (Coussy et al., 2020c), ou l'application TERRASS (Dubrac, 2019) a été initiée en 2018.

La carte d'anomalies géochimiques a été réalisée pour le guide de valorisation hors site des terres excavées non issues de sites et sols pollués sorti en 2020. Elle définit des zones (hors anomalies, d'anomalies géochimiques et d'anomalies géochimiques spécifiques) au sein desquelles il est possible de valoriser les terres excavées non issues de sites pollués, sans réaliser d'analyses physicochimiques et sous certaines conditions. Cette carte est fonctionnelle et commence à être utilisée par les parties prenantes. En 2021, un premier retour d'expérience sur cette carte a permis d'identifier les besoins d'évolution de la carte, qui ont été mis en œuvre en 2022 et 2023.

Matériel et méthodes

La littérature scientifique (McBratney et al., 2003) montre qu'un grand nombre de facteurs influe sur la nature d'un sol et les teneurs que l'on y mesure et qu'il est possible de modéliser les teneurs dans les sols avec des méthodes d'interpolation adaptées (krigeage à dérive (KED) ou forêts d'arbres aléatoires (GQRF) et à partir de 7 facteurs : le SCORPAN) :

$$S=f(s,c,o,r,p,a,n)$$

Avec S : la grandeur physique du sol (attribut ou teneur) à modéliser, f : une fonction ou un modèle, s : une mesure des sols connue, c : les conditions climatiques de l'environnement, o : les usages du sol (forêt, effets anthropique, ...), r : relief, topographies, attributs du paysage, p : la lithologie du sol, a : l'âge du sol et n : la position spatiale du point.

En vue d'établir une gestion raisonnée des terres excavées qui ne viennent pas de sites pollués, le BRGM a choisi un modèle hybride KED-GQRF (Ballabio et al., 2024) pour tirer le meilleur des deux modèles et a sélectionné les facteurs les plus adaptés. La première version de la carte d'anomalies géochimiques a ainsi été élaborée en 2019 à partir de 3 sources de données :

- la base de données RMQS de l'INRAE qui donne la qualité (dont les éléments traces métalliques ETM) des sols agricoles et forestiers sur 2 240 sites d'échantillonnage (maille de 16 km x 16 km) à plusieurs profondeurs (0-30 et 30-50 cm),
- la nouvelle carte de lithologie de surface du BRGM avec une résolution de 500 m x 500 m,
- les cartes de zones anomaliques issues de l'inventaire minier du BRGM (données ponctuelles à des échelles variables).

En 2023, ces données ont été complétées par les teneurs en argile et en limons dans les sols à partir des données du programme LUCAS ainsi que la topographie (altitude, pente et direction de pente) avec une résolution de 30 m x 30 m de l'IGN, pour aboutir à la version actuelle de la carte d'anomalies géochimiques. Une première analyse a été réalisée pour estimer les corrélations entre les ETM et la lithologie de surface et aussi entre chacun des 8 ETM. Il n'est pas possible de calculer un coefficient de corrélation entre une teneur en élément et une variable catégorielle comme la géologie mais il est possible d'évaluer l'effet ou non d'un paramètre sur la variance des valeurs.

Globalement, l'étude montre des corrélations de la géologie avec les ETM positives mais peu élevées pour tous les composés (hormis le mercure pour le sub-surface). La lithologie est donc exploitable comme valeur auxiliaire d'interpolation (covariable), ce qui permet d'augmenter la précision des interpolations à des échelles inférieures au maillage de 16 km x 16 km puisque la lithologie est connue à une échelle de 500 m x 500 m.

L'étude montre également que les corrélations entre ETM sont significatives pour certains éléments mais aussi entre les ETM et la topographie et les teneurs en argile et limons. La mise en évidence de ces corrélations positives impose de choisir une méthode de traitement et d'interpolation qui préserve ces liens comme une analyse multivariée qui analyse l'ensemble des variables simultanément. Ces techniques de traitement (CODA) permettent de corriger le biais engendré par la prise en compte de l'ensemble des variables si plusieurs teneurs sont expliquées par le même phénomène.

Suite à ces constats, le traitement a consisté en plusieurs étapes (cf. figure suivante) :

- l'identification et le retrait des données anomaliques hautes et basses (outliers) pour chaque teneur en ETM,
- une analyse des données avec des transformations ILR (isometric log ratio) pour obtenir des variables exploitables statistiquement (ETM-> ILR), (Madani et al., 2020)
- une analyse en composantes principales (ACP) pour corriger le biais engendré par la prise en compte de l'ensemble des variables corrélées (plusieurs teneurs sont expliquées par le même phénomène). On obtient ainsi des nouvelles variables polymétalliques à traiter, appelées composantes (ILR-> Composante). Ces composantes sont décorréélées c'est-à-dire qu'il n'y a pas de relation entre elles et leur traitement n'induit pas de biais. Ces composantes subissent une transformation normale (n-score) pour être exploitables géostatistiquement,
- la modélisation des variogrammes des composantes,
- le co-krigeage à dérive externe et les 100 simulations conditionnelles pour chaque composante. Les covariables utilisées sont la lithologie de surface, la topographie et les teneurs en argile et limons. Les simulations conditionnelles sont une représentation possible de la réalité qui respectent la distribution des données et les statistiques de ces données (en chaque point de mesure, on peut retrouver la valeur mesurée). On obtient donc un grand nombre de situations possibles.
- une transformation inverse (Composante -> ILR -> ETM) pour estimer les valeurs des variables initiales (ETM) pour chaque simulation.

Le traitement des données d'analyses complémentaires (données minières) a été réalisé de manière similaire :

- homogénéisation et correction des différentes données acquises dans des objectifs différents,
- transformation normale des données pour être exploitables géostatistiquement,
- traitement par forêt d'arbres aléatoires (GQRF),
- transformation inverse pour estimer les valeurs des variables initiales (ETM).

L'ajustement local des valeurs estimées en ETM avec les teneurs issues de l'inventaire minier du BRGM a ensuite été réalisé pour fusionner les 2 traitements :

- affectation du maximum entre les krigeages locaux miniers et celui de la France par ILR pour chaque maille,
- application d'un filtre gaussien pour lisser les limites, la fusion pouvant produire des "sauts" très importants (x 10 000).

Enfin, un traitement statistique des simulations (en ETM) a été réalisé pour calculer des quantiles en chaque point de mesure. Contrairement à la première version où les Q90 avaient été déterminés, *c'est la ligne de base (LB) qui a été recherchée* dans cette version, en cohérence avec les différents groupes de travail nationaux sur les valeurs de fond.

$$LB = Q75 + 1,5 \times (Q75 - Q25)$$

Cela a permis d'obtenir à l'issue de ce traitement complexe, pour chaque maille de 250 m de côté, une teneur pour chacun des 10 ETM.

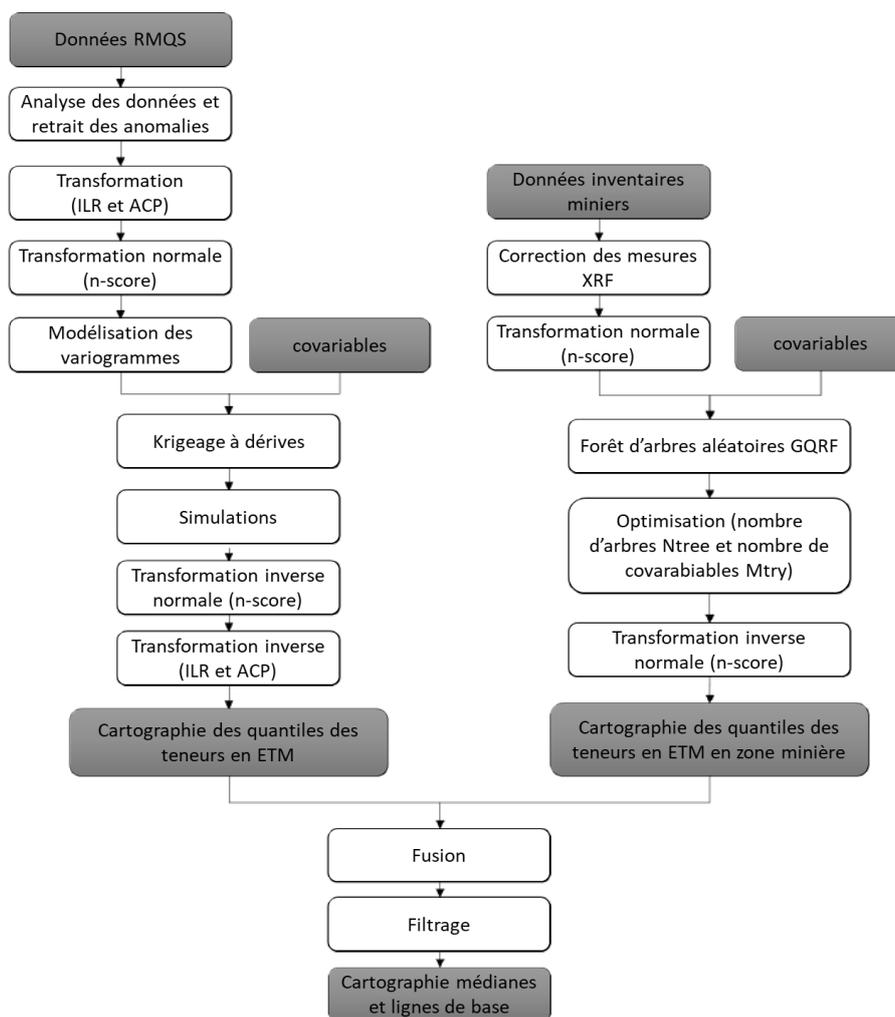


Figure 1 : Représentation des étapes de calcul pour aboutir à une cartographie des lignes de bases pour chaque ETM.

Résultats et discussion

Un traitement informatique a été créé pour automatiser la création des zones d'anomalies géochimiques. Ce traitement est basé sur :

- calcul du facteur d'enrichissement p_i en chaque point et pour chaque ETM et du facteur d'enrichissement intégré NIPI (NIPI pour l'ensemble des ETM),
- création d'un plan de zonage pour obtenir des zones d'anomalies géochimiques et éconduire des points anomaux isolés,
- intégration des zones obtenues précédemment aux zones d'anomalies géochimiques obtenues en 2020,
- utilisation de l'indice de Moran pour déceler les zones à fortes variations et intégration de ces zones aux zones d'anomalies géochimiques spécifiques obtenues en 2020.



