



Utilisation du signal magnétique des sols comme outil de cartographie de terrain de pollution métallique : Test méthodologique

Etude réalisée dans le cadre du PRC Nord -Pas de Calais

Décembre 2001 BRGM/RP-51425-FR





Document public

Utilisation du signal magnétique des sols comme outil de cartographie de terrain de pollution métallique : Test méthodologique

Etude réalisée dans le cadre du PRC Nord -Pas de Calais

B. Clozel-Leloup, H. Theveniaut avec la collaboration de V. Laperche, P.Jezequel, V Pedroletti.

> Décembre 2001 BRGM/RP-51425-FR



Mots clés : propriétés magnétiques, sol, métaux lourds, plomb, zinc, Noyelles-Godault, cartographie, caractérisation minérale.

En bibliographie, ce rapport sera cité de la façon suivante :

Clozel-Leloup B., Théveniaut H. avec la collaboration de Laperche V., Jezequel P., Pedroletti V. (2001) – Utilisation du signal magnétique des sols comme outils de cartographie de terrain de pollution métallique : Test méthodologique. Rapport BRGM/RP-51425-Fr, 103 pages, 29 figures, 5 tableaux, 3 annexes.

© BRGM, 2001, ce document ne peut être reproduit en totalité ou en partie sans l'autorisation expresse du BRGM.

Synthèse

Cette étude, réalisée dans le cadre du PRC Nord – Pas de Calais a consisté à évaluer la possibilité d'utiliser les paramètres magnétiques des sols afin d'établir une cartographie qualitative des impacts d'une pollution atmosphérique autour des usines métallurgiques de Noyelles Godault et d'Auby.

Pour tester cette possibilité, des mesures en laboratoire des paramètres magnétiques que sont la susceptibilité magnétique en champ faible (χ), l'aimantation rémanente naturelle (ARN) et l'aimantation rémanente isotherme (ARI) ont été réalisées sur des échantillons dont les teneurs en Plomb, Cadmium et Zinc sont connues.

Quelques caractérisations des phases magnétiques présentes dans les sols ont aussi été faites afin de mieux préciser leur nature ainsi que leurs relations avec les polluants métalliques.

La comparaison des paramètres physiques seuls (χ , ARN, ARI) ou combinés (ARI/ χ) avec les teneurs en polluants métalliques (Pb et Zn) ainsi qu'en fonction de la distance par rapport à l'usine de Noyelles Godault nous permettent de mieux cerner l'utilisation potentielle de cette méthode physique.

La susceptibilité magnétique en champ faible (χ) et l'aimantation rémanente isotherme (ARI), même si elles ne présentent pas de corrélation directe avec les teneurs en polluants métalliques présentent une tendance commune de diminution d'intensité lorsque l'on s'éloigne de la source de pollution.

Des valeurs fortes de ces paramètres indiquent systématiquement que l'on se trouve dans une zone polluée même si cela reste qualitatif.

Il apparaît donc possible de réaliser une cartographie qualitative des impacts de pollution atmosphérique par l'utilisation de mesures de susceptibilité magnétique sur le terrain. Des mesures en laboratoire de la susceptibilité magnétique (χ) et de l'aimantation rémanente isotherme (ARI) peuvent permettre de préciser ces impacts en utilisant le rapport ARI/Sus. qui apparaît être le mieux corrélé avec les teneurs en Plomb.

Sy	nthèse		5
Sa	ommair	e	7
Li	ste des	annexes	9
Li	ste des	illustrations	. 10
1.	INT	RODUCTION	. 13
	1.1.	Contexte	13
	1.2.	Le site d'etude	14
2.	RAPP	ELS BIBLIOGRAPHIQUES	. 17
	2.1.	Les propriétés magnétiques de la matière	17
	2.2.	Les propriétés magnétiques des sols	18
	2.3.	Le magnetisme environnemental	19
	2.4.	les Polluants Pb, Zn et Cd : Phases émises par les sites de fonderie et evolution	on
	dans le	s sols – exemple de Noyelles – Godault	20
	2.4.1	Les minerais et autres produits d'alimentation	20
	2.4.2	Les scories	20
	2.4.3	Spéciation du Ph. Zn. Cd dans les sols	21
	2.4.5	Les propriétés magnétiques des phases porteuses de Plomb, Zinc et Cadmium	22
	2.5.	Conclusion des rappels bibliographiques	23
3.	MAZ	TERIELS ET METHODES	. 25
	31	Description des Echantillons de sols	25
	311	Localisation des échantillons de sols	25
	3.1.2	Conditions de prélèvement et analyses chimiques réalisées	27
	32	Analyses magnétiques	28
	3.21	Prénaration des échantillons	28
	3.2.2	. Paramètres magnétiques et appareils de mesure	28
	3.3.	Protocole de separation et d'identification des phases ferromagnetiques des s	ols
			29
	3.3.1	Protocole de séparation des phases ferromagnétiques des sols	29
	3.3.2	. Principe du microscope électronique à balayage et de la microsonde	30
	3.4.	Description des echantillons de poussieres	31
4.	RES	SULTATS ET DISCUSSIONS	. 33
	4.1.	La pollution en plomb, zinc et cadmium de la zone d'étude	33
	4.1.1	Existence de deux zones d'influence	33
	4.1.2	. Signature de la pollution en plomb et zinc en fonction de la distance au site industriel d	le
	Noye	lles – Godault	35
	4.1.3	. Analyses chilinques de certains echantinons	40
	4.2.	Les phases à l'origine des propriétés Ferromagnétiques des sols etudiés	42
	4.2.1	Les fractions ferromagnétiques des sols	42
	4.2.2	Les fractions ferromagnétiques des poussières	48
	4.2.3	. Conclusions sur les phases à l'origine des propriétés magnétiques des sols étudiés	48
	4.3.	Résultats des analyses magnétiques	49

Sommaire

4.3.1.	La susceptibilité magnétique en champ faible (χ)	49
4.3.2.	L'aimantation rémanente naturelle (ARN)	55
4.3.3.	L'aimantation rémanente isotherme (ARI)	55
4.3.4.	Les paramètres magnétiques entre eux	62
4.3.5.	Le rapport ARI/Susceptibilité	63
5. CONCL	USION	69
T • 4 1 • 1 1	aranhiaua	71
Liste biblio	grupnique	
Liste biblio Annexe 1 - teneurs en intensité, A	Tableau récapitulatif des données concernant les sols étudiés. Po Cd, Pb, Zn, coordonnées X, Y, type de sol, susceptibilité magnétio RI	aramètres que, 73
Liste biblio Annexe 1 - teneurs en intensité, A Annexe 2 - ferromagn	Tableau récapitulatif des données concernant les sols étudiés. Pa Cd, Pb, Zn, coordonnées X, Y, type de sol, susceptibilité magnétic RI Séparation et description sous la loupe binoculaire des phases étiques de 12 échantillons de sols	aramètres que, 73 non défini.

Liste des annexes

Annexe 1 - Tableau récapitulatif des données concernant les sols étudiés. Paramè	etres
teneurs en Cd, Pb, Zn, coordonnées X, Y, type de sol, susceptibilité magnétique,	
intensité, ARI	73
Annexe 2 - Séparation et description sous la loupe binoculaire des phases	
ferromagnétiques de 12 échantillons de sols Erreur ! Signet non de	éfini.
Annexe 3 - Séparation et description sous loupe binoculaire des phases	
ferromagnétiques dans 4 échantillons de poussières	99

Liste des illustrations

FIGURES

Figure 1 : Localisation des échantillons situés dans l'environnement direct des usines
MétalEurop et Union Minière
Figure 2 : Localisation des échantillons de référence (REF, coordonnées Lambert) et des
échantillons proches des usines (les points de l'étude)
Figure 3 : Protocole de séparation physique des phases magnétiques des sols 30
Figure 4 : Relation entre le plomb et le zinc : deux tendances distinctes
Figure 5 : Relation entre le rapport plomb/zinc et la distance par rapport à Noyelles 34
Figure 6 : Localisation des échantillons étudiés et attribution d'une zone d'influence à
l'un ou l'autre des sites industriels
Figure 7 : Représentation spatiale des teneurs en plomb
Figure 8 : Teneur en plomb en fonction de la distance au site de Noyelles – Godault 38
Figure 9 : Teneur en zinc en fonction de la distance au site de Noyelles – Godault 38
Figure 10 : Courbe de décroissance des teneurs en plomb en fonction de la distance à
l'usine de Noyelles – Godault (en kilomètre)
Figure 11 : Relation entre le pourcentage pondéral de sol séparé par l'aimant (fraction
FM) et la susceptibilité totale du sol
Figure 13 : Représentation géographique de la susceptibilité magnétique
Figure 14 : Relation entre la susceptibilité magnétique et la teneur en plomb des
échantillons
Figure 15: Relation entre la susceptibilité magnétique et la teneur en zinc des
échantillons
Figure 16 : Susceptibilité magnétique de tous les échantillons en fonction de la distance
à la source de pollution (Novelles Godault) 53
Figure 17: Susceptibilité magnétique des échantillons de la zone d'étude en fonction de
la distance à la source de pollution (Novelles Godault) 54
Figure 18 · Aimantation rémanente naturelle (ARN) de tous les échantillons en fonction
de la distance à la source de pollution (Novelles Godault) 55
Figure 19 : Courbes d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme (ARI) par
nalier 56
Figure 20 · Représentation spatiale de l'ARI
Figure 21 : Relation entre l'aimantation rémanente isotherme (ARI) et les teneurs en
nlomb
Figure 22: Relation entre l'aimantation rémanente isotherme (ΔRI) et les teneurs en
nlomb 60
Figure 23: Aimantation rémanente isotherme (ARI) de tous les échantillons en fonction
de la distance à la source de pollution (Novelles Godault) 61
Figure 24: Aimantation rémanente isotherme (ARI) des échantillons de la zone d'étude
an fonction de la distance à la source de pollution (Novelles Godault)
Figure 25 : Relation entre la susceptibilité magnétique et l'ARI (mesurée à 0.8 T) 62
Figure 26 : Représentation spatiale du rapport ARI/Suscentibilité
Figure 27 : Relation entre le rapport (ARI/Susceptibilité) et les teneurs en plomb
Figure 28: Palation entre la rapport (ARI/susceptionine) et les teneurs en zine
Figure 20. Relation entre le repport (ARI/susceptionne) et les teneurs en zinc
rigure 27. Relation entre le rapport ARI/susceptionne et la distance à la source de
ponuuon

TABLEAUX

Tableau 1 : Rejets dans l'air et l'eau des deux usines minières.	. 15
Tableau 2 : Susceptibilités magnétiques des principales phases minérales des sols	.19
Tableau 3 : Susceptibilités magnétiques χ des principales phases porteuses de Pb,	Zn,
Fe	. 23
Tableau 4 : Composition chimique de quelques échantillons	. 41
Tableau 5 : Pourcentage pondéral de la fraction ferromagnétique des sols	. 42
Tableau 6 : Analyses chimiques représentatives de quelques spinelles de scories ou	ı de
« billes » magnétiques pour l'échantillon Evin Tref	. 46

1. INTRODUCTION

1.1. CONTEXTE

Dans le cadre de l'étude des zones contaminées par des polluants métalliques, la réglementation actuelle impose des restrictions d'usage des secteurs pollués (pas d'aménagements de type résidentiel, d'exploitation agricole, de pompage...). Ces restrictions sont très étroitement dépendantes du risque lié à l'usage du secteur pollué et indirectement à la bonne connaissance de la teneur en polluants des sols et de leur extension. La répartition de ces polluants dans l'environnement n'est pas homogène compte tenu de la variabilité des phénomènes naturels intervenant dans leur dispersion (vent, pluviométrie, écoulements de surface, types de sol et de végétation...). La connaissance de cette répartition dépend de la stratégie d'échantillonnage d'une zone polluée (milieu et conditions de dispersion) mais surtout du nombre d'échantillons prélevés (représentativité) très dépendant du coût des analyses classiquement réalisées par voie humide. La mise au point de techniques d'analyse moins coûteuses et fiables visant à permettre l'évaluation du degré de contamination des sols constituerait un progrès technique permettant d'améliorer l'évaluation de l'extension d'une pollution en augmentant le nombre de points de mesure. Parmi ces techniques, la mesure des paramètres magnétiques des sols peut permettre une évaluation indirecte du degré de contamination. Cette mesure une fois calibrée en laboratoire par corrélation avec des données physico-chimiques se réalise en laboratoire et sur le terrain. Plusieurs paramètres magnétiques sont alors obtenus qui, en lecture directe ou par croisement, peuvent permettre la réalisation d'une cartographie précise de la zone polluée. A ce titre, le secteur de Noyelles - Godault déjà étudié dans le cadre du PRC Nord Pas-de-Calais constitue une zone test de premier plan.

De nombreux travaux réalisés depuis une quinzaine d'années ont montré qu'il existe des associations entre les polluants métalliques (Cd, Cr, Ni, Pb, Zn et Cu) et les phases minérales magnétiques dans les sols pollués par des activités anthropiques (industries métallurgiques et sidérurgiques). Par ailleurs, plusieurs études menées sur les sols pollués autour de l'usine de Metaleurop ont permis d'identifier des spinelles de fer substitués en zinc (franklinite (Fe(III)₂Fe(II)_(1-x)Zn_xO₄)) dans les fractions magnétiques des sols (Ildefonse et al., 1999; Sobanska, 1999).

Ces particules de franklinite, d'origine anthropique, proviennent des scories de traitement de minerai. D'après la bibliographie, ces spinelles associés aux polluants possèdent souvent un fort signal magnétique, identifiable dans les résidus de fumées, mais également lorsqu'ils sont dispersés dans le sol en faible quantité.

Les études menées par Georgeaud (1999) montrent que les oxydes de fer magnétiques ont une grande capacité à adsorber le plomb et le cadmium. Les polluants métalliques ayant de fortes affinités pour les minéraux magnétiques, que ce soit par adsorption ou par substitution, offrent la possibilité d'une mesure indirecte et relative du degré de contamination.

Cette approche magnétique et chimique a déjà été réalisée avec succès au Canada et au Royaume Uni ainsi que dans certains pays d'Europe de l'Est.

L'utilisation d'une méthode physique permettant une détection des minéraux magnétiques d'origine anthropique pourrait donc permettre une évaluation *in situ* indirecte, mais rapide et peu coûteuse des teneurs en polluants dans les sols.

Cette approche nécessite au préalable une bonne caractérisation chimique d'échantillons contaminés à des degrés divers et une étude détaillée de leurs propriétés magnétiques. La présente étude a donc été réalisée à partir d'échantillons de sols (labour, prairie et bois) ayant déjà fait l'objet d'analyses chimiques détaillées (Pb, Zn et Cd) dans le cadre du projet PRC Nord Pas de Calais. Des mesures de paramètres magnétiques en laboratoire tels que la susceptibilité magnétique en champs faible (χ), l'aimantation rémanente naturelle (ARN) et l'aimantation rémanente isotherme (ARI) ou à « saturation » ont été réalisées sur 100 échantillons.