Figure 2 : Etapes de construction de la carte d'anomalies géochimiques à partir de l'interpolation des teneurs en ETM

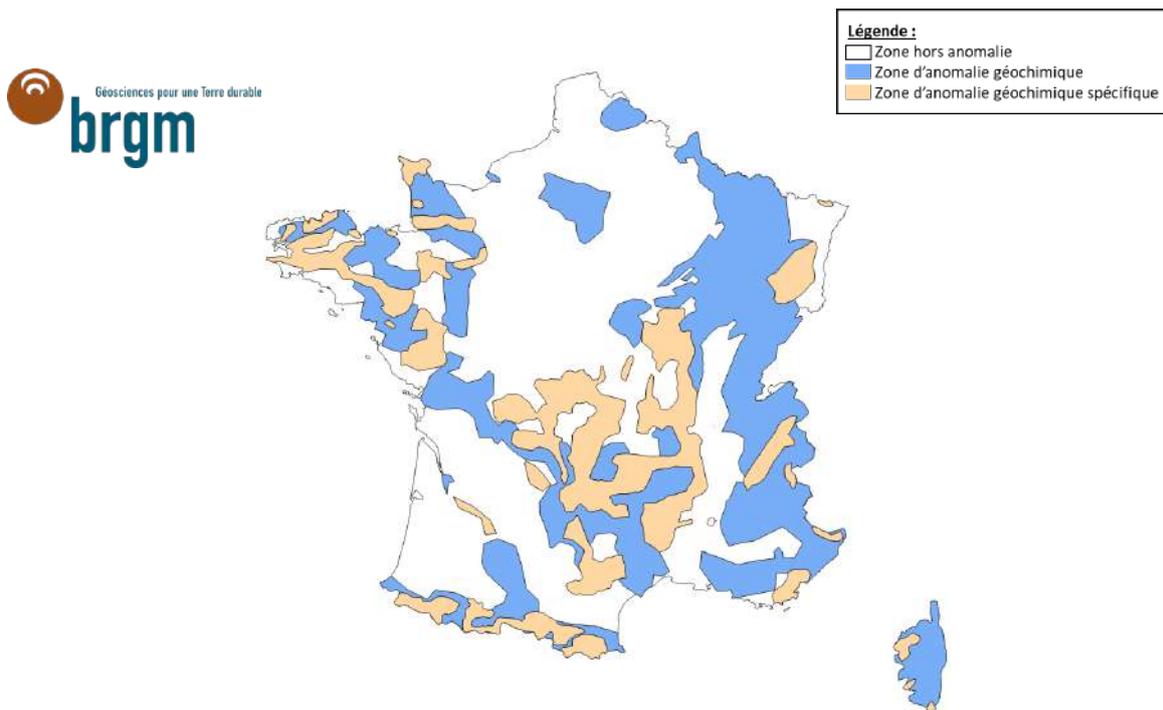


Figure 3 : Carte des anomalies géochimiques en métropole – version 2023 (© BRGM et INRA, Unité INFOSOL, Orléans, 2018)

Conclusions et perspectives

Une page spécifique à la carte des anomalies géochimiques a été réalisée sur le site internet dédié à la valorisation des terres excavées www.tex-infoterre.brgm.fr. Cette page permet d'accéder à la carte (via le visualiseur Infoterre et via TERRASS). Elle recense également l'ensemble des questions formulées au BRGM et leurs réponses dans une foire aux questions (FAQ). Deux vidéos explicatives pour présenter sa construction et montrer un exemple d'utilisation de la carte ont également été intégrées. La notice de la carte, disponible sur le visualiseur Infoterre a également été mise à jour.

Un travail a été effectué par le service informatique du BRGM pour rendre les données de cette carte téléchargeable par le public au format SIG et conformes du point de vue des métadonnées. La carte est ainsi téléchargeable et utilisable d'une manière plus aisée pour l'ensemble des acteurs, ce qui devrait augmenter son utilisation. Le géoservice (WFS/WMS) de téléchargement est le suivant :

http://mapsref.brgm.fr/wxs/infoterre/anomalie_geochimique?

Des travaux de comparaison des résultats (carte pour chaque ETM) avec ceux produits à l'aide d'algorithmes différents par l'INRAE sont envisagés dans le cadre du Gis Sol.

Références

Boissard G. avec la collaboration de Bellenfant G., Blanc C., Guyonnet D., et Merly C. (2018) - Guide d'utilisation de l'outil HYDROTEX - Valorisation hors site des terres excavées dans des projets d'aménagement, version n°3, Rapport final Brgm/RP-60227-FR, 9 fig, 12 tab., 1 ann., 64 p.

Coussy, S., Dubrac, N., Hulot, C. Billard, A., Kaabouch, S. (2020a) - Guide de valorisation hors site des terres excavées issues de sites et sols potentiellement pollués dans des projets d'aménagement. Rapport DGPR

Coussy, S., Dubrac, N., Moutier, L. (2020b) - Guide de valorisation hors site des terres excavées non issues de sites et sols pollués dans des projets d'aménagement. Rapport DGPR

Coussy S., Dubrac, N. avec la participation de Rouvreau L. – (2020c) - Guide de caractérisation des terres excavées dans le cadre de leur valorisation hors site dans des projets d'aménagement et en technique routière pour des projets d'infrastructure linéaire de transport – Cas des terres excavées issues de sites et sols potentiellement pollués. Rapport final. BRGM/RP-69581-FR, 41 p., 7 fig., 6 tab., 1 ann.

Dubrac, N. (2019) – Outil de traçabilité des terres : TERRASS. Journée technique d'information et de retour d'expérience sur la valorisation et le stockage des terres et déchets inertes– 08/11/2019

McBratney, A.B., Mendonça Santos, M.L., Minasny, B. (2003). "On digital soil mapping". *Geoderma*. 117 (1–2): 3–52

Ballabio, C., Jones, A., Panagos, P., 2024, Cadmium in topsoils of the European Union – An analysis based on LUCAS topsoil database, *Science of The Total Environment*, Volume 912, 168710

Madani, N., Carranza, E.J.M. Co-simulated Size Number: An Elegant Novel Algorithm for Identification of Multivariate Geochemical Anomalies. *Nat Resour Res* **29**, 13–40 (2020).

Remerciements

Le BRGM tient à remercier l'unité Info&Sol d'INRAE pour la fourniture des données RMQS et le Ministère en charge de l'environnement pour les subventions liées à ce travail.

Premiers fonds pédogéochimiques urbains de la Base de Données des analyses de Sols Urbains - BDSolU

Jean-François BRUNET^{1*}, Stéphane BELBÈZE¹, Etienne TAFFOUREAU², Cécile Le GUERN³, Hélène DEMOUGEOT-RENARD⁴, Baptiste SAUVAGET⁴, Chantal de FOUQUET⁵, Nicolas SABY⁶, Christine LE BAS⁶, Clément LATTELAIS⁷, Antonio BISPO⁶, Hélène ROUSSEL⁸, Clément ZORNIG¹, Dominique GUYONNET⁹

¹: Unité Sites, Sols et Sédiments Pollués, Direction Eau, Environnement, Procédés et Analyses, BRGM, 3 avenue Claude Guillemin, BP 36009, 45060 ORLEANS Cedex 2, France, jf.brunet@brgm.fr; s.belbeze@brgm.fr; c.zornig@brgm.fr

²: Unité Production Opérationnelle des Projets numériques, Direction du Numérique pour les Géosciences, BRGM, 3 avenue Claude Guillemin, BP 36009, 45060 ORLEANS Cedex 2, France, e.taffourau@brgm.fr

³: Direction régionale Pays de la Loire, Direction des Actions Territoriales, BRGM, 1 rue des Saumonières, BP 92342, 44323 NANTES Cedex 3, France, c.leguern@brgm.fr

⁴: eOde Sàrl, 7 chemin de Mont-Riant, 2000 NEUCHÂTEL, Suisse, helenedemougeotrenard@eode.ch; baptistesauvaget@eode.ch

⁵: Mines Paris, PSL - Centre de Géosciences, 35 rue Saint-Honoré, 77305 FONTAINEBLEAU Cedex, France, chantal.de_fouquet@minesparis.psl.eu

⁶: Unité Info&Sol, Centre INRAE Val de Loire, 2163 Avenue de la Pomme de pin, CS 40001 Ardon, 45075 ORLEANS CEDEX 2, France, nicolas.saby@inrae.fr; christine.le-bas@inrae.fr; antonio.bispo@inrae.fr;

⁷: Laboratoire des écosystèmes et sociétés en montagne, Centre Lyon-Grenoble-Auvergne-Rhône-Alpes, INRAE, 5 rue de La Doua, CS 20244 - 69625 VILLEURBANNE, France, clement.lattelais@inrae.fr

⁸: ADEME 20 Avenue du Grésillé - BP 90406 – 49004 ANGERS cedex 01, h.rousseau@ademe.fr

⁹: Direction Générale Programmes, BRGM, 3 avenue Claude Guillemin BP 36009, 45060 ORLEANS Cedex 2, France, d.guyonnet@brgm.fr

* contact : www.bdsolu.fr - BDSolU@brgm.fr

Résumé

Le projet FGU (Fonds pédogéochimiques Urbains) réalisé au cours de trois conventions entre l'ADEME et le BRGM (2009-2014, 2014-2018, 2018-2022) avait pour principal objectif la détermination de fonds pédogéochimiques anthropisés en milieu urbain sur l'ensemble du territoire national. Ces référentiels sont au cœur des démarches de gestion des sites et sols (potentiellement) pollués, en particulier pour mener à bien les diagnostics des sites potentiellement pollués et valoriser les terres excavées. Pour atteindre cet objectif, une base de données des analyses de sols urbains, BDSolU, a été construite afin d'y bancariser les résultats d'analyses obtenus par divers projets relatifs à des aménagements urbains ou à la détermination de fonds locaux ou régionaux. Au terme de la 3^e convention FGU, la BDSolU compte près de 163 000 analyses pour 4 000 échantillons analysés. Ces travaux ont aussi conduit à la mise au point d'une méthode propre à déterminer les lignes de base des fonds pédogéochimiques anthropisés et à les restituer au public. Depuis 2021, le Groupement d'Intérêt Scientifique Sol (GIS Sol) compte la BDSolU au nombre de ses programmes. Dans ce cadre, les prochains travaux ont pour ambition l'augmentation du nombre d'analyses bancarisées, l'amélioration de l'ensemble de la chaîne de production de résultats et la mise au point de l'interopérabilité entre les données des bases BDSolU et DoneSol d'INRAE.

Introduction

Les agglomérations urbaines, si l'on écarte leur empiètement sur les territoires agricoles, s'étendent sur des sols souvent mal connus ou sur des remblais de qualité douteuse, parfois impactés par des décennies d'histoire et d'activités artisanales et industrielles. Le fond pédogéochimique y est donc fortement anthropisé. Dans un contexte de croissance constante du taux de population vivant en ville, la connaissance de la qualité chimique des sols urbains devient une préoccupation prépondérante, partagée par de nombreux pays. Comme plusieurs d'entre eux, la France a adopté une politique d'encadrement des sites et sols pollués, fondée sur la gestion des risques sanitaires et environnementaux suivant l'usage des milieux. Or, celle-ci ne comprend pas de recueil de valeurs guides permettant de statuer sur l'état des sols. En cas de suspicion de pollution, la démarche commence par la comparaison de l'état du sol considéré à celui des sols « sains » voisins de la zone d'investigation. Il s'agit de différencier, parmi les concentrations de substances observées dans les sols, la part habituellement présente dans la zone, le fond pédogéochimique anthropisé (FPGA), de celle attribuable aux activités du site étudié (MEEM, 2017). De plus, les terres excavées, longtemps considérées comme des déchets une fois franchi le périmètre de leur site d'origine, et déposés en Centre de Stockage de Déchets (CSD), sont peu à peu entrées dans une logique d'économie circulaire. Leur valorisation, fondée sur la compatibilité avec le FPGA du site receveur, est devenue l'objet d'importants enjeux. Pour répondre à ces besoins, l'ADEME et le BRGM ont signé en 2010, 2014, puis en 2018 en partenariat avec INRAE et eOde et avec l'appui de Mines Paris, des conventions pour la détermination des gammes de teneurs habituellement rencontrées pour les principales substances minérales (métaux, métalloïdes) et organiques (hydrocarbures aromatiques polycycliques, polychlorobiphényles, dioxines, furanes) présentes dans les sols urbains (projet Fonds pédogéochimiques Urbains, FGU). En produisant ces FPGA urbains avec la Base de Données des analyses de Sols Urbains (BDSolU) le BRGM vise à aider les aménageurs et les décideurs urbains impliqués dans la gestion des sites (potentiellement) pollués en apportant les données indispensables à l'engagement d'un diagnostic de site ou d'une démarche de gestion des terres excavées. Les informations recueillies peuvent également servir dans le cadre d'interprétations de l'état des milieux, d'aménagements urbain (jardins collectifs, projets d'agriculture urbaine), d'études sanitaires, d'états des lieux préalables à l'implantation d'installations classées, ou d'états des lieux post accident. A partir de 2021, le BRGM a rejoint le Groupement d'Intérêt Scientifique Sol (GIS Sol) pour y poursuivre, en interaction avec INRAE, le développement de la BDSolU et la mise au point de l'interopérabilité des données de leurs bases respectives.

Matériel et méthodes

Collecte des données

Contrairement au programme national d'observation des sols agricoles (Saby et al, 2011), le projet FGU ne comporte pas de campagne de prélèvement et d'analyse des sols en propre. En 2010, pour recueillir les analyses nécessaires à ses travaux, il a d'abord été adossé au projet « Diagnostic des établissements accueillant des enfants et des adolescents, Etablissements sensibles ou ETS » (MTECT, 2022). Ce projet ETS a été déployé par le BRGM pour le ministère en charge de l'environnement entre 2010 et 2021, pour donner suite aux recommandations des Plans Nationaux Santé Environnement PNSE 2 puis PNSE 3 (MSP, 2022). Cette démarche d'anticipation a concerné, 1 359 établissements construits sur des sites superposés ou contigus à un ancien site industriel ou une ancienne activité de service répertorié(e) dans la base de données BASIAS. Les diagnostics réalisés ont compris des prélèvements d'échantillons des sols des établissements et des lieux témoins voisins jugés hors influence d'anciennes activités industrielles. Ces échantillons ont été prélevés en surface (essentiellement de 0 à 5 cm de profondeur en visant l'exposition potentielle des populations susceptibles d'ingérer des particules de terre, en particulier en portant les mains à la bouche. Les analyses ont été enregistrées par le BRGM en vue de déterminer des FPGA de surface dans les grandes agglomérations métropolitaines pour venir en appui à la démarche de diagnostic des sols. En 2014, le besoin de données supplémentaires a conduit à la création de la Base de Données des Analyses de Sols Urbains (BDSolU ; Brunet

et al., 2018) et à élargir la collecte à d'autres projets (aménagement urbains : quartiers Nantais ; Le Guern, 2017, Nantes-Pirmil ; Le Guern, 2023, détermination de référentiels régionaux : GeoBaPa ; Soltracing, 2022, FGU Toulouse ; Belbèze, 2019). BDSolU permet de conserver les informations sur les sols recueillis dans des conditions et selon des protocoles variés : description de lieux de prélèvement (références historiques, occupation du sol), des sondages, des niveaux de sols et des matériaux rencontrés, des modalités d'échantillonnage, des échantillons, des analyses. Des conventions entre le propriétaire des données et le BRGM encadrent les conditions de fourniture des données et les éventuelles contraintes d'utilisation ou de diffusion attachées à leur confidentialité.

Traitement des données

Au terme de la 3^e convention FGU, l'observation des données bancarisées dans la BDSolU a fait apparaître plusieurs zones géographiques métropolitaines présentant un nombre d'analyses suffisant pour y envisager la détermination de valeurs de fond. Les analyses des échantillons dits de surface (0-5 cm ou 0-30 cm) ou profonds (supérieur à 30 cm) sont utilisées selon que le FPGA recherché est respectivement destiné à un diagnostic de l'exposition sanitaire à des polluants du sol, ou à la gestion de terres excavées (ADEME, 2018). Préalablement aux calculs, une étape de sélection des données vise l'obtention de la population la plus représentative possible en fonction de ces deux objectifs (Waldvogel, 2018). Cette étape est rendue nécessaire en raison de la diversité des projets qui contribuent à la BDSolU et des hétérogénéités qui en découlent. Plusieurs niveaux de sélection plus ou moins sévères sont appliqués pour rechercher une population représentative du FPGA visé et présentant l'effectif le plus élevé possible, malgré le nombre encore faible d'analyses bancarisées. Pour chaque niveau, l'étape de calcul transcrite dans un algorithme en langage « R » comprend plusieurs fonctions dont : a) un dégroupement spatial des points de prélèvements distribués irrégulièrement dans les zones géographiques étudiées en raison de l'orientation de certains projets contributeurs et des contraintes de prélèvement en milieu urbain. La méthode de dégroupement spatial retenue, dite par « fenêtres » (Goovaerts, 1997), repose sur la segmentation du territoire étudié en 100 cellules et le comptage du nombre d'échantillons dans chacune d'elles. Le pourcentage moyen d'échantillons dans chaque cellule (idéalement proche de 1) permet l'obtention d'un indicateur de répartition spatiale. Puis, dans chaque cellule, les résultats d'analyse associés aux échantillons sont pondérés par l'inverse du nombre d'échantillons ; b) un test d'Hartigan pour évaluer, pour chaque paramètre, la présence de plusieurs populations (plurimodalité de la distribution des valeurs de concentration ; Hartigan et al., 1985) ; c) le calcul des principales valeurs statistiques (moyenne, médiane, écart type, coefficient de variation, quantiles) et des limites basse et haute de la gamme de concentrations selon les formules respectives des vibrisses inférieure et supérieure internes de Tukey (Tukey, 1977 ; Le Bas et al., 2024). Par souci de cohérence avec les travaux conduits jusqu'à présent par INRAE (Villanneau et al., 2008), le projet FGU a choisi de retenir ces vibrisses calculées selon les équations suivantes : $V_{inf.} = Q1 - 1,5 \times (Q3 - Q1)$ et $V_{sup.} = Q3 + 1,5 \times (Q3 - Q1)$ (avec $Q1$: premier quartile, $Q3$: troisième quartile, $V_{inf.}$: vibrisse inférieure interne, $V_{sup.}$: vibrisse supérieure interne, aussi appelée ligne de base) ; d) la prise en compte des valeurs inférieures à la limite de quantification ou LQ (valeurs < LQ) dites valeurs censurées : substances détectées par les méthodes d'analyse mises en œuvre au laboratoire, mais à des concentrations trop faibles pour être quantifiées de façon fiable. Souvent ignorées ou substituées par des valeurs arbitraires entraînant des biais statistiques (par exemple, 0 ou LQ/2), ces valeurs sont pourtant porteuses d'information. Elles ont donc été prises en compte par discrétisation du calcul de la vibrisse, lorsque le taux de mesures non quantifiées dépasse 25%. Il s'agit, à condition d'introduire un vecteur de poids, de remplacer chaque donnée non quantifiée par k valeurs discrétisées (et non pas simulées) entre 0 et LQ, chacune recevant (pour cette donnée) un poids 1/k. Chaque donnée quantifiée reçoit un poids égal à 1. Ensuite, la vibrisse de Tukey est calculée avec les données pondérées (initiales et reconstituées) (ADEME et al., 2022) ; e) le calcul des sommes de concentration pour certaines familles de substances (16 HAP, PCBi, dioxines et furanes...), lequel prend aussi en compte les concentrations <LQ. Ainsi, dans tous les cas la somme obtenue correspond à la somme de l'ensemble des concentrations et des LQ indiquées. Si au moins l'une des concentrations concernées est <LQ, alors la somme est indiquée comme <LQ. Les limites de quantification des sommes ont été calculées selon le même principe. En outre, les sommes de dioxines et de furanes sont fournies en TEQ OMS 2005. Il s'agit de Quantités Equivalentes Toxiques calculées par pondération des

concentrations de chaque congénère au moyen de Facteurs de Toxicité Equivalente (TEF proposés en 2005 par l'Organisation Mondiale de la Santé) (Migne et Claude).