Les résultats obtenus sont présentés ci-après en terme de corrélation entre ces différents paramètres chimiques et physiques afin d'évaluer le potentiel des mesures physiques comme outil de cartographie indirecte de la contamination des sols en polluants métalliques.

1.2. LE SITE D'ETUDE

Le site d'étude est situé au nord de Douai (59) et s'étend sur 110 km² autour des usines de Metaleurop et de Union Minière, respectivement sur les communes de Noyelles Godault et Auby. Le secteur étudié appartient principalement à trois régions naturelles (le Pévèle, la Plaine de la Scarpe et la Gohelle) dont les sols ont des teneurs en plomb et zinc de 200 à plus de 1000 mg/kg quand on se rapproche des usines. Les sols sont hydromorphes de textures variées et plus d'un quart du secteur correspond à des zones urbanisées.

Ces deux usines implantées depuis le siècle dernier produisent des métaux non ferreux (plomb et zinc). Avant 1970, ces usines utilisaient des procédés d'extraction très polluants qui engendraient des émissions très importantes de poussières (4 à 5 tonnes de poussières par jour). Ces poussières émises contenaient outre du plomb et du zinc, du cadmium, cuivre, antimoine, bismuth, etc. Les modifications apportées à ces deux usines (changement du procédé d'extraction ou utilisation de filtres) ont considérablement diminué les rejets de poussières (Tableau 1). La pollution des sols autour des usines est considérée comme une pollution essentiellement historique due aux retombées atmosphériques des fumées et poussières émises par les usines au cours du 19^{eme} siècle.

	Metaleurop		Union minière	
	émission dans	rejets aqueux	émission dans	rejets aqueux
	l'air		l'air	
Pb	24,151 t/an	14 kg/j	0,002 t/an	2,295 kg/j
Zn	29,082 t/an	28,6 kg/j	1,646 t/an	31,2575 kg/j
Cd	825 kg/an	5,23 kg/j	0,020 kg/an	1,4917 kg/j

Tableau 1 : Rejets dans l'air et l'eau des deux usines minières. D'après " l'industrieau regard de l'environnement en 1999 ", Rapport DRIRE Nord - Pas de Calais.

2. RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

2.1. LES PROPRIETES MAGNETIQUES DE LA MATIERE

Ce rappel est largement inspiré de l'article de Gillet dans les Techniques de l'ingénieur :

Une excitation magnétique est décrite par deux entités :

- le champ magnétique *H*
- l'induction magnétique \vec{B}

qui dans le vide sont liés par l'équation $\overline{B} = \mu_0$. \overline{H} avec μ_0 : Perméabilité du vide.

Dans un milieu aimanté, il n'y a plus de proportionnalité entre \vec{H} et \vec{B} et l'induction du champ magnétique résultant est la somme de l'induction du champ magnétique extérieur et de l'induction du champ intérieur liée aux propriétés intrinsèques de la matière, c'est à dire son aimantation \vec{M} (ou sa polarisation magnétique $\vec{J} = \mu_0. \vec{M}$): $\vec{B} = \mu_0. \vec{H} + \vec{J} = \mu_0. \vec{H} + \mu_0. \vec{M} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M})$

Sous l'influence d'une induction magnétique \vec{B} , la matière s'aimante et cette aimantation \vec{M} est proportionnelle à la valeur du champ magnétique \vec{H} selon l'équation :

 $\overline{M} = K. \overline{H}$ avec K : susceptibilité magnétique de la matière considérée.¹

La relation d'induction magnétique peut donc s'écrire

 $\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}) = \mu_0 (\vec{H} + K.\vec{H}) = \mu_0.\vec{H}.(1+K)$

L'origine des propriétés magnétiques de la matière est due aux courants électriques dont les atomes sont le siège et qui proviennent des interactions entre les moments magnétiques liés à la fois à la rotation des électrons autour du noyau et à la rotation de l'électron sur lui-même (le spin). Les moments magnétiques résultants sont à l'origine des propriétés magnétiques des matériaux.

Un **matériau diamagnétique** est un matériau où les moments magnétiques résultants sont nuls (les moments magnétiques orbitaux et de spin se compensent). Sous l'effet du champ magnétique \vec{H} , l'aimantation $\vec{M} = \chi$. \vec{H} avec χ : susceptibilité magnétique spécifique < 0 (-2.10⁻⁹ à -7.10⁻⁹ m³/kg) et le matériau diamagnétique s'oriente proportionnellement et en sens inverse du champ appliqué.

Un **matériau paramagnétique** est un matériau où les moments magnétiques résultants sont non nuls. L'application d'un champ magnétique tend alors à aligner ces moments magnétiques permanents dans sa propre direction et l'aimantation $\vec{M} = \chi \cdot \vec{H}$ avec χ : susceptibilité magnétique spécifique > 0 (0,1.10⁻⁶ à 5.10⁻⁶ m³/kg). Beaucoup de matériaux sont paramagnétiques dès lors qu'il existe des électrons non appariés (cas des métaux avec des électrons libres ou simplement de corps à éléments de transition c'est à dire à couche interne incomplète...).

¹ La susceptibilité magnétique *k* peut être exprimée par rapport à l'unité de masse ; c'est la susceptibilité magnétique spécifique χ ($\chi = K / \rho$ avec ρ masse volumique du corps considéré).

Les matériaux diamagnétiques et paramagnétiques présentent une aimantation proportionnelle à la valeur du champ magnétique appliqué. Ces corps sont appelés magnétiques parfaits.

Dans certains matériaux, les moments magnétiques de domaines cristallisés, peuvent s'orienter spontanément sous l'action d'un champ même faible comme le champ terrestre. Selon l'orientation de ces domaines, il est distingué 3 types de matériaux : ferri -, ferro – ou antiferro magnétique.

Ainsi, si un matériau non cristallisé peut présenter un comportement paramagnétique (cas d'un verre ferrifère), il ne peut présenter de comportement ferro-, antiferro- ou ferrimagnétique qui impliquent l'existence de domaine cristallisé.

Les substances antiferromagnétiques se comportent à température ambiante comme des corps paramagnétiques. Pour les corps ferromagnétiques et ferrimagnétiques (ferromagnétique au sens large), l'aimantation est une fonction complexe de la température, du champ magnétique appliqué et de l'aimantation antérieure. Ces composés peuvent être caractérisés par la courbe d'hystérésis (courbe d'aimantation et de désaimantation) qui donne l'aimantation à saturation Ms (aimantation maximale sous l'effet d'un champ magnétique appliqué), l'aimantation rémanente (qui subsiste en l'absence de champ magnétique appliqué) et le champ coercitif Hc qui annule l'aimantation.

2.2. LES PROPRIETES MAGNETIQUES DES SOLS

Les propriétés magnétiques d'un sol sont fonction de la nature des phases qui le constituent et de leurs proportions. Le Tableau 2 indique les susceptibilités magnétiques χ des principales phases minérales décrites dans les sols.

La grande majorité des phases constitutives des sols (quartz, calcite, phases argileuses à faible contenu en fer) ne présentent qu'un caractère magnétique faible. Ce sont les oxyhydroxydes de fer et de manganèse et en particulier l'hématite et la goethite ainsi que les minéraux lourds (résiduels) comme la magnétite, le rutile, l'ilménite, qui conditionnent généralement la signature magnétique des sols. Néanmoins, certaines phases argileuses contenant du fer peuvent dans certains sols, contribuer significativement à la signature magnétique en raison de leurs importances relatives plutôt que de leurs propriétés magnétiques propres.

Minéraux	Composition chimique	χ (en 10 ⁻⁶ m ³ /kg)
Quartz	SiO ₂	<< 0*
Calcite	CaCO ₃	-4.8
Feldspaths potassiques	KAlSi ₃ O ₈	<< 0*
sodocalciques	$NaAlSi_3O_8 - CaAl_2Si_2O_8$	
Chlorite	$(Ca, Na)_{0-1}(Mg, Fe,, Zn)_{2-3}$	0.03 à 0.70 ^{**}
	$(Si,Al)_4O_{10}$. n H ₂ O	
Illite	$(K,H_3O)(Al,Mg,Fe)_2(Si,Al)_4O_{10}[(OH)_2,H_2O]$	0.01 à 0.17 ^{**}
Gypse	CaSO ₄ .2H ₂ O	-5.53
Biotite	K(Mg,Fe) ₃ AlSi ₃ O ₁₁ .H ₂ O	0.05 à 0.98
Dolomite	$CaMg(CO_3)_2$	-4.83
Glauconie	$(K,Na)(Al,Mg,Fe^{3+})_2(Si,Al)_4O_{10}(OH)_2$	0.58^{**}
Goethite	FeOOH	0.38 à 0.50
Hématite	Fe ₂ O ₃	0.5 à 3.8
Limonite	Fe_2O_3 . H_2O	0.25 à 0.76
Pyrolusite	MnO ₂	0.30 à 0.48
Rutile	TiO ₂	0.012 à 0.05
Ilménite	(Fe, Mg, Mn)TiO ₃	0.2 à 1.5
Olivine	$(Mg,Fe)_2SiO_4$	0.11 à 1.26
Pyroxène (ortho)	(Mg,Fe)SiO ₃	0.04 à 0.92
Pyroxène calcique	$Ca(Fe,Mg)(SiO_3)_2$	0.08 à 0.80
Barytine	BaSO ₄	-3.84
Pyrite	FeS ₂	0.004 à 0.013
Magnétite	Fe ₃ O ₄	1000 à 6000
Maghémite	γ Fe ₂ O ₃	600 à 1800
Pyrrhotite	Fe ₈ S ₉	90 à 400

Tableau 2 : Susceptibilités magnétiques des principales phases minérales des sols. Valeurs extraites de l'article de Gillet G (Techniques de l'ingénieur) ;* Pas de valeur établie, mais susceptibilité négative ;**Valeurs calculées à partir d'analyses chimiques extraites du livre «Introduction to Rock Forming Minerals, de Deer, Howie et Zussman ».

2.3. LE MAGNETISME ENVIRONNEMENTAL

L'étude des propriétés magnétiques des sols s'est développée depuis une quinzaine d'années (Thompson et Olfield, 1986; King et Channell, 1991; Verosub et Roberts, 1995) avec pour objectifs de caractériser par cette méthode physique les phénomènes paléoclimatiques mais aussi ceux d'origine anthropique.

Tolonen et Olfield (1986) ont utilisé des paramètres magnétiques pour quantifier les impacts de l'industrialisation au Canada. Leur étude s'est avérée plus précise que celle des teneurs en polluants métalliques affectés par des remobilisations géochimiques et qui présentaient donc un lissage du signal historique.

Plus récemment, plusieurs études menées autour de zones industrialisées en Angleterre, en Pologne et en République Tchèque ont eu pour objectif d'évaluer les rapports entre les signaux magnétiques et les polluants métalliques et d'utiliser les propriétés magnétiques comme outil de caractérisation de la pollution. L'étude de Hay *et al.* (1997) a montré, à partir de plus de 1000 échantillons prélevés sur l'ensemble de l'Angleterre que les zones à fortes valeurs de susceptibilité magnétique étaient concentrées autour des zones urbanisées et surtout autour des zones historiques de forte industrialisation. Ces zones à teneurs en polluants métalliques supérieures au fond géochimique naturel les ont donc amenés à établir une corrélation entre les teneurs en métaux lourds et les paramètres magnétiques.

Des études plus détaillées (Charlesworth et Lees, 1997, 2001 ; Strzyszcz et Magiera, 1998 ; Petrovsky *et al.*, 1998, 2001) sur les relations entre paramètres magnétiques et teneurs en polluants métalliques ont toutes montrées des relations entre les paramètres physiques et chimiques notamment pour différencier les zones polluées de celles non polluées.

Il faut noter qu'aucune étude n'a vraiment été menée pour évaluer les relations entre les paramètres magnétiques et les teneurs en polluants métalliques au sein d'une zone contaminée dans son ensemble.

2.4. LES POLLUANTS PB, ZN ET CD : PHASES EMISES PAR LES SITES DE FONDERIE ET EVOLUTION DANS LES SOLS – EXEMPLE DE NOYELLES – GODAULT

Le site de MetalEurop de Noyelles – Godault se caractérise par l'existence de deux fonderies distinctes à Pb et à Zn (ɛPb). Les phases porteuses des polluants Pb, Zn, Cd dispersées autour des sites de fonderie sont essentiellement de trois origines possibles :

- minerais ou sous-produits d'alimentation,
- poussières et fumées issues des différentes étapes du procédé (grillage, fusion),
- résidus grossiers (scories) de la fonderie.

Les travaux de S. Sobanska (1998) qui ont portés sur la spéciation du plomb et du zinc dans des poussières industrielles et dans un sol contaminé à proximité de Noyelles-Godault permettent d'en préciser la nature. Ils sont largement repris dans les trois paragraphes suivants :

2.4.1. Les minerais et autres produits d'alimentation

La fonderie de plomb a été alimentée au cours des années par des apports en minerais et sous-produits d'origines diverses. Néanmoins, les principaux minerais du plomb sont la galène (PbS) et plus rarement la cérusite (PbCO₃) et la pyromorphite (Pb₅(PO₄)₃Cl). Parmi les sous-produits, l'usine de Noyelles-Godault recycle le contenu des batteries usagées. Le plomb est alors sous la forme de sulfate (PbSO₄) et Pb°.

En l'absence d'historique sur l'alimentation de la fonderie de zinc, il est supposé que le sulfure de zinc, la blende (ZnS) a été utilisé. Néanmoins le four de fusion peut traiter différents types d'oxydes ou alliage essentiellement issus de sous-produits (déchets de zinc –scories ou cendres, alliage de zinc...).

2.4.2. Les poussières

Elles sont générées lors des deux étapes de la production des métaux :

1. Le grillage du minerai qui transforme le minerai sulfuré en oxyde ;

2. La fusion qui sépare les métaux (plomb ou zinc) des autres composés du minerai.

Ces deux types de poussières diffèrent essentiellement par leurs distributions granulométriques (le d_{70} des poussières de grillage est environ à 10µm alors que le d_{80} est environ à 50µm pour les poussières de fusion). Leurs compositions chimiques et minéralogiques demeurent proches et leur description ultérieure est faite sous le titre commun de poussières issues du raffinage.

Dans les poussières issues du raffinage du plomb, le plomb et le zinc constituent des éléments majeurs (Pb environ 60%, Zn environ 6-7 %) et ils s'expriment principalement selon les formes suivantes :

- PbS, PbSO₄, PbSO₄.PbO (oxysulfate) et Pb° pour le plomb,

- ZnS, ZnO pour le zinc.

Le cadmium présent à plus d'1% dans les fumées de fusion est identifié sous forme de CdS et CdSO₄.