Restitution

Pour l'instant, le processus de sélection et de calcul sous R ne comprend pas le choix automatisé du niveau de sélection des données le plus pertinent. Ce choix relève d'une analyse au cas par cas des résultats obtenus pour chaque zone géographique, chaque profondeur, et chaque paramètre. Cette analyse prend en compte i) les valeurs de quantiles, et de la ligne de base éventuellement calculée, ainsi que leur stabilité d'un niveau de sélection à l'autre, ii) la fiabilité relative de ces valeurs entre chaque niveau, iii) l'effectif de la population sélectionnée, iv) l'évaluation de la plurimodalité (test d'Hartigan), v) la dispersion de la population sélectionnée au moyen du coefficient de variation (moyenne/écart type), vi) l'allure de l'histogramme de la population sélectionnée, vii) le taux de valeurs inférieures à la limite de quantification, viii) l'éventuelle influence de valeurs anormales dont la présence peut être indiquée par leur apparition sur l'histogramme et la boîte à moustache, ou par l'amplitude des valeurs minimale et maximale. Le niveau de sélection et donc les résultats de calcul les plus pertinents sont ainsi retenus. En outre, un indicateur de fiabilité tient compte de ces principaux critères et est traduit en nombre d'étoiles : * peu fiable, ** moyennement fiable, *** fiable. Les résultats obtenus sont mis à disposition sur le site internet BDSolU.fr. Ils sont accompagnés de l'indice de fiabilité, afin d'aider les personnes qui les consulteront à relativiser les valeurs statistiques fournies. En outre, ces informations sont accompagnées d'un avertissement, principalement pour rappeler qu'elles constituent l'un des outils permettant d'apprécier une situation mais ne sont pas des valeurs officielles et encore moins réglementaires. Pour chaque zone géographique, une page du site web présente : i) un tableau de résultats simplifiés, ii) un fichier PDF présentant le tableau de résultats complet, les histogrammes et les boîtes de Tukey, ainsi que les cartes associées montrant la localisation géographique des points de prélèvement des échantillons de sol analysés, iii) un lien vers un tableau de résultat complet à télécharger au format csv et importable dans un rapport.

Résultats et discussion

Au terme de la 3^e convention FGU, la BDSolU compte près de 163 000 analyses pour 4 000 échantillons analysés, et une méthode de calcul des gammes de concentration de fond, adaptée aux spécificités de la base, a été mise au point puis utilisée pour proposer des valeurs de fond de plusieurs agglomérations urbaines du territoire national. De plus la faisabilité de l'interopérabilité des données de la BDSolU et de la base DoneSol d'INRAE a été démontrée. Les travaux de bancarisation des données dans la BDSolU ont été valorisés dans le cadre d'échanges de données avec d'autres projets et par plusieurs travaux de communication. Le projet FGU Toulouse a été conçu comme une démonstration de l'application de la méthode de détermination des lignes de base des FPGA proposée par l'ADEME en 2018 (ADEME 2018). Sa réalisation a donné lieu à l'utilisation de données recueillies par Toulouse Métropole et de données obtenues lors de campagnes de prélèvements de sols organisées spécialement pour le projet. Mais il a aussi permis de valoriser les données des projets FGU et ETS obtenues sur l'agglomération toulousaine et bancarisées dans la BDSolU (Belbèze *et al.*, 2023 ; Belbèze, 2019). De la même façon, le projet GeoBaPa a donné lieu à un échange d'analyses de sols pour les régions Ile-de-France et Normandie, lequel a contribué à la réalisation d'une cartographie précise de la qualité des fonds pédo-géochimiques du Bassin parisien. Un référentiel public, gratuit et opérationnel a ainsi été constitué pour faciliter et sécuriser les opérations de déblais/remblais en fournissant un cadre transparent et adapté aux pratiques de terrain (Soltracing, 2022).

Conclusions et perspectives

Les travaux de la troisième convention FGU ont permis la mise au point d'une procédure de traitement des données adaptée au contenu de la base BDSolU. En effet, cette procédure repose sur une étape de sélection et de préparation qui prend en compte l'hétérogénéité des données disponibles tout en valorisant les résultats d'analyse inférieurs aux limites de quantification. Une première mise à disposition des lignes de base de FPGA pour les zones géographiques densément représentées dans la base a eu lieu en juin 2024. Le travail accompli permet d'entrevoir une utilisation généralisée des référentiels de la BDSolU au niveau national. Pour autant, cette méthode peut encore être affinée et développée pour plus de fiabilité et de précision. Les tests réalisés lors du projet METOTRASS, associé à la 3^e convention du projet FGU, ouvrent la voie vers l'application d'un filtrage géostatistique des données (Sauvaget, 2019). L'interrogation simultanée des données interoperables de BDSolU et DoneSol sous standard OGC SensorThings fait partie des prochains objectifs pour, à terme, permettre des croisements avec d'autres bases de données en France et à l'étranger. La BDSolU devrait aussi bénéficier des résultats des projets HOUSES (ANR HOUSES, 2022) et ISLANDR (2022) qui développent notamment des algorithmes d'interpolation à partir de données éparses, imprécises ou groupées spatialement. De tels outils permettraient de mieux valoriser ces jeux de données qui reflètent la réalité concrète du terrain. Au cours du projet de la 3^e convention du projet FGU, le système de bancarisation de la BDSolU s'est adapté à l'extension du périmètre d'utilisation des FPGA pour la gestion des sites et sols pollués et des terres excavées, aux besoins et exigences de plusieurs projets fournisseurs ou utilisateurs de données et à la diversité des données recueillies. A l'avenir, il devra encore s'améliorer, évoluer vers plus d'automatisation, et prendre en compte certains polluants dits émergents, comme les substances per- et polyfluoroalkylées (PFAS). L'effort de bancarisation des analyses de sols urbains représentatifs des FPGA doit être poursuivi par la BDSolU. Il doit permettre de couvrir densément et à diverses échelles les agglomérations de l'hexagone et ainsi de proposer aux aménageurs et planificateurs urbains de précieux outils d'aide à la décision. Afin d'appuyer cet effort, l'ADEME apporte son soutien financier aux collectivités soucieuses de mieux connaître la qualité chimique habituelle des sols de leur territoire, de maîtriser les risques sanitaires associés, de faciliter la reconquête des friches et de promouvoir la valorisation des terres excavées.

Références

- ADEME (2018) Méthodologie de détermination des valeurs de fonds dans les sols : Echelle territoriale (112 p.) et Echelle d'un site (107 p). Groupe de travail sur les valeurs de fonds. <https://urls.fr/Qb0iC8>
- ADEME, BRGM, INERIS, eOde (2022) Etablissement de lignes de base des fonds pédogéochimiques anthropisés. 63 p. 9 annexes. BRGM RP-73692-FR - Annexe 6 Note Mines ParisTech. Vibrisse de Tukey et limites de quantification.
- ANR HOUSES (2022) Rohmer J., Henriot A., Belbèze S., Guyonnet D., de Fouquet C., Romary T., Destercke S., Quost B., Leger J-F., Fargier H., Dubois D., Cazeneuve E., Chabrol C. Harmonized Operation of Uncertainties in Spatialized Environmental Systems. Consortium BRGM-ARMINES-HEUDIASYC-IRIT-HESUS.
- Belbèze, S., Rohmer, J., Négrel, P., Guyonnet, D. (2023) Defining urban soil geochemical backgrounds: A review for application to the French context. *Journal of Geochemical Exploration*, 254, 107298.
- Belbèze S. avec la collaboration de Djemil M., Béranger S. et Stochetti A. (SCM) (2019) Détermination de FPGA - Fonds Pédogéochimiques Anthropisés urbains. Agglomération pilote : TOULOUSE METROPOLE. Rapport final. BRGM/RP-69502-FR, 347 p., 73 fig., 37 tabl., 4 ann.
- Brunet J.-F., Taffoureau E., Bourguin B., Belbèze S. (2018) Établissement de fonds pédo-géochimiques urbains en parallèle à l'Opération ETS du Ministère en charge de l'Environnement. Rapport final. BRGM/RP-67130-FR, 117 p., 12 fig., 2 ann.
- Goovaerts, P. (1997) *Geostatistics for Natural Resources Evaluation*. New York: Oxford University Press.
- Hartigan JA, Hartigan PM (1985) The Dip Test of Unimodality. *Annals of Statistics*, 13, 70–84.
- ISLANDR (2022). Information-based Strategies for LAND Remediation. <https://cordis.europa.eu/project/id/101112889/fr>
- Le Bas C., Brossard M., Brunet J-F., Commagnac L., Beaudou A., Belbèze S., Bellifa M., Boukir H., Dalmaso M., Derrière N., Lattalais C., Le Martret H., Lehmann S., Pickel A., Richer-De-Forges AC., Saby NPA., Schellenberger A., Taffoureau E., Toutain

B., Wurpillot S., Yahiaoui R. (2024) Le système d'information sur les sols de France : capitaliser, analyser, diffuser, aller vers l'open data. *Étude et Gestion des Sols*, 31, pp.59-73. hal-04385617. <https://hal.inrae.fr/hal-04385617v1>

Le Guern C., Baudouin V., Sauvaget B., Pineau-Jamin E., Gaubert, C., Braud R., Desse-Engrand F, Polett S., Menoury A., Bodéré G., Milano E., Conil P., Bâlon P. (2017) Développement d'une méthodologie de gestion des terres excavées issues de l'aménagement de quartiers nantais - Phase 1 : Caractérisation des sols et recensement des sources de pollution potentielles - Rapport final. BRGM/RP-67138-FR, 116 p., 4 ann.

Le Guern C., Baudouin V., Sauvaget B., Dubrac N. (2023) Economie circulaire des terres excavées et transition écologique – accompagnement du projet d'aménagement Pirmil-les-Isles. Rapport final. BRGM/RP-73276-FR, 102 p.