Notons qu'il existe quelques pour-cent de fer dans les fumées issus du grillage du minerai de plomb. Ce fer s'exprime sous les formes α -FeOOH, Fe₂O₃, Fe₃O₄, FeS₂ suivantes (identifiées par diffraction des rayons X) et FeO (identifié par Raman).

Dans les poussières issues du raffinage du zinc, le zinc majoritaire s'exprime sous les formes suivantes : ZnS, ZnCO₃, Zn°. Le plomb est identifié sous forme sulfurée PbS et le cadmium sous la forme carbonatée CdCO₃ et sulfurée CdS. Le fer est présent sous une forme non précisée (magnétite, maghémite ou wüstite).

2.4.3. Les scories

Les scories sont les résidus de la fusion. Elles ont une composition chimique contrôlée par la gangue du minerai (après grillage) et les fondants ajoutés lors du procédé de fusion.

Elles contiennent encore quelques pour-cent de plomb et de zinc. Le plomb a été identifié sous forme de plomb métal et est également envisagé sous forme de silicate (Pb₂SiO₄) et de PbO. Le zinc est identifié sous la forme d'oxyde mixte de fer et de zinc dont la formule peut s'écrire [Fe²⁺_{1-3y+x} Fe³⁺_{0.3} $_{y}$]Zn_xO_{1-x} $_{x}$ avec 0.085<x<0.170.

Les phases ferrifères identifiées sont FeO (identifié par diffraction des rayons X), Fe_3O_4 et Fe_2O_3 (par Raman). Le silicium et le calcium qui sont, avec le fer, les éléments majeurs des scories constituent la matrice vitreuse Fe, Si, Ca.

Enfin, les observations au Raman de S. Sobanska suggère une possible association entre le plomb et l'hématite, et le plomb et la wuestite.

D'après les observations réalisées sur des vitrifiats (Clozel et Legendre, 1995) ou sur d'anciennes scories métallurgiques (Mahé- Le Carlier, 1997), il est très probable que le plomb, en raison de son rayon ionique élevé soit également présent dans la matrice vitreuse Fe, Si, Ca. Le zinc, de plus petit rayon ionique, aura tendance à s'intégrer dans les spinelles (surtout alumineux) mais il sera également présent dans la matrice vitreuse. La présence de petits sulfures multi- métaux (type matte sulfurée) est également envisagée.

2.4.4. Spéciation du Pb, Zn, Cd dans les sols

Il existe de nombreuses études sur la spéciation du plomb, du zinc (et du cadmium) dans les sols pollués par la métallurgie des non-ferreux (deux sites d'étude principaux en France : Noyelles-Godault et Mortagne du Nord). Quelle que soit la méthodologie privilégiée, extractions chimiques séquentielles (Gommy, 1997), MEB (Buatier *et al.*, 2001), EXAFS (Manceau *et al.*, 1996, Ildefonse *et al.*, 1998, Morin *et al.*, 1999...), ces études tendent toutes à montrer la grande diversité des phases porteuses. En effet, d'une part une partie des phases initiales (minerai, poussière, scorie) sont encore présentes, d'autre part, les métaux remobilisés de ces phases initiales se sont redistribués dans le sol sous diverses nouvelles formes. Ainsi, Morin *et al.* (1999), a identifier le zinc dans le sol sous forme de sulfure (sa forme principale dans les poussières et dans le minerai) ou de spinelle (sa forme principale dans les scories) mais également incorporé à des argiles (smectite possible) ou sorbé à des oxyhydroxydes de fer. Le plomb est décrit comme sorbé sur des oxyhydroxydes de fer et manganèse ainsi qu'associé à la matière organique (Morin et al. 1999) ou formant des phosphates de type pyromorphite (Buatier et al. 2001).

Ces nouvelles phases porteuses sont distinctes selon les conditions physico-chimiques du sol, en particulier en fonction du pH et de la teneur en matière organique. Ainsi, selon les travaux de Morin *et al.* (1999) réalisés par EXAFS, ces conditions seraient à l'origine des différences de phases porteuses de plomb observées ; le Pb présent dans le sol de bois serait essentiellement présent sous forme organométallique (Pb en complexe de sphère interne sur support léger) alors qu'il serait davantage dans la structure des minéraux ou adsorbé fortement comme sur de la goethite ou de la birnessite (oxyde de Mn) pour le sol de prairie.

Enfin, les travaux de Sterckeman *et al.* (2000), à partir de l'étude de différents profils de sols, indiquent que la contamination principale demeure localisée dans les 20-30 premiers centimètres même si des traces de zinc et de cadmium ont été trouvées à près de 2 mètres de profondeur.

2.4.5. Les propriétés magnétiques des phases porteuses de Plomb, Zinc et Cadmium

Le

Tableau **3** indique les susceptibilités magnétiques χ des principales phases porteuses des polluants Pb, Zn décrites dans le contexte des non-ferreux ainsi que celles du fer. Le plomb et le zinc n'ayant pas de propriétés magnétiques propres, s'ils sont sorbés sur une phase ou en position de cation interfoliaire, la susceptibilité sera celle de la phase porteuse.

Pour le cadmium, toutes ses phases porteuses n'ont pas été identifiées en raison de sa relativement faible teneur. Il peut être présent soit sous forme de minéraux propres (carbonate de cadmium, sulfate de cadmium... qui sont des phases non magnétiques), soit, compte tenu de son rayon ionique proche de celui du zinc, en substitution de ce dernier.

Minéraux	Composition chimique	χ (en 10 ⁻⁶ m ³ /kg)		
Porteurs de plomb				
Pb°	Pb			
Cérusite	PbCO ₃	-2.88		
Galène	PbS	-4.4		
Anglésite	PbSO ₄	-2.89		
Pyromorphite	$Pb_5(PO_4)_3Cl$			
Litharge ou Massicot	PbO			
Porteurs de zinc				
Zn°	Zn			
Smithsonite	ZnCO ₃	-3.41		
Blende	ZnS	-3.27		
Zincite	ZnO	-4.29		
Franklinite	ZnFe ₂ O ₄	90		
Porteurs de fer				
Fe°	Fe	>>>> à tous		
Hématite	Fe ₂ O ₃	0.5 à 3.8		
Pyrite	FeS ₂	0.004 à 0.013		
Magnétite	Fe ₃ O ₄	1000 à 6000		
Maghémite	$\gamma \text{ Fe}_2 \overline{O_3}$	600 à 1800		
Wüstite	FeO			
Pyrrhotite	Fe ₈ S ₉	90 à 400		

Tableau 3 : Susceptibilités magnétiques χ des principales phases porteuses de Pb, Zn, Fe. Valeurs extraites des techniques de l'ingénieur, -- : pas de valeurs

2.5. CONCLUSION DES RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

Les principales phases porteuses des polluants Pb, Zn, Cd qui ont été décrites dans le contexte de la métallurgie des non-ferreux sont des phases diamagnétiques et cela quels que soient les stades de leur évolution (du minerai à la phase porteuse dans le sol, après avoir subit toutes les transformations) à l'exception des phases de type spinelle comme la franklinite qui présente à la fois du zinc et est fortement magnétique².

Par ailleurs, de nombreuses autres phases émises en même temps que ces phases porteuses de métaux sont, elles, plus ou moins magnétiques (magnétite, wüstite...) voire extrêmement magnétiques s'il s'agit de substance ferromagnétique comme certains alliages de fer. Ainsi la possible relation entre les teneurs en Pb, Zn, Cd du sol et ses propriétés magnétiques n'est pas une relation directe mais une relation phénoménologique, le sol réceptionnant en parallèle les phases porteuses des métaux et celles à l'origine des propriétés magnétiques.

A notre connaissance, aucune étude n'a abordé la caractérisation fine des phases à l'origine de la signature magnétique de ces sols pollués.

² Notons que ces phases n'ont été décrites que dans les scories (résidu relativement grossier de la fusion).

3. MATERIELS ET METHODES

3.1. DESCRIPTION DES ECHANTILLONS DE SOLS

3.1.1. Localisation des échantillons de sols

Les échantillons de sols utilisés pour cette étude proviennent :

- Figure 1 de la série d'échantillons (environ 300) prélevés dans le cadre de la campagne de cartographie autour des usines de Metaleurop et d'Union Minière menée par F. Douay de l'Institut Supérieur d'Agriculture (ISA, Lille). Au nombre de 98, ces échantillons sont référencés T N° et sont localisés sur la figure 1. Le numéro des échantillons et leurs coordonnées Lambert sont rappelés en Annexe 1. Parmi cette série, l'échantillon T constitue une référence supposée non polluée (teneurs en Pb, Zn, Cd sont des teneurs de fond géochimique). Cet échantillon sera nommé « référence T » dans la suite du document. Sa localisation n'est pas précisée.
- d'une nouvelle campagne de prélèvement effectuée à plus grande distance du site de MetalEurop et d'Union Minière. Censés être dépourvus de contamination métallique, ces échantillons, au nombre de six, sont référencés REF N°. Nous n'avons pas, pour ces échantillons de résultats sur leurs analyses chimiques mais ils sont supposés avoir des teneurs naturelles et donc faibles.

Figure 1 (page suivante) : Localisation des échantillons situés dans l'environnement direct des usines MétalEurop et Union Minière.



BRGM/RP-51425-FR

La Figure 2 présente la localisation des échantillons de référence (REF) par rapport à la première série intitulée « les points de l'étude ». A cette distance, la contribution des deux usines minières ne devrait pas exister pour ces échantillons.



Figure 2 : Localisation des échantillons de référence (REF, coordonnées Lambert) et des échantillons proches des usines (les points de l'étude)

3.1.2. Conditions de prélèvement et analyses chimiques réalisées

Chaque prélèvement de sol a été réalisé (par l'ISA) sur les 25 premiers centimètres du sol. Le sol ainsi prélevé est ensuite préparé dans des conditions standards à l'étude des sols : séché à une température inférieure à 40°C et tamisé à 2 mm (fraction d'étude inférieure à 2 mm).

Les échantillons de sol ont été sélectionnés afin de représenter la diversité des teneurs en polluants (Pb, Zn et Cd). Dans cette première phase de tests, il a été décidé de sélectionner ces échantillons majoritairement dans la catégorie des sols labourés, sols développés sur des profils pédologiques proches. Néanmoins quelques échantillons proviennent de zones boisées.

Les teneurs en Pb, Cd, Zn des échantillons ont été analysés à l'INRA dans le cadre d'une étude préliminaire (Sterckeman *et al.*, 2001). Les références des échantillons sélectionnés (nom et coordonnées Lambert) ainsi que leurs teneurs en Pb, Zn, Cd et la nature de la culture (labour, bois ou prairie) sont indiquées en Annexe 1.

Certains échantillons ont fait l'objet d'analyses complémentaires dans le cadre de cette étude. Il s'agit des échantillons T121, T114, T204, T170, T240, T87, T34, T, TB2013

et Evin Tref. Les teneurs en éléments majeurs (exprimées en pourcentage d'oxyde : Al_2O_3 , CaO, Fe₂O₃ MgO, MnO, K₂O, SiO₂, TiO₂, P₂O₅) et en éléments traces (exprimées, en mg/kg, sous forme élémentaire : Pb, Zn, Ag, As, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Sb) ont été déterminés par ICP/AES (Induced Coupled Plasma Spectrometry). Préalablement, le sol est porté à 450°C pour éliminer les fractions volatiles (eau résiduelle après le séchage à 40°C, volatilisation de la matière organique, perte des molécules d'eau de certaines composés hydratés, deshydroxylation des argiles de type kaolinite...). La perte de poids associée est quantifiée (Perte de poids à 450°C- PP à 450°C). Pour un sol, cette perte en poids est essentiellement due à la disparition de la matière organique.

3.2. ANALYSES MAGNETIQUES

3.2.1. Préparation des échantillons

Les échantillons utilisés pour les mesures des paramètres magnétiques ont été séparés par quartage à riffles, si nécessaire après séchage à 40°C, puis placés dans des cubes en plastique de 2 cm de coté (8 cm³). Le matériel utilisé pour le quartage a été nettoyé systématiquement entre chaque préparation afin d'éviter toute contamination. Les cubes en plastique utilisés sont diamagnétiques.

3.2.2. Paramètres magnétiques et appareils de mesure

Les mesures des paramètres magnétiques ont été réalisées au laboratoire de magnétisme des roches du BRGM (Laboratoire commun BRGM/Université d'Orléans).

Les mesures de susceptibilité magnétique en champs faible (χ) ont été faites avec un Pont de susceptibilité magnétique rotatif (KLY3-S, Agico Geofysica, République Tchèque). Chaque mesure, obtenue en unité SI, a ensuite été corrigée de son poids et de son volume pour être donnée en unité 10^{-6} m³/kg.

Les mesures de l'aimantation rémanente naturelle (**ARN**) ont été faites avec un rémanomètre rotatif (JR5, Agico Geofysica, République Tchèque). Chaque mesure obtenue en A/m a ensuite été corrigée de son poids et de son volume pour être donnée en unité 10^{-6} Am²/kg.

Les mesures de l'aimantation rémanente isotherme (**ARI**) ont été obtenues par la mesure de l'aimantation acquise par l'échantillon suite à l'application d'un champ à l'aide d'un électro-aimant (IM10-30, ASC Scientific, USA). L'échantillon est aimanté par paliers successifs de champ croissant. A l'issue de chaque application d'un champ, l'aimantation acquise par l'échantillon est mesurée à l'aide du rémanomètre rotatif. Audelà d'un certain champ, l'aimantation ne croit plus, l'échantillon a atteint son aimantation à saturation (parfois appelé ARIS). Cette technique permet d'identifier la présence de minéraux magnétiques de faible et de fort champ coercitif. Ces derniers ne sont généralement pas saturés à 1.5 Tesla qui est le champ maximum que peuvent atteindre les électro-aimants généralement utilisés. Les aimantations à saturation ont été faites après les mesures de l'ARN en procédant à une acquisition de l'ARI sur plusieurs

paliers pour certains échantillons. Les autres échantillons ont subit une aimantation directe à 0.8T.

3.3. PROTOCOLE DE SEPARATION ET D'IDENTIFICATION DES PHASES FERROMAGNETIQUES DES SOLS

L'identification des phases à l'origine de la signature magnétique des sols étudiés a été réalisée grâce à une séparation effective de la fraction ferromagnétique du sol. Cette fraction est ensuite observée à la loupe binoculaire ainsi qu'au microscope électronique à balayage. Les échantillons étudiés sont TB2013, T121, T114, T204, T170, T240, T87, T34, T, Evin Tref.

3.3.1. Protocole de séparation des phases ferromagnétiques des sols

L'étude des phases à l'origine du comportement magnétique des sols a nécessité la mise en place d'un protocole de séparation physique spécifique (Figure 3) :

Après quartage, l'échantillon est mis en suspension dans l'eau afin de détruire les agrégats de particules formés lors du séchage. L'eau et les particules les plus fines sont ensuite séparées et mises à sécher.