MEEM - Ministère de l'Environnement, de l'Energie et de la Mer (2017) Méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués
<http://ssp-infoterre.brgm.fr/methodologie-nationale-gestion-sites-sols-pollues>

Migne V., Claude T. Polychlorodibenzo-p-dioxines et les polychlorodibenzo-p-furanes (PCDD/F). INERIS – 213434-2783847-01. 8p. https://www.ineris.fr/sites/ineris.fr/files/contribution/Documents/22_DIOXINES_ET_FURANES_%28PCDD_F%29%20v1.pdf

MSP - Ministère de la Santé et de la Prévention (2022). Deuxième plan national Santé-environnement (PNSE2) - 2009–2013
<https://solidarites-sante.gouv.fr/ministere/documentation-et-publications->

MTECT (2022) Ministère de la Transition écologique de la Cohésion des territoires. Démarche établissements sensibles.
<http://ssp-infoterre.brgm.fr/page/demarche-etablissements-sensibles>

Saby, N.P.A., Marchant, B.P., Lark, R.M., Jolivet, C.C., Arrouays, D. (2011). Robust geostatistical prediction of trace elements across France. *Geoderma* 162, 303–311.

Sauvaget B. (2019) Constitution de référentiels géochimiques locaux pour les sols et proches sous-sols urbains : de la base de données à l'interprétation géostatistique. *Géochimie*. Thèse de doctorat de l'Université Paris sciences et lettres, 2019. Français. (NNT : 2019PSLEM014).

Soltracing (2022) Le projet GeoBaPa. <https://www.brgm.fr/fr/reference-projet-acheve/geobapa-referentiel-meilleure-gestion-terres-issues-btp>

Tukey, J.W. (1977) *Exploratory Data Analysis*. Addison-Wesley. ISBN 9780201076165.

Villanneau E., Perry-Giraud C., Saby N.P.A., Jolivet C., Marot F., Maton D., Floch-Barneaud A., Antoni V., Arrouays D. (2008) Détection de valeurs anomaliques d'éléments traces métalliques dans les sols à l'aide du Réseau de Mesure de la Qualité des Sols. *Étude et Gestion des Sols*, 15(3), 183-200.

Waldvogel M-C., Brunet J-F. (2018) Recommandations pour le prélèvement d'échantillons de sols pour la détermination de valeurs de fonds. Note BRGM – D3E/3SP – JFB-MD n°2018-597.

Remerciements

Nous remercions l'ADEME, le BRGM et le ministère de la Transition écologique et de la Cohésion des territoires pour leur soutien financier au cours des projets porteurs de la BDSolU.

Outil de cartographie géostatistique des risques sanitaires pour la reconversion des friches

David PITAVAL¹, Véronique CROZE⁴, Hélène DEMOUGEOT RENARD², Claire FAUCHEUX³, Baptiste SAUVAGET², Sylvie TRAVERSE¹, Maelle VERGNAUD⁴,

1 : Département R&D, GINGER BURGEAP, 19 rue de la Villette, 69425 LYON Cedex 03, d.pitaval@groupeginger.com

2 : eOde, 7 chemin de Mont-Riant, CH-2000 Neuchâtel, helenedemougeotrenard@eode.ch

3 : Geovariances, 49bis avenue Franklin Roosevelt, F-77210 Avon, fauchoux@geovariances.com, fauchoux@geovariances.com

4 : Element-Terre, 2 rue Charles Fourier, F-95290 Cormeilles en Paris, veronique,croze@element-terre.solutions, veronique,croze@element-terre.solutions

Résumé

Dans le cadre des démarches référencées dans la norme NFX 31-620 (2018)[1] et celles recommandées dans la méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués (MTES, 2017)[2], l'outil CARTORISK permet de confronter différents scénarios d'aménagement d'un site pollué en fonction de la pollution, tant vis-à-vis des risques sanitaires induits que des économies associées à la gestion des terres à excaver pour la réalisation des infrastructures. Développé par eOde, Geovariances, Ginger-BURGEAP et Element-Terre avec un co-financement ADEME, CARTORISK s'appuie sur le couplage entre la caractérisation des pollutions de sols et sa modélisation géostatistique d'une part et la modélisation des transferts et des risques sanitaires potentiels pour les différents usages envisagés d'autre part. Ce couplage permet de produire différents types de cartographies qui répondent aux besoins évolutifs du processus d'élaboration du plan de gestion et du plan d'aménagement et estime les coûts financiers liés à l'excavation des terres. CARTORISK est un outil d'aide à la décision et, de dialogue entre spécialistes des sites et sols pollués et aménageurs, pour trouver le meilleur plan d'aménagement d'une friche en fonction des risques sanitaires et du budget de dépollution.

Introduction

Plusieurs milliers de sites pollués issus d'activités anciennes sont recensés à l'échelle nationale (base de données BASOL). Les friches qui en résultent représentent des opportunités de renouvellement urbain pour les collectivités qui représente 150 000 ha selon le CEREMA. Ce renouvellement urbain constitué par la reconversion d'anciennes friches est encadré du point de vue de la gestion des pollutions par la norme NFX 31-620 (2018), la méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués (MTES, 2017) et la loi pour l'accès au logement et un urbanisme rénové [3]. Depuis quelques années, les volontés politiques visant le recyclage foncier se sont considérablement accélérées à travers la loi climat et résilience de 2021[4], la loi ZAN du « zéro artificialisation nette » (ZAN) du 20 juillet 2023 [5] fixés par le Gouvernement ou la mise en place du « Fonds vert » dont le succès à contribuer à le prolonger jusqu'en 2027.

A côté de ce cadre de gestion, le maître d'ouvrage public engageant cette reconversion intègre de multiples critères pour programmer l'aménagement et le concevoir (socio-économiques, schémas d'aménagement territorial, besoins d'urbanisme, ...). La gestion du passif environnemental du site, contrainte parmi d'autres, nécessite pour être bien appréhendée le déploiement d'outils qui favorisent la compréhension et l'intégration de ces contraintes par le maître d'ouvrage aménageur.

Ainsi, le projet CARTORISK est une des premières initiatives nationales de développement d'une méthodologie de spatialisation des risques sanitaires prédictive destinée à optimiser les projets de reconversion des friches. Disposer, dans le cadre des études, d'une vision spatialisée des opportunités de réaménagement en fonction du degré de pollution, des risques sanitaires potentiels et des coûts de gestion des potentielles terres excavées, permet une consolidation du plan de gestion. L'intégration des incertitudes spatiales associées aux diagnostics fournit en outre le moyen de tenir compte de ces incertitudes dans les processus décisionnels de la reconversion.

Matériel et méthodes

Après une première phase de développement réalisée entre 2016 et 2019, les travaux réalisés entre 2020 et 2023 ont porté sur l'élargissement des fonctionnalités de l'outil CARTORISK (cf. Figure 1) :

1. Améliorer l'estimation des risques sanitaires à hauteur de bâtiments comportant des sous-sols. La présence de sous-sols dans les projets de construction est une situation très fréquente, qui n'avait pas pu être prise en compte dans la méthodologie précédente. La méthodologie améliorée permet ainsi d'intégrer les caractéristiques des sous-sols dans les calculs de risque et de coûts du projet ;
2. Calculer les surcoûts induits par l'état de pollution des terrains pour les excavations nécessaires aux futures constructions. Ces estimations intègrent la variabilité spatiale de la pollution des sols et sont assorties d'une incertitude du fait de la mise en œuvre de méthodes géostatistiques qui contribuent à l'intégration de la dimension économique dans le choix des projets de réaménagement ;
3. Améliorer la représentation spatiale des risques sanitaires et des incertitudes, pour en faciliter la compréhension par un public large dans le cadre d'actions de communication, et pour en accélérer l'appropriation comme outil décisionnel par les professionnels du réaménagement.

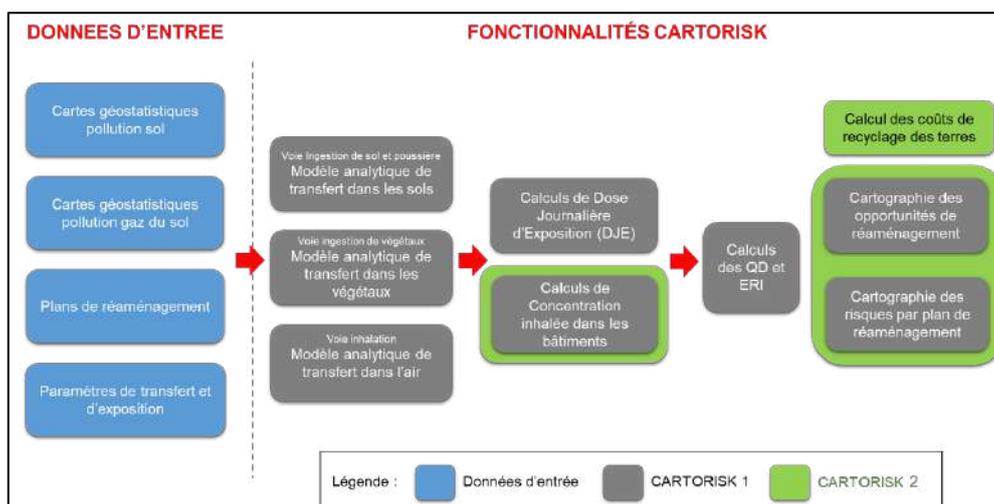


Figure 1 : Schéma des fonctionnalités actuelles de CARTORISK 1 et ajoutées de CARTORISK 2

CARTORISK (logiciel propriétaire) a été appliqué sur deux sites d'essais présentant des pollutions, usages et besoins différents afin de préciser les avantages, limites et l'opérabilité de l'outil et de l'adapter le cas échéant.

Les développements informatiques nécessaires ont été réalisés dans l'environnement et langage de programmation open-source R (www.r-project.org). Les modélisations géostatistiques de la répartition spatiale de la pollution dans le sol ont été menées avec des logiciels de traitement géostatistique que sont Kartotrak ©Geovariances (Geovariances, 2017a)[6] et Isatis ©Geovariances (Geovariances, 2017b)[7]. Il est à noter que les modèles géostatistiques peuvent être générés dans d'autres logiciels, sous réserve de respecter le format d'import de CARTORISK.

Enfin, une consultation a été menée auprès de différents acteurs intervenant dans les projets de réaménagement de friche afin de déterminer le meilleur mode de représentation des cartes d'opportunités et d'aménagement fournies par CARTORISK. Le projet a également été présenté récemment à un public plus large lors d'une journée d'échange organisée en partenariat avec l'ADEME, qui a permis de confirmer l'intérêt des maîtres d'ouvrage pour cet outil.

Résultats et discussion

La démarche CARTORISK comporte deux principales étapes :

1. une étude préliminaire d'analyse des diagnostics pollution conduisant au schéma conceptuel et aux choix structurants de la démarche, à l'image des évaluations quantitatives des risques sanitaires. C'est au cours de cette étape qu'une modélisation géostatistique des polluants d'intérêt est menée ;
2. à partir du modèle géostatistique de la pollution et de l'ensemble des paramètres nécessaires aux calculs de transfert et de risques (caractéristiques physico-chimiques et toxicologiques des polluants, caractéristiques des sols, des aménagements et bâtiments, des budgets espace-temps des populations cibles), la modélisation des transferts, des expositions et des risques sanitaires est conduite avec le logiciel CARTORISK. Les cartographies des risques sanitaires sont alors réalisées intégrant l'ensemble de ces informations. C'est également au cours de cette étape que les calculs des coûts est réalisée.

Le principe de l'outil développé et l'interface avec l'utilisateur sont présentés en Figure 1.

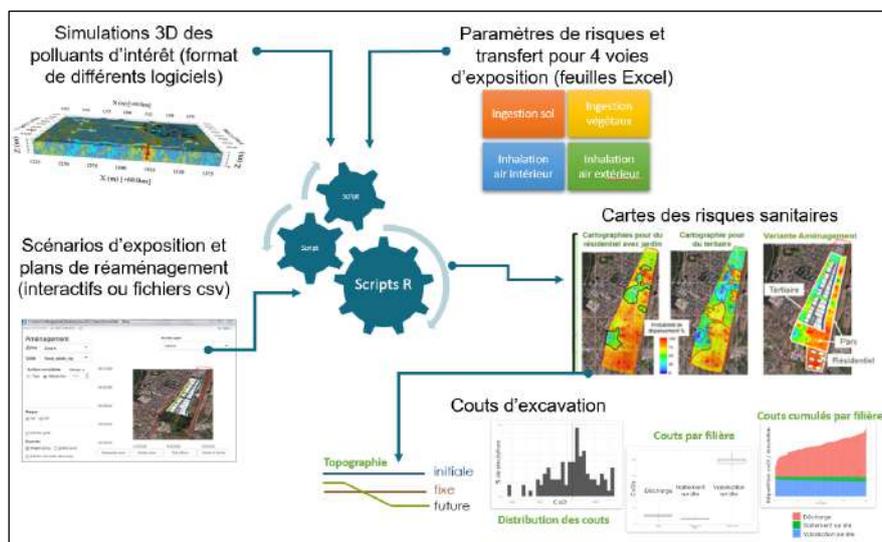


Figure 2 : Méthodologie de CARTORISK

Le test et l'expérimentation de l'outil sur deux sites réels aux caractéristiques contrastées a permis de valider scientifiquement et techniquement la démarche, et d'illustrer ses possibilités d'utilisation.

Le premier site, de grande taille et présentant une pollution aux métaux et aux hydrocarbures à l'origine de risques sanitaires potentiels par ingestion de sol et de végétaux, a permis de déployer la méthode en intégralité en produisant à la fois des cartes d'opportunités de réaménagement et des cartes de risques pour différentes variantes spatiales de reconversion. Ces deux types de cartes peuvent être produits suivant l'état d'avancement du projet de reconversion, pour accompagner les maîtres d'ouvrage dans leurs choix à différents stades du processus décisionnel.

Illustré en figure 2 (à gauche), de telles cartographies de risques sanitaires permettent rapidement d'identifier les zones à enjeux en termes d'aménagement (les zones où l'aménagement est possible ou les zones à risque sanitaire trop élevé). En outre, les résultats obtenus permettent d'identifier les secteurs nécessitant des investigations complémentaires pour certains types d'usage afin de réduire la probabilité d'avoir des niveaux de risques sanitaires non acceptables. Ce site a également servi pour illustrer les coûts de l'excavation des terres liés au terrassement du terrain (cf. Erreur ! Source du renvoi introuvable. à droite) selon les concentrations en HCT et BTEX simulés à partir du traitement géostatistique pour 3 filières d'évacuation suivant leurs seuils d'acceptabilité. L'intérêt de CARTORISK basée sur l'approche géostatistique permet de fournir une estimation du coût total qui tient compte des incertitudes sur la pollution. Par exemple, ici, on estime qu'il y a 80% de probabilité que le coût total soit compris entre 120 et 160 K€.

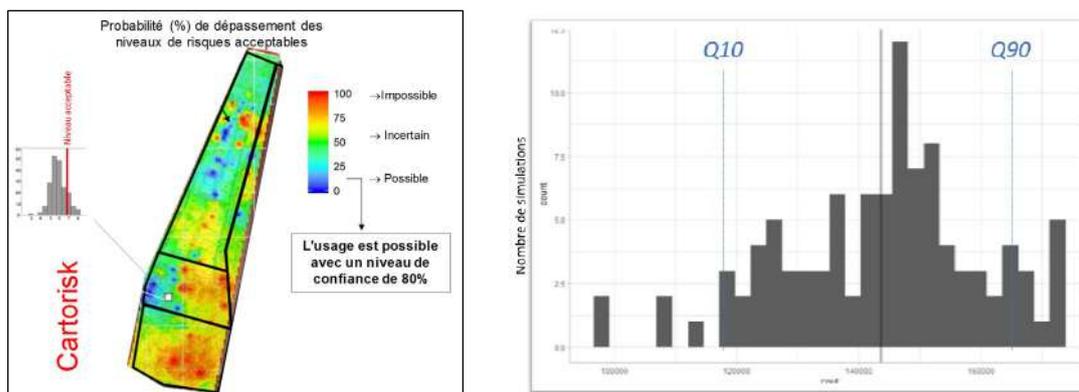


Figure 3 : Carte d'opportunité du risque sanitaire générée sur le site 1 (à gauche) et Coûts liés à l'excavation des terres (à droite)

Le second site, de petite taille et présentant une pollution aux hydrocarbures et solvants chlorés qui a permis de valider la méthode pour les risques sanitaires par inhalation air intérieur.

Enfin, la consultation des maîtres d'ouvrage a permis de recueillir les avis sur différents modes de représentation des cartes de risque présentés en Figure 4. Les développements informatiques ont été conduits pour permettre d'adapter les cartes selon les choix de l'utilisateur.

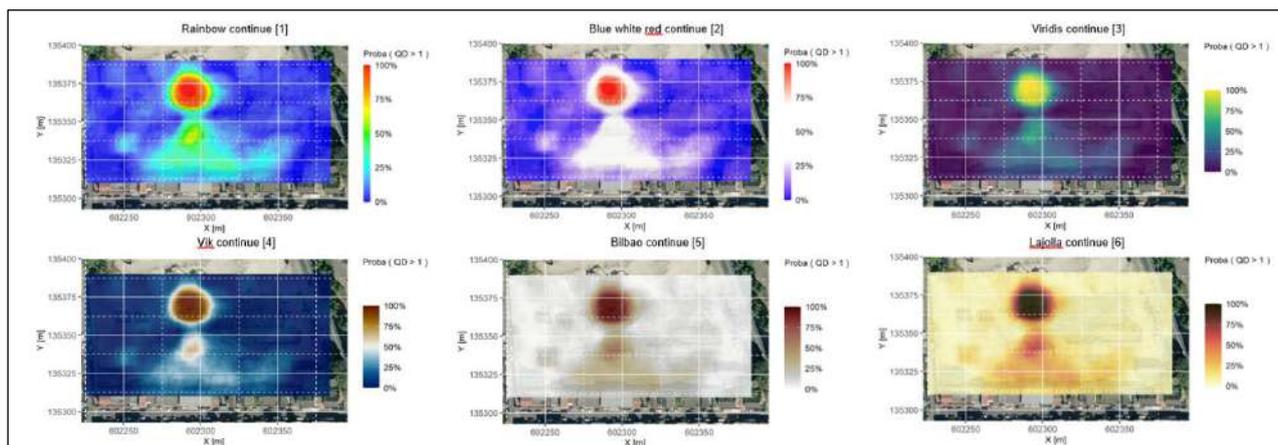


Figure 4 : Cartographie du risque sanitaire selon différentes variantes de couleur

Conclusions et perspectives

La démarche de spatialisation des risques sanitaires développée dans CARTORISK permet de produire différents types de cartes : cartes d'opportunités de réaménagement et cartes de risques pour diverses variantes de réaménagement ainsi que les coûts liés à l'excavation des terres qui tiennent compte des hétérogénéités spatiales et des incertitudes sur la pollution. L'ensemble de ces éléments peuvent être utilisés aux différents stades d'élaboration d'un projet, de la phase amont où les usages et leur positionnement sont encore ouverts (cartographie des opportunités de réaménagement qui permet d'identifier les zones à risques et sans risques mais aussi les zones incertaines sur lesquelles un effort de caractérisation complémentaire peut efficacement améliorer les bilans coûts/avantages des plans de gestion), à la phase aval où le plan de masse définitif a été établi. Ces cartes constituent également un outil de communication, pour mettre en avant sous l'angle du risque sanitaire et de manière intégrée (additivité des risques pour tous les polluants et voies d'exposition) l'effet de mesures de gestion de la pollution (opérations de dépollution).

L'utilisation de modèles géostatistiques de la pollution des sols permet d'intégrer dans les calculs spatialisés des risques l'incertitude induite par la connaissance lacunaire de la pollution et par les hétérogénéités de sa répartition dans le milieu souterrain (sols, eaux, gaz).

L'élaboration du logiciel dédié à la démarche CARTORISK, permettant de « traduire » les modèles géostatistiques de la pollution en cartographies des risques par application de fonctions de transfert et d'exposition, a montré qu'un certain nombre de choix méthodologiques et de structure étaient encore à mener, par exemple : l'intégration des flux de substances volatiles dans le calcul des risques par inhalation et la manière de prendre en compte les flux latéraux dans le cas de sous-sols.

Références

[1] AFNOR, 2018. Norme NF X31-620 : Qualité du sol - Prestations de services relatives aux sites et sols pollués. AFNOR éd., Saint-Denis-La Plaine.

[2] MTES, 2017. Méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués. France.