A partir du sol nettoyé (dont les fines ont été isolées) puis séché, une séparation magnétique est faite à l'aide d'un barreau aimanté pour isoler la fraction ferromagnétique. Cette fraction est pesée et observée sous loupe binoculaire. La nature et la proportion (approximative) des phases ainsi séparées sont décrites.

Les particules magnétiques les plus fines (d'un diamètre environ inférieur à $30 \mu m$) qui ont été éliminées avec l'eau du lavage, peuvent être étudiées à la base du culot de sédimentation où elles se sont concentrées en raison de leur densité élevée (relativement aux argiles, et autres constituants du sol).



Figure 3 : Protocole de séparation physique des phases magnétiques des sols.

3.3.2. Principe du microscope électronique à balayage et de la microsonde

Sous l'effet d'un faisceau électronique, les éléments constitutifs de l'échantillon émettent des rayons X caractéristiques. Ces rayons X émis sont mesurés ensuite par un détecteur EDS (energy dispersive spectrum) (détecteur du microscope électronique à balayage) ou WDS (wavelength dispersive spectrum) (détecteur de la microsonde électronique).

Le microscope électronique à balayage (MEB) constitue une méthode de visualisation (grandissement supérieur à 500 fois) permettant d'obtenir :

- des images contrastées en fonction de la masse atomique des éléments qui constituent les phases minérales (plus les éléments sont lourds, plus l'image est claire);
- des analyses chimiques qualitatives (détecteur EDS : Energy Dispersive Spectrum) ponctuelles à l'échelle de quelques μm³.

La limite de détection, fonction de l'élément, est d'environ 5 000 mg/kg au sein de la phase analysée. Cette technique permet ainsi d'identifier les métaux lorsqu'ils

constituent un élément majeur des minéraux ou lorsqu'ils sont présents en substitution, coprécipités ou sorbés à ces teneurs significatives.

La microsonde électronique, elle, permet l'analyse quantitative ponctuelle, d'éléments sélectionnés au préalable. La limite de détection est légèrement inférieure à celle du MEB.

Préparation des sols

Les particules qui constituent la fraction ferromagnétique sont indurées dans une résine époxy puis polies. Ce type de section, à la différence d'une observation sur des grains, permet de visualiser la particule dans sa globalité, de la surface au cœur du grain. C'est également la technique préparatoire qui permettra des analyses quantitatives ultérieures à la microsonde électronique.

3.4. DESCRIPTION DES ECHANTILLONS DE POUSSIERES

Afin de mieux cerner l'origine des différentes phases présentes dans le sol, des échantillons récents de poussières issues des unités de traitement de Noyelles Godault et prélevés sur les filtres ont été étudiés (échantillons fournis par Mme Esperanza Perdrix, Ecole des Mines de Douai) :

Atelier 1 :

- échantillon récupéré après grillage du minerai de plomb, nommé Pb1
- échantillon récupéré après le haut-fourneau, nommé Pb2

Atelier 2 :

- échantillon récupéré après grillage du minerai mixte de plomb et zinc, nommé Zn1
- échantillon récupéré après le haut-fourneau du minerai de plomb et zinc, nommé Zn2.

Ces échantillons de poussières ont fait l'objet d'un protocole de séparation des phases magnétiques similaire à celui appliqué aux sols. La fraction magnétique ainsi séparée pour chaque échantillon a été observée sous loupe binoculaire.

4. RESULTATS ET DISCUSSIONS

4.1. LA POLLUTION EN PLOMB, ZINC ET CADMIUM DE LA ZONE D'ETUDE

4.1.1. Existence de deux zones d'influence

Les échantillons étudiés ont été prélevés autour des usines de Metaleurop et d'Union Minière, respectivement sur les communes de Noyelles – Godault et Auby. Ces deux usines implantées depuis le siècle dernier produisent des métaux non ferreux (plomb et zinc pour MetalEurop, essentiellement zinc pour Auby). Pour les interprétations ultérieures, il conviendra de distinguer les zones d'influences respectives de ces deux usines.

Cette distinction est rendue possible par l'étude des corrélations entre les éléments (Pb, Zn) dont le comportement cumulatif dans les sols (Sterckeman *et al.* 2000) permet de distinguer deux tendances nettes (Figure 4). La zone d'influence de Metaleurop est caractérisée par des teneurs élevées en zinc et en plomb, la zone d'Auby montre des teneurs fortes en zinc pour des teneurs n'excédant pas 200 mg/kg pour le plomb.



Figure 4 : Relation entre le plomb et le zinc : deux tendances distinctes

Il est ainsi établit trois catégories d'échantillons :

- influence de l'usine Metaleurop de Noyelles Godault seule (rapport Zn/Pb ≈ 1.5)
- influence de l'usine Union Minière d'Auby seule $(Zn/Pb \approx 4)$

 influence conjointe de « Noyelles – Godault» et de «Auby » (rapport Zn/Pb compris entre les rapports précédents). Pour des échantillons de sols dont les rapports sont proches de ceux de l'une ou l'autre des influences, une influence conjointe à dominante « Noyelles – Godault» ou « Auby » est définit.

La Figure 5 représente l'évolution du rapport Zn/Pb en fonction de la distance par rapport au site de Noyelles – Godault.



Figure 5 : Relation entre le rapport plomb/zinc et la distance par rapport à Noyelles

La séparation empirique faite à partir des origines potentielles des teneurs en plomb ou en zinc (Figure 4) est ici confirmée avec un rapport quasi constant pour tous les échantillons provenant de la source Noyelles-Godault alors que les autres familles ont des rapports Zn/Pb variables et probablement liés à la pollution depuis le site d'Auby. Les échantillons prélevés dans les bois ont aussi été séparés car ils présentent des teneurs en plomb ou en zinc anormales par rapport aux populations clairement liées à

l'une ou l'autre des sources de pollution.

L'attribution des échantillons à ces zones d'influence se traduit géographiquement par (Figure 6) :

- Des zones d'influence en terme de polluants relativement bien circonscrites.
- Une zone de mixité, globalement orientée SW-NE qui correspond à la direction des vents dominants
- Quelques rares points (2) « aberrants ? » qui montrent une mixité alors qu'ils sont très éloignés de l'une ou l'autre source.



Figure 6 : Localisation des échantillons étudiés et attribution d'une zone d'influence à l'un ou l'autre des sites industriels.

Notons que dans la zone d'influence de « Noyelles – Godault» sont inclus des échantillons de sols de bois qui présentent une signature particulière : ils se caractérisent par un rapport Zn/Pb beaucoup plus faible que les autres.

Pour simplifier les interprétations ultérieures, les échantillons de sols qui ont fait l'objet d'analyses chimiques (éléments majeurs et traces) et de séparation des phases ferromagnétiques ont été sélectionnés dans une même zone d'influence, la plus représentée de notre échantillonnage, la catégorie « Noyelles – Godault» (dont certains spécifiques « bois »).

4.1.2. Signature de la pollution en plomb et zinc en fonction de la distance au site industriel de Noyelles – Godault

La carte des teneurs en plomb (Figure 7) montre des valeurs élevées à proximité immédiate du site de Noyelles – Godault ainsi qu'au nord. Les valeurs décroissent en s'éloignant du site. On notera le faible signal à proximité du site d'Auby.



Figure 7 : Représentation spatiale des teneurs en plomb
Les signatures de la pollution en plomb et en zinc en fonction de la distance au site industriel de Noyelles – Godault sont représentées respectivement sur la Figure 8 et la Figure 9.

A l'exception de quelques sols, il est observé un amortissement rapide des teneurs en plomb avec la distance par rapport au site de Noyelles – Godault. La contribution d'Auby (faible) brouille un peu la signature pour les fortes distances.

Pour le zinc également, il est observé un amortissement rapide des teneurs avec la distance. Au-delà de 5 km, l'influence d'Auby est marquée.

Quelques sols présentent des teneurs en plomb (sols T 87, T 240 et T 241), ou en plomb et zinc (sols T 18, T 234, T 237), particulièrement élevés malgré leur distance au site. Il s'agit des échantillons de sols prélevés dans des zones boisées. Ces sols étant localisés dans la direction du vent dominant, le transport à de plus longues distances de particules chargées en plomb et zinc a été envisagé dans un premier temps. La comparaison avec d'autres échantillons situés dans la même direction de vent dominant, plus proches et plus éloignés de Noyelles – Godault permet d'exclure cette contribution comme significative. Ces teneurs élevées en plomb ou en plomb, zinc doivent trouver leur source dans une contribution autre que celle de la pollution atmosphérique de Noyelles – Godault (ou même d'Auby). La localisation de ces sols, systématiquement dans les bois, tend à écarter l'hypothèse d'importation de déchets du site industriel comme amendement. Il est par contre envisageable que ces sols à teneurs élevées en plomb soient « contaminés » par des plombs de chasse ou par des cartouches (contenant à la fois du plomb et du zinc présent dans le laiton).³

Afin d'évaluer grossièrement⁴ jusqu'à quelle distance la signature du plomb de l'usine de Noyelles – Godault est perceptible dans les sols, il a été tenté d'attribuer une courbe de décroissance expliquant les teneurs en plomb en fonction de la distance à Noyelles – Godault.

Pour établir cette courbe, les sols « aberrants » prélevés dans les bois n'ont pas été utilisés, ni les sols au-delà d'une distance de 5,3 km de Noyelles – Godault , distance au-delà de laquelle la contribution d'Auby intervient significativement. Les teneurs en plomb des sols ont également été réduites de 30 mg/kg pour déduire la contribution du fond géochimique.

L'équation de la courbe a été recherchée parmi les équations simples pouvant décrire une décroissance et ayant une « fin » avec la distance (c'est à dire, à une distance donnée, la contribution en plomb est nulle - n'atteint pas un palier-). La loi qui décrit le mieux les données est du type y = a + b/x, c'est à dire que la teneur en plomb est inversement proportionnelle à la distance à l'usine (Figure 10). Selon cette hypothèse de décroissance, la signature du plomb s'amortirait à une distance d'environ 8 kilomètres de l'usine.

 $^{^3}$ sur une base de 3 cartouches au m² (ce qui n'a rien d'exceptionnel dans un secteur où la chasse se déroule depuis plusieurs années), c'est un apport de 105 g de plomb (35 g de plomb par cartouche). Rapporté à la masse de sol des 25 premiers centimètres (profondeur des prélèvements de l'étude), soit 325 kilos (0.25 m³ x 1300 kg/m³ (densité moyenne d'un sol = 1.3)), l'apport de plomb est de + 323 mg/kg ! et ces valeurs ne sont rien par rapport à une zone de ball-trap...

⁴ Dans la mesure où le halo de contamination du plomb n'est pas concentrique (cf. Figure 7).



Figure 8 : Teneur en plomb en fonction de la distance au site de Noyelles - Godault



Figure 9 : Teneur en zinc en fonction de la distance au site de Noyelles – Godault





Figure 10 : Courbe de décroissance des teneurs en plomb en fonction de la distance à l'usine de Noyelles – Godault (en kilomètre)

- Page

ó

4.1.3. Analyses chimiques de certains échantillons

Les échantillons T 121, T 114, T 204, T 170, T 240, T 87, T 34, T, Evin Tref, TB 2013 qui ont fait l'objet de séparation physique des phases magnétiques ont été analysés. A l'exception de T dont la localisation n'est pas connue, ils appartiennent tous à la zone d'influence de Noyelles – Godault. La composition chimique (Tableau 4) de ces échantillons est très variée aussi bien en ce qui concerne les éléments majeurs représentatifs des principales phases constitutives du sol qu'en ce qui concerne les éléments en traces.

Concernant les éléments majeurs, les variations les plus significatives portent sur la teneur en CaO. Cette teneur est essentiellement liée à la présence de $CaCO_3$ si on en juge par le faible bouclage des analyses chimiques des échantillons où sont mesurées les fortes teneurs en CaO.

Deux familles d'éléments en traces sont distinguées en fonction des corrélations inter élémentaires. Ainsi, les éléments :

- Pb, Zn, Cd, Cu, As, Ag, Sb sont corrélés entre eux et ne sont corrélés à aucun élément majeur. Ils constituent un groupe d'éléments qui signe la pollution due au panache de fumées.
- Cr, Co, Ni sont corrélés entre eux, et avec le fer, l'aluminium et le manganèse, mais avec aucun élément du groupe précédent. Ils constituent un groupe d'éléments dont les concentrations n'ont pas été modifiées par le panache de fumées.

Il est à noter que les échantillons Evin Tref et T ont des compositions chimiques très similaires en ce qui concerne les éléments majeurs et les traces Cr, Co, Ni et sont totalement distincts pour les teneurs en éléments traces du premier groupe. Probablement constitués des mêmes phases majeures, leur comparaison pourrait s'avérer instructive.

Elément	SiO2	Al2O3	Fe2O3t	CaO	MgO	K2O	MnO	TiO2	P2O5	PP à 450°C
Unité	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
EVIN-TREF	72.5	6.0	3.1	1.0	< 1.0	1.8	0.06	0.59	0.13	5.9
Т	72.5	6.4	2.9	1.0	< 1.0	1.8	0.09	0.69	0.19	6.7
T-34	82.7	4.2	2.1	< 1.0	< 1.0	1.4	0.03	0.51	0.13	4.0
T-87	60.0	6.5	3.6	4.3	1.3	1.8	0.04	0.57	0.16	13.7
T-121	57.3	9.2	5.7	4.8	1.1	1.8	0.08	0.65	0.24	11.7
T-114	72.9	7.1	3.0	< 1.0	< 1.0	2	0.08	0.71	0.14	7.0
T-170	46.3	5.7	3.3	13.4	< 1.0	1.5	0.07	0.46	0.25	10.7
T-204	78.8	4.0	2.1	1.1	< 1.0	1.4	0.04	0.45	0.12	4.1
T-240	56.1	9.8	4.6	1.7	1.1	1.8	0.09	0.66	0.17	20.3
TB-2013	43.3	6.3	4.0	14.6	< 1.0	1.3	0.06	0.45	0.25	11.1

Eléments	Pb	Zn	Cr	Со	Ni	Cu	As	Ag	Cd	Sb
Unité	mg/kg									
EVIN-TREF	1038	1308	71	11	24	47	45	1.5	18	16
Т	41	75	73	11	24	19	28	0.5	< 2	< 10
T-34	78	109	58	6	15	15	< 20	0.5	< 2	< 10
T-87	1681	1478	72	12	24	50	55	1.7	28	21
T-121	656	1052	85	16	38	44	51	1.1	12	< 10
T-114	156	216	74	11	29	32	30	0.7	2	< 10
T-170	554	667	52	12	34	36	36	0.9	9	< 10
T-204	206	252	55	6	16	21	27	0.7	4	< 10
T-240	707	822	98	15	36	43	38	1.2	11	17
TB-2013	379	591	59	13	28	32	39	0.9	6	11

 Tableau 4 : Composition chimique (éléments majeurs et traces) de quelques échantillons

4.2. LES PHASES A L'ORIGINE DES PROPRIETES FERROMAGNETIQUES DES SOLS ETUDIES

4.2.1. Les fractions ferromagnétiques des sols

Les fractions étudiées ont été triées par l'application aux particules du sol, d'une force magnétique qui est fonction du volume et de la susceptibilité magnétique de chaque particule. Cette force est proportionnelle au produit de l'intensité du champ magnétique et du gradient de ce champ. Ainsi, l'efficacité d'une séparation magnétique dépend de la nature de la particule et du type de séparateur magnétique utilisé. Dans le cas présent, la séparation a été réalisée avec un barreau aimanté qui permet de séparer les fractions ferromagnétiques, donc celles qui contribuent à priori le plus significativement à la susceptibilité du sol.

En raison de l'influence du volume sur la force magnétique appliquée, il est préférable en toute rigueur d'utiliser cette méthode sur des fractions présentant des fuseaux granulométriques resserrés, plutôt que sur un échantillon brut présentant un large spectre granulométrique. Dans la pratique, la faible quantité d'échantillon disponible n'a permis de travailler que sur une fraction unique, de granulométrie supérieure à $20 - 30\mu m$. Il n'a pas été réalisé de séparation sur la fraction de granulométrie inférieure car elle devient généralement peu efficace : il y a prédominance de l'entraînement, lié à la surface des particules, par rapport aux forces magnétiques, liées au volume de celles-ci.

Le pourcentage pondéral de la fraction ferromagnétique (FM) de chaque sol est indiqué dans le tableau suivant. La première colonne représente le pourcentage pondéral de cette fraction sachant qu'elle n'a été séparée que sur la partie grossière de l'échantillon (> 20- 30μ m). La deuxième colonne indique le pourcentage pondéral de la fraction ferromagnétique total du sol en attribuant à la fraction fine du sol la même proportion de phases ferromagnétiques.

	% FM dans sol	% estimé FM total	Pb mg/kg	Susceptibilité (10 ⁻⁶ m ³ /kg)
T 114	0.90	1.18	158.0	1.24
Т 170	0.98	1.36	532.0	0.92
TB 2013	0.84	1.10	370.0	1.17
T 121	1.05	1.79	653.0	0.72
EVIN TREF	0.47	0.54	1050.0	1.17
Т 87	0.90	1.42	1540.0	0.74
T 204	0.22	0.36	231.8	0.51
T 240	0.42	0.75	683.5	0.42
Т 34	0.16	0.22	80.3	0.15
Т	0.28	0.50	31.0	0.22

Tableau 5 : Pourcentage pondéral de la fraction ferromagnétique des sols. Rappeldes teneurs en plomb et valeurs de susceptibilité magnétique.

La Figure 11 permet de visualiser la relation approximative entre la susceptibilité magnétique du sol et le pourcentage pondéral de la fraction de phases magnétiques séparées par l'aimant.



Figure 11 : Relation entre le pourcentage pondéral de sol séparé par l'aimant (fraction FM) et la susceptibilité totale du sol.

Cette relation justifie d'étudier plus avant la nature des phases qui constituent cette fraction ferromagnétique. Cette caractérisation a été réalisée à la loupe binoculaire et parfois complétée par des observations au microscope électronique (le descriptif détaillé des phases observées à la loupe binoculaire et les principales observations MEB sont présentées en Annexe 2). Quelques microanalyses ponctuelles ont également été réalisées à la microsonde.

Nature des phases observées à la loupe

En raison de mécanismes d'entraînement communs, ce sont des phases naturelles (quartz, feldspaths, micas, matière organique), souvent regroupées en agrégats, qui constituent la plus grosse partie des fractions séparées. Mis à part ces phases naturelles, les fractions ferromagnétiques contiennent toutes (y compris l'échantillon T « non pollué »), en proportion variable, des esquilles à éclat métallique, des scories et des sphères vitreuses d'origine anthropique. De la magnétite (naturelle) et de la glauconie ont également parfois été observées.

Observations au microscope électronique à balayage

Echantillon Evin Tref :

La fraction ferromagnétique se caractérise particulièrement par l'abondance de gros fragments (de plusieurs centaines de microns jusqu'au millimètre) de scories constituées de spinelle et de verre (Figure 12 ; images 1 - 2). Elle contient également de nombreuses billes (souvent creuses) de verre plus ou moins démixé (très fins cristaux de spinelle probable). Des oxyhydroxydes de fer sont également présents dans des proportions significatives. Des oxydes de Ti, Fe de type ilménite [(Fe, Mg, Mn)TiO₃] probable ont également été identifiés.

Enfin, quelques particules ont des teneurs en fer, mesurées en pourcentage d'oxyde de fer ferreux, supérieures à 100%. Ces analyses traduisent l'existence de particules de fer métal en cours d'oxydation (Fe[°] \rightarrow FeO).

Les spinelles présentent des habitus (Figure 12) et des compositions variées (quelques exemples dans le Tableau 6). Ils peuvent être présents dans les scories (souvent automorphes), en exsolution dans certaines particules bulleuses de verre (ils ont alors une forme dendritique) ou également constituer en propre des particules de très faible diamètre. Ces spinelles, parfaitement identifiables par leur habitus, peuvent être en partie oxydés (composition chimique qui se rapproche alors de celle de la maghémite (γ Fe₂O₃) : leur formule chimique présentera des lacunes.

Les métaux plomb, zinc et cuivre ont été identifié lors de l'observation de cette fraction :

- Le plomb est fréquemment présent (PbO jusqu'à 6%) associé à des particules d'oxyhydroxydes de fer (présence notable de phosphore également ; rapport Pb/P alors égal à 1 ou 0.5). Il a été également identifié dans des particules de verre où il peut constituer plusieurs pour cents. Il est observé (sous une forme qui reste à déterminer) en encroûtement de particules organiques (jusqu'à 12%), avec également du zinc et du cuivre.
- Le zinc a été identifié majoritairement dans des phases de type spinelle (jusqu'à 20%). Ces spinelles sont probablement oxydés et présentent donc des compositions lacunaires. Il est également présent dans des fragments de verres riches en soufre (jusqu'à 12%) et sur les oxyhydroxydes de fer (jusqu'à 2%).
- Le cuivre a été parfois identifié dans des verres plus ou moins riches en soufre (0.3 à 0.8%) ainsi que sur certaines particules organiques.

Echantillon T :

Cet échantillon ressemble au précédent en ce qui concerne les phases naturelles : des oxyhydroxydes de fer, de la magnétite (très clairement naturelle) et de l'ilménite. Il présente également une signature anthropique faible avec quelques très rares scories (spinelle magnétite et verre) et des fragments de fer oxydés (FeO).

Les métaux plomb et zinc n'ont été identifiés dans aucune de ces phases.

Echantillon T 87 :

Les particules qui constituent cette fraction sont, pour l'essentiel, agglomérées par un «ciment» d'argiles et de matières organiques. Les phases anthropiques, peu nombreuses, sont principalement des billes de verre, de relativement petites tailles (< $30 \mu m$), parfois creuses. Ces verres ne contiennent pas de spinelle. Aucune scorie n'est identifiée et les spinelles s'expriment sous la forme de rares sphérules de magnétite de très petite taille (< $10\mu m$).

Le plomb et le zinc ont été mis en évidence sous des formes « diffuses » dans le « ciment » ou sous forme de micro sulfures (cas du zinc). Ils n'ont pas été identifiés dans les phases anthropiques décrites ci-dessus.

Echantillon TB2013 :

Sa fraction ferromagnétique présente beaucoup de particules riches en fer. Il s'agit pour une part de particules naturelles d'oxyhydroxydes de fer mais pour l'essentiel de scories contenant des phases ferrifères de différents degrés d'oxydation. Ainsi au sein d'une même scorie, le fer a été identifié sous forme de fer métal (FeO = 129%, aspect de fer fondu), de cristaux d'oxyde de fer ferreux (FeO proche de 100%) et de cristaux de magnétite probable (Fe²⁺et Fe³⁺).

Le plomb, le zinc et le cuivre (quelques pour-cent) ont été identifiés exceptionnellement au sein de rares microbilles de sulfures (matte) dans le verre d'une scorie vitreuse.

Echantillon T 121 :

Cette fraction ferromagnétique est caractérisée par la présence de très nombreuses et grosses esquilles majoritairement vitreuses (sans phases cristallisées) et de quelques rares fragments de scories (verre + spinelles). Au sein de ces esquilles, il a pu être observé quelques rares gouttelettes d'un alliage FeSi (2Fe,1Si).

Les métaux plomb, zinc (et à fortiori le cuivre) n'ont pas été mis en évidence.

Echantillon T 204 :

Cette fraction présente quelques scories et esquilles vitreuses (sans phases cristallisées) ainsi que de très nombreuses particules à Ti, Fe d'origine anthropique probable en raison de la diversité du rapport Ti/Fe d'une particule à l'autre.

Les métaux plomb, zinc (et à fortiori le cuivre) n'ont pas été mis en évidence.

	Evin Tref	Evin Tref	Evin Tref	Evin Tref	Evin Tref
	Spinelle 33	Spinelle 4	Spinelle 72	Spinelle 74	Spinelle 28
SiO ₂	0.862	0.31	0.391	0.394	0.257
Al_2O_3	0.833	16.663	50.994	6.307	24.676
TiO ₂	0.07	0.385	0	0.284	1.103
Cr2O3	0.026	0	0.124	0	35.862
Fe ₂ O ₃ *	65.77	55.03	17.59	67.2	4.29
FeO*	30.41	15.44	10.29	10.41	17.5
MnO	0	0.331	0.234	4.271	0.048
MgO	0.196	11.353	17.909	11.059	14.47
Na ₂ O	0	0.032	0.039	0	0.022
K ₂ O	0.046	0.018	0.054	0.011	0.006
CaO	0.003	0.197	0.295	0.571	0.003
ZnO	0	0	0	0	0.124
PbO	0	0	0	0	0
CuO	0.061	0	0	0.078	0.074
Total	98.3	99.9	97.9	100.5	99
Formule struct	urale calculée su	ur la base de 4 o	xygènes		
Si	0.03	0.01	0.01	0.01	0.01
Al	0.04	0.64	1.64	0.25	0.88
Ti	0	0.01	0	0.01	0.03
Cr	0	0	0	0	0.86
Fe ³⁺	1.91	1.34	0.36	1.72	0.22
Fe ²⁺	0.98	0.42	0.23	0.3	0.33
Mn	0	0.01	0.01	0.12	0
Mg	0.01	0.55	0.73	0.56	0.66
Na	0	0	0	0	0
K	0	0	0	0	0
Ca	0	0.01	0.01	0.02	0
Zn	0	0	0	0	0
Pb	0	0	0	0	0
Cu	0	0	0	0	0
Х	1.98	2	2.01	1.99	2
Y	0.99	0.99	0.98	1	0.99

Tableau 6 : Analyses chimiques représentatives de quelques spinelles de scories ou de « billes » magnétiques pour l'échantillon Evin Tref : pourcentages pondéraux d'oxydes et formule structurale en cations. * le rapport entre Fe_2O_3 et FeO a été estimé par itérations successives.



4.2.2. Les fractions ferromagnétiques des poussières

Les résultats détaillés de la fraction ferromagnétique des poussières sont présentés dans l'Annexe 3.

Les poussières prélevées sur les quatre filtres (grillage et haut fourneau pour les 2 ateliers Pb et mixte Pb, Zn) sont d'une granulométrie fine (inférieure à $80 \mu m$) à l'exception des poussières du haut-fourneau à Pb, Zn qui contient quelques rares particules pouvant atteindre le millimètre.

Ces poussières contiennent une fraction pondérale ferromagnétique significative (entre 6 et 30 %). L'observation à la loupe binoculaire de ces fractions ferromagnétiques (présentée en annexe 3) montre la présence majoritaire de grains gris-noir opaques pour les échantillons Pb1, Pb2 et Zn2 et de magnétite (sous forme de spinelle très frais) pour Zn1. Ces grains et lamelles s'avèrent être différents porteurs de métaux, métaux qui sont présents à de fortes teneurs. En s'appuyant sur les travaux de Sobanska (1998), il est possible de dire pour l'échantillon Pb2, que le plomb est identifié, entre autre, sous forme de Pb°, PbS ainsi qu'associé à des porteurs de fer.

Les esquilles métalliques décrites dans les fractions ferromagnétiques des sols ne sont pas identifiées dans les poussières. Réciproquement, il n'a pas été observé de grains gris-noir opaques dans les fractions ferromagnétiques des sols, sans doute en raison de la faible granulométrie de ces grains.

4.2.3. Conclusions sur les phases à l'origine des propriétés magnétiques des sols étudiés

Les principales phases à l'origine des propriétés magnétiques des sols étudiés sont bien majoritairement en relation avec l'activité industrielle du site. Il s'agit essentiellement des spinelles (de compositions chimiques variées, et donc de susceptibilités magnétiques distinctes) mais également de phases métalliques à forte signature magnétique. Ces phases métalliques ont été essentiellement identifiées au sein de grosses scories, plus ou moins cristallisées. Les spinelles, eux, présentent des habitus excessivement variés : inclus dans de grosses scories ou sous forme de petites sphérules « individuelles». Ces différents habitus ont eu certainement une influence sur la capacité de transport atmosphérique.

Il a également été recherché au sein des phases magnétiques identifiées, la présence des métaux polluants associés. C'est par exemple le cas du plomb dans certains verres de scories, du zinc dans les spinelles... La séparation magnétique étant imparfaite, entraînant des phases du sol non magnétiques, l'étude de la fraction ferromagnétique dans sa globalité nous a également renseignés sur l'existence de porteurs de métaux non magnétiques (phase argileuse par exemple...) ou non reliés à l'activité anthropique (cas des oxyhydroxydes de fer naturels).

Ces observations montrent qu'il n'y a pas de relation entre le pourcentage de phases magnétiques dans le sol (à l'origine de sa susceptibilité) et les teneurs en métaux.

4.3. RESULTATS DES ANALYSES MAGNETIQUES

Les résultats sont présentés avec les populations distinguées selon l'influence des différentes sources (Noyelles – Godault , Auby...).

4.3.1. La susceptibilité magnétique en champ faible (χ)

Ce paramètre est essentiellement lié aux quantités de minéraux ayant une réponse magnétique lorsqu'on leur applique un champ magnétique faible.

Les valeurs de susceptibilité magnétique, observées pour la centaine d'échantillons étudiés, oscillent entre 0.141 et $1.228 \ 10^{-6} \ m^3/kg$ avec une moyenne à $0.464 \ 10^{-6} \ m^3/kg$. Les variations d'un échantillon à l'autre sont importantes même si les deux tiers des valeurs sont situées en dessous de la moyenne.