[3] France, Loi n°2014-366 du 24 mars 2014 pour l'accès au logement et un urbanisme rénové (loi ALUR), Journal officiel du, n°0072, 26 mars 2014, p. 5809.

[4] Loi n° 2021-1104 du 22 août 2021 portant lutte contre le dérèglement climatique et renforcement de la résilience face à ses effets.

[5] LOI n° 2023-630 du 20 juillet 2023 visant à faciliter la mise en œuvre des objectifs de lutte contre l'artificialisation des sols et à renforcer l'accompagnement des élus locaux.

[6] Geovariances, 2017a. Kartotrak User's guide. Version 2017. Avon (France).

[7] Geovariances, 2017b. Isatis User's guide. Version 2017. Avon (France).

Remerciements

Nous remercions chaleureusement toutes les personnes nous ayant accordé leur temps pour partager leur point de vue et expertise ainsi que toutes celles ayant déjà montré leur intérêt pour l'outil durant nos diverses présentations en public. Nous remercions l'ADEME pour son appui financier, et tout particulièrement Hélène Roussel pour son soutien indéfectible au projet.

Forensie environnementale : outils statistique et isotopie

Pollution des sols en ETMM à l'échelle d'un territoire en contexte industriel multi-sources

Marie-Odile KHIAT^{3*}, Franck TORRE⁴, Alain VERON⁵.

Résumé

Dans un contexte industriel historique dense couvrant un territoire vaste, présentant des contaminations croisées en ETMM dans les sols de surface, des outils spécifiques d'analyse à vocation de forensie environnementale ont été sélectionnés et mis en œuvre pour l'établissement d'une Interprétation de l'Etat des Milieux (IEM), dans le but de déterminer les contributions des différentes activités en lien avec la qualité géochimique des sols environnants. Les outils retenus sont le traitement statistique et géostatistique des analyses menées sur la qualité des sols en 44 ETMM et en isotopie du Pb. La mise en œuvre de ces outils a permis la remontée en paternité des pollutions en ETMM enregistrée dans les sols de surface à l'échelle du territoire et la définition des zones d'influence de chaque site industriel historiquement émetteur. Le traitement statistique et géostatistique ainsi que l'analyse de la signature isotopique en Pb dans les sols relèvent de la recherche fondamentale et nécessitent de faire appel à des experts. Dans le cas présent des chercheurs du CNRS ont été mis à contribution. Enfin, une stratégie spécifique doit être bâtie pour le traçage de source, en complément de la méthodologie nationale des site et sols pollués.

Introduction

Les travaux présentés ont été réalisés pour l'établissement d'une IEM prescrite par Arrêté préfectoral, dans le cadre de la requalification d'un ancien site industriel pour l'aménagement d'un ensemble immobilier.

L'étude historique à l'échelle du territoire a mis en évidence de nombreuses activités industrielles historiques dans le secteur, avec des processus proches ou identiques à ceux qui ont été pratiqués sur le site objet de l'étude (notamment les activités de fonderie de plomb avec des mines et sources d'approvisionnement distinctes des minerais de plomb) ; la voie de transfert des pollutions en ETMM retrouvées dans les sols de surface avoisinants, correspondant aux envois à partir des cheminées des industries qui se sont succédé sur le secteur (fonderies, verrerie, ...) lorsqu'elles étaient en fonctionnement.

Au regard des enjeux dans ce contexte industriel dense et multi-sources, il est apparu nécessaire à la Maitrise d'Ouvrage d'intégrer à l'IEM une approche de forensie environnementale pour discriminer les responsabilités, en identifiant les impacts historiques en provenance du site, des autres contributions industrielles.

³ Ginkgo Advisor, 1 Place Pont Rouge, Genève, mo.khiat@ginkgo-advisor.com

⁴ IMBE UMR CNRS 7263, IRD 237, Aix Marseille Université, Campus St Jérôme, Marseille, franck.torre@univ-amu.fr

⁵ CEREGE, TP-Terre et Planètes, Technopôle de l'Arbois-Méditerranée, Aix-en-Provence, veron@cerege.fr

Nous proposons de présenter dans le cadre de notre intervention l'application des outils de forensie retenus, qui a permis la remontée en paternité de la pollution, en détaillant spécifiquement (1) le traitement statistique et géostatistique de données de qualité des sols de surface en 44 ETMM qui a été réalisé en collaboration avec Franck Torre, Maître de conférences en statistiques environnementales à Aix Marseille Université et (2) l'analyse de la distribution des empreintes isotopiques en Plomb qui a été réalisée en collaboration avec Alain Veron, Chargé de recherche dans l'équipe « Terre et Planètes » du Cerege.

L'IEM a fait l'objet d'une tierce expertise BRGM qui a notamment portée sur le volet de forensie environnementale et ses conclusions.

Matériel et méthodes

Stratégie des investigations

En complément des investigations réalisées pour définir la qualité des milieux et sa compatibilité avec les usages constatés, une stratégie spécifique de caractérisation a été menée, dans un objectif de forensie environnementale :

- Prélèvement de sols naturels non remaniés (dont la signature chimique témoigne de l'accumulation des retombées historiques, avec notamment une répartition centrifuge centrée sur les sources) et de sols dans les jardins des riverains, positionnés selon les données documentaires et historiques et classifiés selon les secteurs par rapport aux émissaires historiques de chaque fonderie⁶.
- Classification des secteurs et types de prélèvement, ainsi que des catégories de sols rencontrées (terrain naturel, remblais avec traces d'apports anthropiques (charbon, ou débris de démolition ou résidus de fonderie)) en tant que critères exogènes dans la base de données pour traitement statistique et géostatistique
- Analyses de type paragenèse (screening 44 ETMM) sur 88 échantillons de sols dont 16 échantillons de caractérisation des sources et 72 échantillons de caractérisation des sols superficiels hors site
- Analyses isotopiques du plomb sur 40 échantillons dont 15 échantillons de caractérisation des sources et 25 échantillons de caractérisation des sols superficiels hors site

Analyse des sols par le CEREGE - CNRS

Les échantillons de sol ont été analysés par les équipes du CEREGE pour la recherche des 44 ETMM par ICP-MS et pour l'analyse des isotopes du Pb par spectrométrie de masse.

⁶ Echantillons de bruit de fond urbain et de bruit de fond naturel (BF), Echantillons chez les riverains (RIV), Echantillons au voisinage de la cheminée rampante et de l'émissaire du site à l'étude (SdM), Echantillons au voisinage de la cheminée rampante et de l'émissaire de la seconde fonderie (Esc), Echantillons des transects centrés sur chacun des émissaires de fonderie (TR), Echantillons des zones où la chasse est pratiquées (CH)

Traitement statistique et géostatistique de données de qualité des sols de surface en 44 ETMM

Le traitement statistique et géostatistique des données a été réalisé par Franck Torre, Maître de conférences en statistiques environnementales à l'AMU qui présentera lors de l'intervention les méthodes appliquées d'ordination⁷ et de partitionnement⁸.

Les premiers traitements ont mis en évidence que les 44 ETMM ne contribuaient pas dans les mêmes proportions à la signature chimique des sources. Après analyse, le travail de traitement des données a été focalisé sur une sélection de 19 ETMM d'intérêt, associés aux sources dans le secteur à l'étude, il s'agit des éléments : Ag, As, Bi, Cd, Co, Cu, Fe, Ge, Hg, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Sn, Tl, V et Zn.

Analyse de la distribution des empreintes isotopiques en Plomb

L'analyse de la distribution des empreintes isotopiques en Plomb a été réalisée par Alain Veron, Chargé de recherche dans l'équipe « Terre et Planètes » du Cerege.

Résultats et discussion

Traitement statistique et géostatistique de données de qualité des sols de surface en 44 ETMM

Les diagrammes de corrélation reporté en figure 1, entre variables projetées selon les axes 1 (Horizontal) et 2 (vertical) expliquent plus de 85 % de la variance de la population analysée.

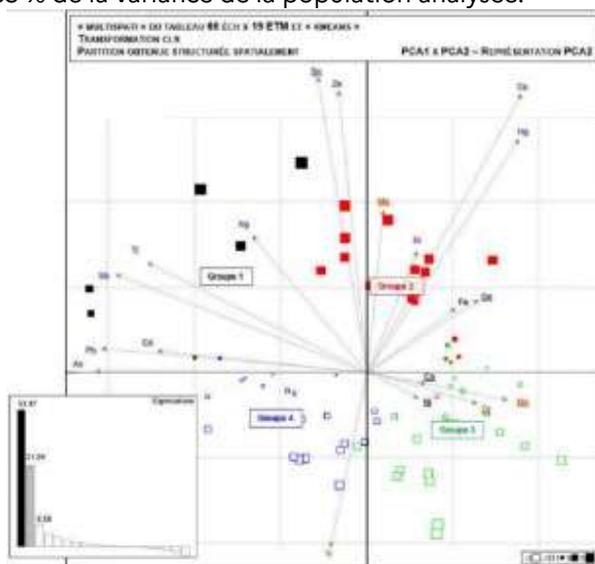


Figure 1 - Résultats de l'ACP « MultiSpati » de 66 échantillons de sols de surface sur les 19 ETMM et « kmeans » - Représentation de PCA2 (après transformation clr)

L'ACP réalisée a abouti à la définition d'une partition structurée spatialement selon 4 groupes distincts. Les éléments chimiques caractérisant significativement les groupes ont été par ailleurs définis par la répartition

⁷ Analyse en composante principale (ACP) et ACP sous contrainte de voisinage (Multispati, article Schneider et al), Transformation des teneurs en ETMM par transformation clr (Centered-log-ratio, package compositions), Graphes des valeurs propres (ade4), Projection des variables sur les directions principales (ade4), Projection des individus et ellipses d'inertie suivant les modalités de variables qualitatives exogènes à l'analyse (ade4) et Technique des individus et/ou variables supplémentaires.

⁸ Classification par moyenne mobiles (fonction kmeans modifiée dans l'article Brewer & Torre), Règle d'arrêt de la division des groupes de partition (règle du coude), Aides à l'interprétation de la partition selon les critères endogènes (teneur en ETMM) ou exogènes (secteur de prélèvement, coordonnées géographiques, nature des sols, géologie, et position de l'échantillons (surface ou profond), Approche intégrée ordination / partitionnement, Partitionnement sur coordonnées factorielles, Cartographie des coordonnées factorielles et Polygones des fréquences associés à chaque ETMM.

des concentrations en 19 ETMM dans chaque groupe, en la comparant à la moyenne générale avec la précision des valeurs significatives à l'échelle de chaque groupe considéré. La répartition géographique des groupes est présentée dans la figure 2.