Représentation spatiale de la susceptibilité magnétique

Cette carte (Figure 13) présente des valeurs de susceptibilité élevées principalement localisées à la proximité immédiate du site de Noyelles-Godault et surtout au sud-ouest du site. Les valeurs faibles (bleu) sont, elles, plutôt localisées au nord et à l'est du site et notamment dans l'environnement immédiat du site d'Auby.

A cette vision générale s'ajoutent quelques points apparemment anormaux (non proximaux), mais la différence essentielle avec la carte de représentation des teneurs en plomb (Figure 7) est surtout dans la localisation des valeurs moyennes à élevées : les teneurs en plomb importantes (supérieures à 200 mg/kg) sont à proximité du site de Noyelles et au Nord/Nord-Est du site alors que les valeurs fortes de susceptibilité magnétique sont plutôt au Sud-Ouest du site.



Figure 13 : Représentation géographique de la susceptibilité magnétique

Relation entre la susceptibilité magnétique et les polluants métalliques

Les figures suivantes (Figure 14, Figure 15) montrent les relations entre la susceptibilité magnétique et le plomb d'une part, le zinc d'autre part.



Figure 14 : Relation entre la susceptibilité magnétique et la teneur en plomb des échantillons

Il n'apparaît pas de relation directe entre la susceptibilité magnétique et les teneurs en plomb. On remarquera toutefois que les valeurs obtenues sur la source « Auby » sont à priori corrélées mais sans grand intérêt étant donné les valeurs très faibles des teneurs en plomb. La susceptibilité mesurée sur les sols présentant une contamination provenant de Noyelles- Godault est très variable et ne présente pas de corrélation avec les teneurs en plomb.

Il semble exister une relation entre les teneurs en plomb et la susceptibilité pour les échantillons des forêts (Noyelles-bois) riches en plomb et zinc. Cette relation nécessiterait d'être confirmée sur un plus grand nombre d 'échantillons.



Figure 15 : Relation entre la susceptibilité magnétique et la teneur en zinc des échantillons

Les relations entre la susceptibilité magnétique et les teneurs en zinc sont différentes de celles avec les teneurs en Pb.

Les échantillons ayant subit l'influence de la source « Auby » montrent une légère corrélation entre la susceptibilité magnétique et les teneurs en zinc. Les échantillons ayant subit l'influence de la source « Noyelles – Godault» présentent des susceptibilités sans relation avec le zinc, comme pour le plomb.

Il apparaît donc ici clairement que la susceptibilité magnétique ne présente pas de corrélation directe avec les teneurs en plomb ou en zinc et ne peut donc pas être utilisé comme outil de cartographie précis pour une estimation de la contamination en plomb ou en zinc des sols dans un secteur proche des sources d'émission.

Ces résultats confirment, sur un plus grand nombre d'échantillons, les conclusions de l'étude minéralogique.

Relation entre la susceptibilité magnétique et la source de pollution

L'évolution de la susceptibilité magnétique en fonction de la distance à la source de Noyelles – Godault est présentée sur la Figure 16 et la Figure 17.



Figure 16 : Susceptibilité magnétique de tous les échantillons en fonction de la distance à la source de pollution (Noyelles Godault)

Les susceptibilité les plus élevées sont mesurées à proximité du site de Noyelles-Godault. Avec l'éloignement au site, les valeurs de susceptibilité décroissent. Les échantillons de référence (REF) à priori non pollués et très distants de Noyelles-Godault présentent des valeurs de susceptibilité faible mais qui demeurent dans la gamme d'une bonne part des échantillons de la zone d'influence de Noyelles-Godault.



Figure 17: Susceptibilité magnétique des échantillons de la zone d'étude en fonction de la distance à la source de pollution (Noyelles Godault)

En faisant abstraction de ces échantillons de référence (REF), les variations de la susceptibilité magnétique montrent une tendance à la baisse, assez lâche, en s'éloignant du site de Noyelles-Godault. On remarquera cependant que de nombreuses valeurs sont faibles et semblables à celles obtenues sur les échantillons de référence.

L'influence du site d'Auby apparaît aussi non négligeable avec des valeurs de suseptibilité assez élevées vers 5 km de distance, là où les valeurs des échantillons à tendance « Noyelles » sont déjà plus faibles.

Si l'on compare ces résultats aux variations des teneurs en plomb ou en zinc avec la distance par rapport au site de pollution, ces mesures de la susceptibilité magnétique indiquent qu'il y a effectivement une diminution du signal magnétique en s'éloignant de Noyelles-Godault mais celui-ci diminue plus lentement que celui des teneurs en polluants. Ceci peut indiquer qu'un signal magnétique anthropique résiduel reste mesurable sur des distances assez grandes et donc que les mesures de la susceptibilité magnétique sous réserve d'être suffisamment nombreuses, même si elles ne sont pas directement corrélées aux teneurs en polluants métalliques, pourraient servir à l'élaboration d'une cartographie au premier ordre des impacts de cette pollution.⁵

⁵ On rappellera ici que tous les échantillons ayant fait l'objet de description sous loupe binoculaire ont montré, et ce, quelle que soit leurs teneurs en polluants ou leurs valeurs de susceptibilité magnétique, une présence d'esquilles métalliques ou d'autres éléments d'origine clairement anthropique.

4.3.2. L'aimantation rémanente naturelle (ARN)

L'aimantation rémanente naturelle (ARN) est l'aimantation fossilisée dans un minéral lors de sa formation. Dans le cas des sols, il s'agit du signal « fossile » porté par les minéraux ferromagnétiques présents (magnétite, hématite, goethite,...). Les phases anthropiques, si elles n'ont pas été soumises à un champ magnétique, ne présentent pas d'aimantation rémanente.

Ce signal est donc plutôt représentatif de la nature du sol et des roches sous-jacentes que des impacts anthropiques. Nous n'avons donc comparé le signal de l'ARN que par rapport à son éloignement du site de Noyelles-Godault (Figure 18).



Figure 18 : Aimantation rémanente naturelle (ARN) de tous les échantillons en fonction de la distance à la source de pollution (Noyelles Godault)

On remarque donc une grande disparité dans les valeurs obtenues pour les échantillons de référence alors que celles obtenues sur la zone d'étude varient beaucoup moins. Ce résultat montre donc bien le lien entre la nature du sol et ce paramètre, qui en aucun cas ne peut être représentatif des impacts anthropiques.

4.3.3. L'aimantation rémanente isotherme (ARI)

L'ARI est l'aimantation que peut acquérir et conserver (fossiliser) un échantillon lorsqu'on lui applique un champ magnétique. Ceci permet de différencier les minéraux dits à faible champ coercitif qui saturent avant 0.3 T (e.g. : magnétite, maghémite) de ceux dits à fort champ coercitif qui ne sont pas saturé à 2 T (e.g. : hématite, goethite, pyrrhotite).

Quelques échantillons, dont tous ceux de référence (référence T et REF N°), ont fait l'objet d'acquisition d'aimantation rémanente isotherme (ARI) par palier (Figure 19).



Figure 19 : Courbes d'acquisition de l'aimantation rémanente isotherme (ARI) par palier

Tous ces échantillons présentent une courbe d'acquisition d'aimantation très semblable avec une saturation atteinte avant 0.2 T. Ceci montre que la minéralogie magnétique présente est semblable, à dominante de type « magnétite » et ce, qu'elle soit naturelle ou d'origine anthropique. Les minéraux magnétiques tels que la goethite ou l'hématite qui se seraient caractérisés par une non-saturation à 1.2 T sont soit absents soit avec une contribution trop faible aux signaux analysés.

L'autre observation majeure concerne les valeurs atteintes à saturation. Les échantillons à proximité du site de « Noyelles » présentent les aimantations à saturation les plus fortes, celles à proximité du site « Auby » étant plus faibles. L'essentiel des autres échantillons dont ceux de référence présentent des aimantations à saturation moyennes à faibles.

Seuls des échantillons provenant d'une zone polluée ont des ARI fortes. Par contre, les ARI moyennes à faibles peuvent tout autant correspondre à des échantillons potentiellement pollués ou non pollués (Echantillons REF).

En raison de la saturation atteinte vers 0.2 T, les autres échantillons n'ont fait l'objet d'une mesure d' ARI qu'au seul palier de 0.8 T.

Représentation spatiale de l'ARI

Au choix près des gammes de valeurs et donc de couleurs, les résultats de l'ARI paraissent similaires (Figure 20) à ceux présentés pour la susceptibilité magnétique. Les valeurs les plus élevées sont principalement localisées à la proximité immédiate du site de Noyelles-Godault et surtout au sud-ouest du site. Les valeurs faibles sont, elles, plutôt localisées au nord du site. On notera cependant une différence à proximité du site d'Auby où l'on trouve des valeurs d'ARI fortes alors que les susceptibilités étaient plutôt faibles.



Figure 20 : Représentation spatiale de l'ARI



Relation entre l'ARI et les polluants métalliques

Les figures suivantes (Figure 21 et Figure 22) montrent les relations entre l'aimantation rémanente isotherme (ARI) et les teneurs en plomb et en zinc.

Figure 21 : Relation entre l'aimantation rémanente isotherme (ARI) et les teneurs en plomb

On retrouve ici une configuration semblable à ce qui a pu être observé lors de la comparaison entre la susceptibilité magnétique et la teneur en plomb.



Figure 22: Relation entre l'aimantation rémanente isotherme (ARI) et les teneurs en plomb

Les mêmes conclusions de faible corrélation peuvent être obtenues en comparant les teneurs en zinc et l'ARI.

L'aimantation rémanente isotherme ou « à saturation », comme la susceptibilité magnétique, ne présente donc pas de corrélation directe avec les teneurs en polluants que sont le plomb et le zinc. On remarque cependant que dans les deux cas (Susceptibilité et ARI), et les expériences d'ARI par paliers le confirment, que les échantillons de référence « non pollués » ont des ARI faibles par rapport à celles pouvant être atteintes sur des échantillons « pollués ».

Relation entre l'ARI et la source de pollution

L'évolution de l'aimantation rémanente isotherme (ARI) en fonction de la distance à Noyelles – Godault est présentée sur les figures suivantes (Figure 23 et Figure 24).



Figure 23: Aimantation rémanente isotherme (ARI) de tous les échantillons en fonction de la distance à la source de pollution (Noyelles Godault)

Comme dans le cas de la susceptibilité magnétique, il apparaît ici clairement que les valeurs élevées d'ARI sont concentrées à proximité de la zone polluée. Les échantillons de référence (pas de données Cd, Pb et Zn disponibles) ont en effet, à un échantillon près, des valeurs autour de 2000-3000.10⁻⁶ Am²/kg alors que seuls 35% des échantillons de la zone d'étude (polluée) ont une valeur inférieure à 2500 10⁻⁶ Am²/kg.



Figure 24: Aimantation rémanente isotherme (ARI) des échantillons de la zone d'étude en fonction de la distance à la source de pollution (Noyelles Godault)

4.3.4. Les paramètres magnétiques entre eux

Nous avons pu voir précédemment que l'aimantation rémanente naturelle n'avait aucun lien potentiel avec tout signal magnétique anthropique alors que la susceptibilité magnétique et l'aimantation rémanente isotherme pouvaient en avoir.

Dans ce qui suit nous n'avons donc étudié que les liens possibles entre ces deux derniers paramètres physiques.

Relation entre la susceptibilité magnétique en champ faible (χ) et l'aimantation rémanente isotherme (ARI)

La comparaison entre la susceptibilité magnétique en champ faible et l'aimantation rémanente à saturation (ARI à 0.8 T) permet de différencier plus clairement les minéralogies magnétiques présentes. En effet, si la susceptibilité magnétique apporte plutôt une réponse sur la quantité de minéraux présentant une réponse magnétique, l'aimantation rémanente isotherme aura le même comportement mais avec en plus une possible relation avec la taille des particules présentes.

La comparaison entre la susceptibilité magnétique et l'aimantation obtenue après une saturation à 0.8 T (ARI) montre une assez bonne corrélation (Figure 25).





Cette relation tend à indiquer que les minéraux présents dans ces sols ont un comportement semblable, qu'il soit d'origine naturelle (magnétite) ou anthropique (magnétite, esquilles métalliques,...). Ceci est confirmé par les mesures détaillées de saturations par paliers qui présentent toutes un comportement identique caractéristique de minéraux à faible champ coercitif (comme la magnétite ou les métaux).

Il n'y a donc pas ou peu de contribution de goethite ou d'hématite dans les sols étudiés qu'ils soient pollués ou non pollués.

La susceptibilité magnétique et l'aimantation rémanente isotherme présentent une bonne corrélation entre elles. Il semble apparaître deux tendances légèrement distinctes entre les échantillons liés à « Noyelles » d'une part et ceux liés à « Auby ». Les échantillons de référence (référence T et REF N°) semblant s'aligner sur ceux de la zone d'influence d'Auby.

4.3.5. Le rapport ARI/Susceptibilité

L'intérêt d'utiliser ce rapport réside dans le fait que ces deux paramètres évoluent en fonction de la quantité de minéraux magnétiques présents mais avec une relation dépendant de la taille des particules en plus pour l'ARI (Ceci est d'autant plus vrai que des minéraux du type magnétite sont les porteurs principaux du signal mesuré et qu'ils ont cette caractéristique (Heider et al., 1996)).

Le rapport ARI/Susceptibilité magnétique peut donc être utilisé pour mieux évaluer la taille des particules magnétiques et leur relation avec les teneurs en polluants métalliques ainsi qu'en fonction de l'éloignement par rapport à la source de pollution.

Nous présentons donc ci-après les relations entre le rapport ARI/Susceptibilité et les différentes teneurs en polluants métalliques ainsi qu'avec la distance par rapport au site de pollution.

Représentation spatiale du rapport ARI/Susceptibilité

La représentation spatiale du rapport ARI/Susceptibilité est montrée sur la Figure 26.

Tous les rapports faibles sont concentrés autour du site de Noyelles alors que les rapports forts proviennent d'échantillons plus distants. On notera que ce rapport est faible autour du site d'Auby.

Une comparaison avec la carte des teneurs en plomb (Figure 7) montre de grandes similitudes entre ces deux cartes et donc potentiellement entre le rapport ARI/Sus. et les teneurs en plomb.



Figure 26 : Représentation spatiale du rapport ARI/Susceptibilité

Le rapport ARI/Susceptibilité et les teneurs en plomb et en zinc

La comparaison des distributions spatiales du rapport des deux paramètres magnétiques (ARI/Sus.) et les teneurs en plomb met en évidence de possibles corrélations mais non linéaires (Figure 27).



Figure 27 : Relation entre le rapport (ARI/susceptibilité) et les teneurs en plomb

Pour les échantillons soumis à l'influence d'Auby, lesquels ont des teneurs en plomb faibles, le rapport ARI/Sus. est très variable. Par contre, il semble que pour les autres échantillons, un rapport ARI/Sus. faible caractérise des teneurs élevées et inversement. La limite du rapport ARI/Sus. entre les sols à teneur en plomb non négligeable et ceux à faibles teneurs se situe aux environs de 8000 A/m.

La comparaison entre le rapport ARI/Sus. et les teneurs en zinc (Figure 28) confirme les observations faites avec les teneurs en plomb (Figure 27).



Figure 28: Relation entre le rapport (ARI/susceptibilité) et les teneurs en zinc

Le rapport ARI/Sus. ne se corrèle pas avec les teneurs en zinc des échantillons de sol soumis à l'influence d'Auby alors que, pour les échantillons soumis à l'influence de Noyelles-Godault, le seuil de 8000 A/m semble bien différencier les zones à teneurs non négligeables en zinc de celles à faibles teneurs.



Relation entre le rapport ARI/Susceptibilité et la source de pollution

Figure 29 : Relation entre le rapport ARI/susceptibilité et la distance à la source de pollution

Nous avons pu déterminer précédemment un seuil de 8000 A/m pour différencier les zones affectées ou non par la pollution depuis la source Noyelles-Godault. L'échantillon de référence qui y était présenté, bien qu'ayant des teneurs faibles, possède des particules magnétiques (magnétite et esquilles métalliques,...) qui indique qu'il contient des traces de pollution. La comparaison ci-dessus permet de montrer les valeurs obtenues sur les autres échantillons de référence pour lesquels nous pouvons supposer qu'ils ont des teneurs en polluants faibles à nulles. Il apparaît donc que le seuil de 8000 A/m pourrait être un seuil bas, les échantillons de référence étant au minimum aux environs de 10000 A/m.

Pour la variation avec la distance par rapport au site de Noyelles, le rapport ARI/Sus. décroît très clairement en s'éloignant avec des perturbations au niveau du site d'Auby. Le rapport ARI/Sus. apparaît donc clairement lié à sa proximité avec le site de Noyelles et donc avec des teneurs élevées en polluants métalliques.

Utilisation du signal magnétique des sols

5. CONCLUSION

Cette étude, principalement axée sur l'étude des propriétés magnétiques de sols au sein d'une zone polluée en métaux lourds montre que si les paramètres magnétiques ne se corrèlent pas directement avec les teneurs en polluants métalliques, ils peuvent cependant être utilisés pour la caractérisation et donc la cartographie des impacts d'une pollution industrielle.

Les paramètres magnétiques (Susceptibilité, ARI) décroissent en s'éloignant du site de pollution mais avec des courbes « enveloppes » alors que les teneurs en polluants métalliques décroissent beaucoup rapidement selon une équation simple. Cette décroissance des paramètres magnétiques se corrèle donc probablement mieux avec une influence globale du site de pollution plutôt qu'avec des teneurs qui varient très rapidement lorsque l'on s'éloigne du site tout en gardant un « bruit de fond », en plomb et en zinc, non négligeable.

Le rapport ARI/Sus. augmente en s'éloignant du site pollution indiquant une diminution de la taille des particules magnétiques émises par la source de pollution. Ce rapport paraît être l'outil magnétique le plus précis pour cartographier les impacts liés à la source de Noyelles Godault.

La susceptibilité magnétique, mesurable directement sur le terrain peut donc être utilisée pour cartographier qualitativement les zones affectées par la pollution. Sa mesure sur échantillons de sols en laboratoire, associée à celle de l'ARI peut ensuite permettre de discriminer les impacts entre les deux sources de pollution que sont Noyelles Godault et Auby avec en plus un apport important dans l'utilisation du rapport ARI/Sus.

Il apparaît donc raisonnable de penser que les paramètres magnétiques peuvent être utilisés pour estimer et donc cartographier les impacts d'une pollution sur des distances allant jusqu'à 20 ou 30 km du site de pollution, distances au-delà desquels les signaux magnétiques et les teneurs en polluants seront à priori d'origine naturelle.

Utilisation du signal magnétique des sols

Liste bibliographique

Buatier M., Sobanska S, Elsass F. (2001) - TEM-EDS investigation on Zn- and Pbcontaminated soils - Applied Geochemistry, Vol. 16, N° 9-10, pp. 1165-1177.

Charlesworth S.M. and J.A. Lees, 1997 – The use of mineral magnetic measurements in polluted urban lakes and deposited dusts, Coventry, U.K.. Phys. Chem. Earth, 22, 203-206.

Charlesworth S.M. and J.A. Lees, 2001 – The application of some mineral magnetic measurements and heavy metal analysis for characterising fine sediments in an urban catchment, Coventry, U.K.. J. Applied Geophys., 48, 113-125.

Clozel B. et Legendre (1995) - Caractérisation minéralogique et cristallochimique de vitrifiats. Actes du congrès international sur les procédés de solidification et stabilisation des déchets. Nancy – France. 28 nov.1^{er} dec 1995. pp. 53-57.

Deer W.A., Howie R.A. et Zussman J. "An introduction to the Rock Forming Minerals". 2nd ed. Longman Scientific & Technical.

Gommy C., 1997 – Optimisation d'un schéma de spéciation des métaux Pb, Zn, Cd et Cu : application à des sols pollués du Nord de la France. Thèse de l'Université de technologie de Compiègne, 355 p.

Hay K.L., J.A. Dearing, S.M.J. Baban and P. Loveland, 1997 - A preliminary attempt to identify Atmospherically-derived pollution particles in English topsoils from magnetic susceptibility measurements. Phys. Chem. Erath, 22, 207-210.

Heider F., A. Zitzelsberger and K. Fabian, 1996 - Magnetic susceptibility and remanent coercive force in grown magnetite crystals from 0.1 µm to 6 mm. Phys. Earth Planet. Int., 93, 239-256.

Ildefonse P., Morin G., Calas G., Juillot F., Buatier M, 1998 – Intégration des différentes méthodes d'étude de la spéciation des métaux lourds : exemple des sols d'Evin (Pas de Calais) dans Club Crin Environnement- Spéciation des métaux lourds dans les sols.

King J.W. and J.E.T. Channel, 1991 - Sedimentary magnetism, environnemental magnetism and magnetostratigraphy. Reviews of Geophysics, supplement, 358-370.

Mahé – Le Carlier C. 1997 – Caractérisation pétrographique et chimique d'analogues de déchets vitrifiés actuels : les scories de la métallurgie ancienne. Etude de l'altération naturelle et expérimentale. Thèse INPL Nancy, 337 p.

Manceau A., Boisset M.C., Sarret G., Hazemann J.L., Mench M., Cambier P., Prost R. 1996 – Direct determination of lead speciation in contaminated soils by EXAFS spectroscopy. Environmental Science and Technology, 30, p. 1540-1552.

Morin G. et al. 1999 - XAFS determination of the chemical form of lead in smeltercontaminated soils and mine tailings : Importance of adsorption processes. *American Mineralogist* **84** : 420-434.

Petrovsky E., A. Kapicka, N. Jordanova and L. Boruvka, 2001 – Magnetic properties of alluvial soils contaminated with lead, zinc and cadmium. J. Applied Geophys., 48, 127-136.

Petrovsky E., A. Kapicka, K. Zapletal, E. Sebestova, T. Spanila, M.J. Dekkers and P. Rochette, 1998 –Correlation between magnetic parameters and chemical composition of lake sediments from Northern Bohemia – Preliminary study. Phys. Chem. Earth, 23, 1123-1126.

Sterckeman T, Douay F., Proix N., Fourrier H , 2000 – Vertical distribution of Cd, Pb and Zn in soisl near smelters in the North of France.

Sterckeman T., Douay F., Proix N., Fourrier H. and Perdrix E., 2001. Assessment of the contamination of cultivated soils by eighteen trace elements around smelters in the north of France. Sous presse à Water, Air and Soil Pollution

Gillet G – Séparation magnétique, Techniques de l'ingénieur, traité Généralités – A 5 220

Sobanska S., 1999 – Etude de la spéciation du Plomb et du Zinc dans les poussières industrielles et dans un sol contaminé. Approche par méthodes spectroscopiques. Ph. D. Thesis, Université des Sciences et Technologies de Lille, Villeneuve d'Ascq, France, 152pp.

Strzyszcz Z. and T. Magiera, 1998 – Magnetic susceptibility and heavy metals contamination in soils of southern Poland. Phys. Chem. Earth, 23, 1127-1131.

Thompson R. and F. Olfield, 1986 - Environnemental Magnetism. London, Allen &Unwin, 227pp.

Tolonen K. and F. Olfield, 1986 - The record of magnetic-mineral and heavy metal deposition at Regent Street Bog, Fredricton, New Brunswick, Canada. Phys. Earth Planet. Int., 42, 57-66.

Verosub K.L. and A. P. Roberts, 1995 - Environnemental magnetism : Past, present and future. J. Geophys. Res., 100, B2, 2175-2192.
Annexe 1

Tableau récapitulatif des données concernant les sols étudiés. Paramètres teneurs en Cd, Pb, Zn, coordonnées X, Y, type de sol, susceptibilité magnétique, intensité, ARI

Ref. BRGM	Ref. ISA	coord X	coord Y	dist.km/NG	Dist. km/Auby	Cd (ppm)	Pb (ppm)	Zn (ppm)	Zn/Pb	Occupation	Dominante	Susceptibilité (10-6 m3/kg)	Intensité (10-6 Am2/kg)	ARI (10-6 Am2/kg)	ARI/Sus (A/m)
M65	T100	655,23	1301,08	7,24	1,74	2,974	83,2	349	4,195	Labour	influence Auby	0,285	1,221	2525,38	8852,6
M68	T107	656,21	1300,90	8,21	2,52	1,56	48,4	173	3,574	Labour	influence Auby	0,243	6,354	2322,18	9539,6
M75	T148	655,26	1303,81	6,82	3,95	2,13	62,9	223	3,545	Labour	influence Auby	0,253	1,286	1808,39	7157,4
M89	T200	652,14	1299,51	5,53	1,70	3,48	115	455	3,957	Labour	influence Auby	0,428	2,945	4687,96	10950,0
M56	T21	654,70	1301,78	6,54	1,91	5,155	171	712	4,164	Labour	influence Auby	0,640	2,734	7318,61	11437,8
M98	1273	653,72	1305,54	5,63	5,37	2,37	176,1	702,3	3,988	Labour	influence Auby	1,011	16,695	0500.00	0540.4
NI66	1104 T112	655,65	1301,78	7,44	2,49	3,892	96,7	412	4,261	Prairie	influence Auby	0,300	1,616	2560,96	8540,4
IVI09 M97	T101	656,91	1303,52	8,44	4,59	0,96	56,9 70.2	140	2,548	Prairie	influence Auby	0,501	21,082	040,52	10061,Z
IVIO7 M55	T20	655,20	1303,24	6.06	3,94	2,07	19,3	293	3,095	Prairie	influence Auby	0,103	0,290	949,52 6261 20	12/27 7
MQ2	T228	651 74	1200,90	0,90	2,33	2,04	124.3	612.3	4,005	Prairie	influence Auby	0,304	2,322	2454 94	8//1 2
M91	T215	652 25	1307 77	<u> </u>	7 73	1 78	76.2	135.5	1 778	Labour	influence Novelle	0.351	15 182	2730.00	7773.2
M04	T34	651.95	1306.80	4.74	6.88	1,61	80.3	124	1,544	Labour	influence Novelle	0.151	1.457	1213.13	8012.5
M70	T114	646,18	1302,50	2,36	7,88	2,42	158	241	1,525	Labour	influence Novelle	1,228	6,891	8800,85	7165,7
M71	T116	645,91	1302,05	2,82	8,00	2,1	118	162	1,373	Labour	influence Novelle	0,733	11,729	5002,14	6821,3
M72	T117	646,12	1302,86	2,68	8,03	2,35	153	231	1,510	Labour	influence Noyelle	1,066	4,968	8776,09	8229,8
M18	T119	646,38	1303,13	1,95	7,88	2,92	167	228	1,365	Labour	influence Noyelle	0,624	7,940	5159,86	8268,6
M19	T121	647,66	1303,80	0,66	7,03	13,2	653	1090	1,669	Labour	influence Noyelle	0,715	3,143	5548,78	7760,8
M20	T125	645,40	1304,80	3,06	9,46	1,67	91,2	151	1,656	Labour	influence Noyelle	0,415	3,734	2836,36	6833,8
M22	T129	645,55	1303,75	2,71	8,86	1,95	112	170	1,518	Labour	influence Noyelle	1,093	8,403	7839,25	7174,7
M23	T132	644,85	1303,43	3,39	9,39	1,9	100	154	1,540	Labour	influence Noyelle	0,749	6,101	4902,66	6543,7
M24	T133	645,20	1303,33	3,05	9,03	1,92	106	155	1,462	Labour	influence Noyelle	0,801	8,719	8106,47	10117,4
M73	T134	644,69	1304,49	3,64	9,94	1,24	80,4	130	1,617	Labour	influence Noyelle	0,605	5,029	3858,23	6382,4
M74	T137	644,66	1305,51	4,02	10,44	1,37	78,4	130	1,658	Labour	influence Noyelle	0,387	4,319	3525,39	9102,7
M50	T14	648,07	1307,75	4,05	9,44	2,266	107	169	1,579	Labour	influence Noyelle	0,300	0,978	2261,20	7541,4
M51	115	648,48	1307,97	4,26	9,38	1,91	94,6	158	1,670	Labour	influence Noyelle	0,248	12,820	1937,02	7808,1
M26	1159	644,26	1306,87	5,08	11,52	1	52,6	100	1,901	Labour		0,447	2,646	3780,43	8451,8
IVI52	116 T160	649,08	1308,63	4,96	9,63	1,623	68,7	117	1,703	Labour	influence Noyelle	0,346	9,040	3742,05	10804,5
IVI77 MZO	T164	645,07	1307,10	4,97	10.84	1,75	67.3	113	1,004	Labour	influence Novelle	0,014	4,503	3701,25	0020,0
M80	T165	645,90 646.04	1307,75	4,07	10,64	1,12	72 0	110	1,750	Labour	influence Novelle	0,493	15,220	4790,00	9727,0 7611 1
M81	T166	647 23	1307,37	3.68	9 55	1.8	96.1	149	1,550	Labour	influence Novelle	0,000	4 921	4046 20	9614.7
M53	T17	649 67	1308,20	5 25	9.49	1 493	71	123	1,330	Labour	influence Novelle	0.318	2 098	3171 78	9974.0
M27	T170	647,43	1303.35	0.90	7.05	9.44	532	635	1,194	Labour	influence Novelle	0,900	11,751	5950.26	6611.4
M82	T179	646.93	1304.61	1.65	8.10	2.73	156	233	1,494	Labour	influence Novelle	0.532	4.068	3815.88	7174.7
M83	T181	648,73	1305,90	2,26	7,62	4,1	218	283	1,298	Labour	influence Novelle	0,449	0,778	2906,02	6476,5
M84	T183	649,60	1305,48	2,22	6,74	3,5	176	233	1,324	Labour	influence Noyelle	0,339	7,894	2356,28	6958,8
M30	T183	649,60	1305,48	2,22	6,75	3,5	176	233	1,324	Labour	influence Noyelle	0,391	3,543	2579,56	6591,7
M85	T184	649,10	1305,53	2,01	7,10	3,82	212	267	1,259	Labour	influence Noyelle	0,364	7,227	2852,93	7838,6
M54	T19	649,55	1308,20	4,65	9,04	1,636	77,9	136	1,746	Labour	influence Noyelle	0,208	6,668	1683,75	8112,9
M90	T202	649,00	1308,08	4,42	9,19	1,64	86,6	121,7	1,405	Labour	influence Noyelle	0,188	1,107	2120,20	11258,5
M33	T204	649,91	1305,22	2,22	6,34	4,67	231,8	298	1,286	Labour	influence Noyelle	0,509	4,117	2979,06	5855,9
M35	T222	649,36	1302,36	1,63	4,88	6,6	316,5	433,2	1,369	Labour	influence Noyelle	0,902	8,717	5805,60	6433,4
M97	T263	648,67	1305,55	1,91	7,38	4,81	241,6	316	1,308	Labour	influence Noyelle	0,409	2,496	2435,81	5948,7
M40	T269	647,22	1303,71	1,07	7,41	5,72	303,3	432,2	1,425	Labour	influence Noyelle	0,714	13,034	4509,20	6314,4
M41	1270	647,61	1303,63	0,68	7,03	11,4	574	865,2	1,507	Labour	influence Noyelle	0,828	26,593	6811,06	8230,4
IVI105	1293	648,56	1308,61	4,89	9,84	1,56	86,6	120,5	1,391	Labour	influence Noyelle	0,187	0,124	1600,77	8543,9
IVI106 M107	1294	648,74	1307,99	4,29	9,23	2 2 2 5	90,3 114 o	13/,/	1,525	Labour	influence Noyelle	0,191	0,985	14/3,/2	70260
M109	1290	040,11 647 02	1307,12	0,43 2 07	0,92 9,72	2,00	114,0	109,1	1,473		influence Novelle	0,340	1,072	2140,30 2058 22	7126 5
MOS	T250	047,03 617 20	1300,02	2,57	6.97	2,09	275	100,Z 321	1,404			0,211	2,103	2000,00	7430,3 5627 g
M07	T41	646 08	1202,55	4 70	7 57	1 291	64.6	116	1 796	Labour		0,368	4 229	2310 78	6278.8
M10	T64	647 93	1301.45	2 19	5 94	3,629	183	264	1 443	Labour	influence Novelle	0,602	5 954	3876.92	6443 3
M11	T85	649 93	1303 38	1.62	4.98	6.671	335	445	1.328	Labour	influence Novelle	0.355	2,992	2303.66	6481.7
M14	T89	649.85	1303.71	1.52	5.28	8.747	473	546	1.154	Labour	influence Novelle	0.575	5.678	3554.74	6182.0
M15	T94	647.24	1305.67	2,25	8.48	2.744	150	216	1.440	Labour	influence Novelle	0,315	5,040	2278.59	7242.9
M63	T95	646.94	1305.78	2,49	8,77	2,072	111	163	1,468	Labour	influence Novelle	0,201	5,161	1592.17	7932.3
M64	T96	646.92	1305,40	2,20	8,56	2,405	122	199	1,631	Labour	influence Novelle	0,487	5,603	3613,14	7419,1
M16	T97	646,89	1306,51	3,14	9,31	2,289	126	177	1,405	Labour	influence Novelle	0,343	6,486	2932,09	8556,0
M42	TB2007	647,08	1300,73	3,10	6,60	2,39	119	191	1,605	Labour	influence Novelle	0,558	14,537	3756,10	6735,5
M43	TB2012	647,99	1305,83	2,18	8,03	4,11	207	279	1,348	Labour	influence Novelle	0,299	3,674	1942,71	6500,3
M44	TB2013	647,45	1303,76	0,85	7,23	7,42	370	573	1,549	Labour	influence Noyelle	1,171	52,098	11357,45	9697,5
M45	TM2008	650,29	1303,79	1,96	5,00	5,5	286	367,5	1,285	Labour	influence Noyelle	0,884	10,848	5179,10	5861,4
M47	ET	648,40	1304,38	0,73	6,79	20,1	1050	1390	1,324	Labour	influence Noyelle	1,165	5,120	7022,13	6025,2
M13	T88	649,55	1303,45	1,24	5,35	9,842	515	551	1,070	Labour	influence Noyelle	0,537	5,446	2597,68	4835,2
M61	T92	646,76	1304,97	2,00	8,43	2,195	123	199	1,618	Prairie	influence Noyelle	0,461	5,314	3596,56	7808,5
M62	T93	646,68	1305,18	2,20	8,62	2,181	123	193	1,569	Prairie	influence Noyelle	0,341	2,308	2766,63	8109,5