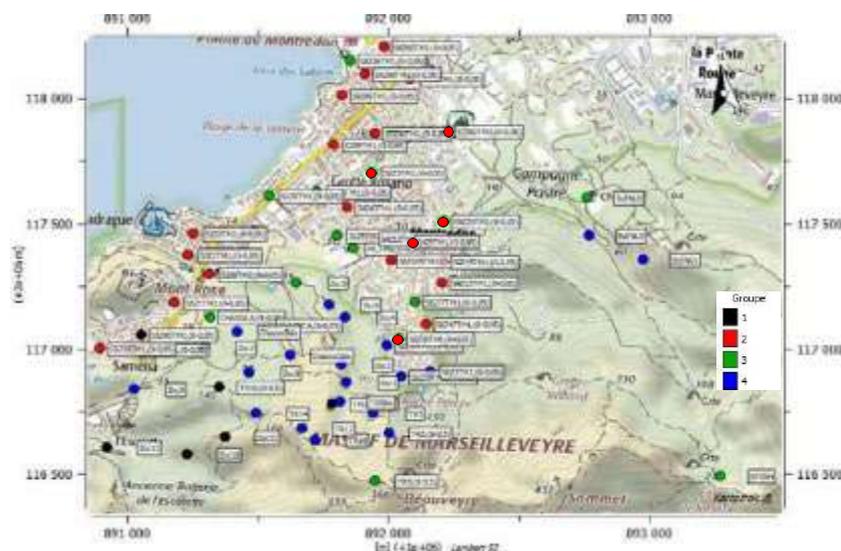


Figure 2 - Cartographie des Groupes de signature chimique proche, par application d'une méthode de partitionnement, sur fond de carte IGN

Les Groupes 1 et 4 sont cohérents géographiquement, et sont majoritairement et significativement marqués chacun par la signature d'une des deux fonderies : Groupe 1, signature Escalette, très marquée en As, Pb, Cd, Sb et Tl et Groupe 4, signature du site à l'étude, marquée en As, Pb, Cd et V.

Le Groupe 3 est peu cohérent géographiquement et particulièrement marqué en V, qui a également été retrouvé d'une manière prépondérante dans les encroutements intérieurs de la cheminée sur site, non concernée par les activités historiques de fonderie. Ce groupe semble être influencé par une signature de combustion (du site et des autres industries disposant d'une cheminée associée à des fours tel que l'ancienne verrerie par ex). Les éléments Co et Ni (dans le même domaine de l'ACP) constituants par ailleurs des traceurs des activités historiques de verrerie.

Enfin le Groupe 2, constitué à 100% de parcelles de riverains, présente une signature de bruit de fond industriel et de remblais.

Nota : le traitement statistique et le traçage de source induit, basée sur les 44 ETMM n'est pas aussi clair et encore moins avec les 8 ETMM (ce dernier panel ne permettant pas de discriminer les signatures chimiques complexes entre les deux principales zones sources).

Analyse de la distribution des empreintes isotopiques en Plomb

L'analyse de la composition isotopique des échantillons, corrigées de la composante naturelle, a permis de distinguer deux sources principales de plomb connues sur l'emprise d'étude correspondant à la source du Site et la source de l'Escalette (selon le graphique du rapport $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ en fonction du rapport $^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$). D'autres sources industrielles historiques peuvent contribuer à l'impact mais en l'absence de prélèvements spécifiques les caractérisant (verrière réaménagée par ex.) il n'est pas possible de les identifier.

Par soucis de complétude, l'analyse des contributions isotopiques des sources du Site à l'étude et du site de l'Escalette, a été complétée par l'analyse plus poussée de la contribution atmosphérique en utilisant également l'isotope ^{204}Pb et par une approche calculatoire induite multi-systèmes. Les travaux réalisés ont

consisté à : (1) discriminer les divers rapports isotopiques afin de valider la pertinence de retenir chaque système, (2) corriger les compositions isotopiques vis-à-vis de la contribution crustale et (3) calculer des contributions relatives des diverses sources anthropiques du plomb en excès, qui est réalisé par la méthode du Pivot de Gauss, avec la combinaison des trois rapports isotopiques retenus ($^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$, $^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$ et $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$).

Sur cette base, les échantillons ont été répertoriés selon 3 contributions génériques : (a) Prédominance de contribution Escalette, (b) Prédominance de contribution du site à l'étude et (c) Contribution de mélange, comme le met en évidence le tableau 1 de synthèse.

Echantillon	Contribution site	Contribution Esc	Echantillon	Contribution site	Contribution Esc
Contribution prépondérante du Site			Contribution prépondérante Escalette		
TM1	93 (±18)	2 (±0.5)	S5Z29	0	98 (±19)
S6Z29 TM1	67 (±13)	31 (±6)	S4Z9	19 (±16)	66 (±18)
S8Z88 TM1	76 (±13)	12 (±7)	S8Z89	23 (±5)	61 (±4)
			S3Z2	20 (±11)	69 (±8)

Tableau 1 - Contributions prépondérantes relatives en plomb dans les sols du secteur

Nota : l'approche algébrique (par pivot de Gauss) a été complétée par un modèle statistique (Bayésien), qui permet de conforter l'analyse initiale (publication en cours de rédaction).

La distribution des empreintes isotopiques, déterminée par les deux méthodologies d'interprétation développées par le CNRS, montre une large disparité, qui s'explique en partie par la localisation géographique des prélèvements par rapport aux 2 sources. L'influence de la localisation géographique confirme une origine du plomb liée aux envols à partir des cheminées lorsqu'elles étaient en fonctionnement. En revanche la cohérence géographique est perturbée, soit par l'hétérogénéité des sols à l'échelle des parcelles de riverains qui sont de nature variée (remblais) et remaniée, soit par l'existence d'autres sources qui s'apprécient dans le tableau comme un mélange des 2 pôles, soit encore par les 2 phénomènes combinés.

Cette disparité est présentée sous forme cartographique au niveau de la figure 3.

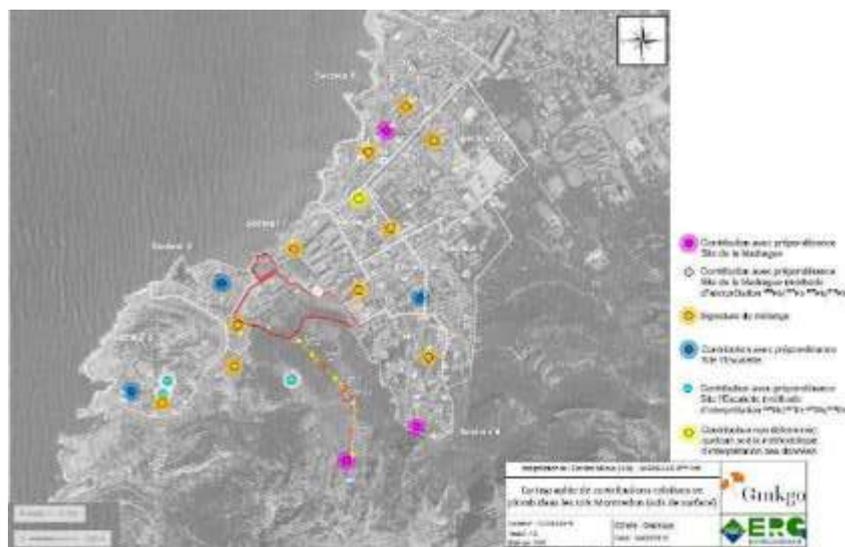


Figure 3 - Cartographie des contributions relatives en plomb dans les sols, basées sur les empreintes isotopiques, sur fond de carte IGN

Conclusions et perspectives

La réalisation de paragenèse (44 ETMM) et le traitement statistique des données, ainsi que l'analyse de la composition en isotope et l'interprétation des contributions relatives ont permis la remontée en paternité des pollutions en ETMM enregistrée dans les sols de surface à l'échelle du territoire et la définition des zones d'influence de chaque site industriel historiquement émetteur.

En cohérence avec la présence de remblais dans les sols et l'historique industriel dense sur le territoire, l'analyse statistique comme l'outil isotopique mettent en évidence que les Groupes de riverains (3 et 2) représentent des ensembles intégrateurs de signatures proches ou mixtes, assimilées à une signature de remblais et de bruit de fond industrielle⁹. Enfin, certains éléments traces sont caractéristiques d'impuretés du charbon signant des impacts potentiels provenant des fumées des cheminées de combustion nombreuses dans ce secteur très industrialisé.

La forensie environnementale nécessite de faire appel à des laboratoires d'analyse de pointe, d'utiliser des outils robustes de traitement statistique et géostatistique et de faire intervenir des experts, dans le cas présent, deux chercheurs : un statisticien de l'IMBE (AMU) et un géochimiste en isotopie du plomb du CNRS (CEREGE). De plus les traitements et analyses des spécialistes doivent être interprétée et mis en perspective avec les données historiques et environnementales à l'échelle du secteur selon une expertise solides en géologie, géochimie et en Sites et Sols Pollués.

Enfin, l'outil « isotopie du Pb » a été intégré aux « fiches techniques innovantes » du BRGM, tout comme « la géostatistique », néanmoins, rappelons qu'il relève de la recherche fondamentale et que l'analyse des contributions peut conduire à des divergences d'avis d'experts.

Références

Rapport ERG Environnement 17LES038Aa/MOK/43044 en date du 24 avril 2020 – Interprétation de l'Etat des Milieux, intégrant les analyses de Franck Torre et de Alain Veron avec références bibliographiques respectives.

Remerciements

Outre les équipes du CNRS et d'ERG Environnement, nous remercions les équipes d'experts du BRGM qui ont mené la tierce expertise de l'étude d'IEM à la demande de la Préfecture des Bouches du Rhône.

⁹ Des remblais d'origine diverse dont des résidus des industries locales ont été apportés au droit des jardins et espaces verts des parcelles privatives comme à l'évidence sur le domaine public contenant notamment des débris de démolition, des mâchefers, cendres, charbon ou des scories d'usine