Ref. BRGM	Ref. ISA	coord X	coord Y	dist.km/NG	Dist. km/Auby	Cd (ppm)	Pb (ppm)	Zn (ppm)	Zn/Pb	Occupation	Dominante	Susceptibilité (10-6 m3/kg)	Intensité (10-6 Am2/kg)	ARI (10-6 Am2/kg)	ARI/Sus (A/m)
M03	T18	649,75	1308,27	4,77	9,00	1,93	256	143	0,559	Bois	influence Noyelle	0,240	1,087	1685,11	7009,6
M36	T234	649,95	1306,33	3,10	7,23	3,07	523	193,1	0,369	Bois	influence Noyelle	0,698	4,814	4456,66	6382,4
M37	T237	649,50	1307,53	4,00	8,48	1,35	224,6	126,1	0,561	Bois	influence Noyelle	0,308	3,006	2396,50	7773,6
M93	T238	649,55	1307,58	4,05	8,49	2,5	524,7	174,6	0,333	Bois	influence Noyelle	1,134	3,821	8136,26	7177,3
M95	T240	650,58	1305,50	2,89	6,22	11,9	683,5	758,3	1,109	Bois	influence Noyelle	0,422	0,595	3256,04	7719,9
M96	T241	650,60	1305,58	2,95	6,27	10,2	499,7	629,2	1,259	Bois	influence Noyelle	0,389	0,390	2765,42	7109,7
M12	T87	649,58	1303,43	1,27	5,31	27,54	1540	1490	0,968	Bois	influence Noyelle	0,731	5,873	4350,45	5952,4
M25	T158	652,83	1307,03	5,54	6,92	2,18	95,3	246	2,581	Labour	mixte dominante Auby	0,238	2,288	2341,71	9834,0
M102	T283	654,55	1305,45	6,38	5,34	2,64	131,7	316,7	2,405	Labour	mixte dominante Auby	0,437	1,722	4272,13	9765,3
M57	T30	652,60	1305,34	4,54	5,31	2,523	91,9	231	2,514	Labour	mixte dominante Auby	0,307	3,643	2199,05	7153,0
M60	T48	648,43	1298,33	5,22	5,51	1,57	66,1	165	2,496	Labour	mixte dominante Auby	0,782	15,179	6038,99	7720,4
M67	T106	655,98	1301,17	7,92	2,39	1,98	78,7	228	2,897	Prairie	mixte dominante Auby	0,362	6,727	4001,89	11058,7
M76	T149	655,15	1303,65	6,71	3,75	3,32	113	337	2,982	Prairie	mixte dominante Auby	0,141	0,765	1266,59	8958,0
M48	T11	647,51	1304,51	1,16	7,58	4,619	247	357	1,445	Labour	mixte dominante Noyelle	0,388	1,556	2596,05	6686,6
M21	T126	645,18	1305,73	3,69	10,13	1,27	75,3	146	1,939	Labour	mixte dominante Noyelle	0,449	11,303	3346,35	7445,5
M49	T13	647,74	1306,78	3,14	8,91	2,547	118	207	1,754	Labour	mixte dominante Noyelle	0,369	3,103	2752,29	7465,3
M28	T172	647,38	1303,78	0,92	7,30	5,49	269	405	1,506	Labour	mixte dominante Noyelle	0,445	3,872	2491,98	5606,2
M86	T185	650,68	1305,70	3,10	6,35	3,14	143	248	1,734	Labour	mixte dominante Noyelle	0,239	12,021	2008,93	8396,4
M34	T221	650,58	1303,25	2,26	4,43	4,16	200,5	305,6	1,524	Labour	mixte dominante Noyelle	0,310	14,029	2117,65	6841,5
M94	T239	650,53	1305,45	2,82	6,21	3,5	148,5	246,3	1,659	Labour	mixte dominante Noyelle	0,267	2,472	1817,68	6811,1
M103	T291	644,93	1307,75	5,21	11,53	1,26	70,3	135,7	1,930	Labour	mixte dominante Noyelle	0,375	8,579	3175,71	8464,2
M104	T292	647,39	1307,45	3,84	9,62	1,9	109,6	188,1	1,716	Labour	mixte dominante Noyelle	0,254	3,124	1830,50	7207,2
M06	T36	649,57	1301,93	2,09	4,55	4,112	241	387	1,606	Labour	mixte dominante Noyelle	0,813	6,270	5532,01	6802,0
M78	T162	645,40	1307,58	4,80	11,09	1,13	61,5	121	1,967	Labour	Mixte	0,386	1,293	2829,99	7323,5
M32	T186	651,29	1304,86	3,17	5,31	3,26	136	265	1,949	Labour	mixte	0,462	2,923	2664,50	5763,3
M88	T192	656,25	1300,25	8,48	2,39	1,63	86,7	201	2,318	Labour	mixte	0,341	4,304	3315,66	9722,6
M99	T276	652,81	1307,70	5,96	7,58	1,69	71,6	167,3	2,337	Labour	Mixte	0,199	1,347	1632,16	8193,4
M100	T277	652,99	1307,32	5,85	7,18	1,79	85	172,8	2,033	Labour	Mixte	0,271	10,140	2288,00	8437,2
M101	T281	653,20	1305,42	5,11	5,30	2,14	81,1	193,4	2,385	Labour	Mixte	0,239	1,996	2120,71	8875,7
M58	T32	651,96	1305,65	4,09	5,77	2,407	98,8	198	2,004	Labour	Mixte	0,254	1,268	2011,89	7930,7
M08	T42	646,32	1298,95	5,00	7,39	1,21	59	118	2,000	Labour	Mixte	0,330	8,582	2265,55	6867,8
M59	T47	647,40	1298,27	5,35	6,49	1,53	74,7	155	2,075	Labour	Mixte	0,895	5,724	5700,00	6367,7
M09	T50	647,73	1299,08	4,52	6,01	1,66	85,2	166	1,948	Labour	mixte	0,538	7,775	4208,33	7818,5
ref 1	ref 1	634,38	1274,50	31,67	31,53					culture	Référence	0,270	2,912	2711,61	10050,4
ref 2	ref 2	687,42	1266,58	52,88	46,63					culture	Référence	0,186	1,086	1867,14	10045,5
ref 3	ref 3	701,00	1278,75	57,16	50,86					forêt	Référence	0,405	76,023	4312,38	10636,7
ref 4	ref 4	672,19	1301,88	23,48	18,15					culture	Référence	0,273	26,945	2673,05	9797,7
ref 5	ref 5	671,09	1301,83	22,38	17,08					culture	Référence	0,184	19,832	1947,15	10595,2
ref 6	ref 6	669.16	1302.01	20,51	15,22					culture	Référence	0,205	14,543	2297,92	11210,1
M46	Т					0,39	31	71	2,290	Labour	Référence	0,224	7,225	1874,20	8371,2

=

Annexe 2

Séparation et description sous la loupe binoculaire des phases ferromagnétiques de 12 échantillons de sols



Rappel : Liste des échantillons

EVIN TREF, T, T 34, T 87, T 114, T 121, T 170, T 204, T 240, TB 2013

Rappel : Protocole de séparation

Tableau des poids

n° échantillon		total	fraction fine	fra	fraction grossière				
n echanti				total	FM	NFM			
	g	69.63	8.47	61.16	0.33	60.83			
EVIN TREF	%	100.00	12.16	87.84					
_	%			100.00	0.54	99.46			
	g	14.12	6.19	7.93	0.04	7.89			
Т	%	100.00	43.84	56.16					
-	%			100.00	0.50	99.50			
	g	19.11	5.63	13.48	0.03	13.45			
T34	%	100.00	29.46	70.54					
_	%			100.00	0.22	99.78			
	g	13.32	4.84	8.48	0.12	8.36			
T87	%	100.00	36.34	63.66					
	%			100.00	1.42	98.58			
	g	16.63	3.94	12.69	0.15	12.54			
T114	%	100.00	23.69	76.31					
	%			100.00	1.18	98.82			
	g	17.14	7.09	10.05	0.18	9.87			
T121	%	100.00	41.37	58.63					
	%			100.00	1.79	98.21			
	g	17.35	4.85	12.50	0.17	12.33			
T170	%	100.00	27.95	72.05					
	%			100.00	1.36	98.64			
	g	17.87	6.81	11.06	0.04	11.02			
T204	%	100.00	38.11	61.89					
	%			100.00	0.36	99.64			
	g	14.25	6.25	8.00	0.06	7.94			
T240	%	100.00	43.86	56.14					
	%			100.00	0.75	99.25			
	g	14.37	3.46	10.91	0.12	10.79			
TB2013	%	100.00	24.08	75.92					
	%			100.00	1.10	98.90			

Description sous loupe binoculaire

Echantillon EVIN TREF

fraction grossière FM

- agrégats gris clair très friables : A* -
- esquilles métalliques oxydées (rouille) : P -
- esquilles métalliques gris noir : F -
- agrégat ocre rouille très friable : F -
- microsphères noires, brillantes, opaques : F -
- scories vitreuses, bulleuses gris bleuté et / ou polychromes : F _
- agrégats noirs mats très friables : F -
- sphères vitreuses opaques, blanc laiteux ou rouilles : T _
- magnétite : T -

fraction fine

- particules brun clair : TA -
- esquilles noires, brillantes ou mates, opaques (métalliques) : F _
- débris végétaux : T _
- cristaux limpides incolores (recristallisation) : T -
- magnétite : en infratraces -

Echantillon T

fraction grossière FM

- agrégats brun clair, très friables : TA (silicates) _
- quartz : A -
- grains rouilles friables : P -
- scories vitreuses bulleuses, polychromes : P _
- magnétite : F
- sphères vitreuses opaques : F -
- microsphères noires brillantes : F _
- esquilles métalliques oxydées : F _
- glauconie : T -
- ilménite : T _

- microparticules ocre clair : TA -
- quartz : A _
- esquilles noires opaques : T -
- esquilles rouilles : T _
- magnétite : T

^{*} par ordre décroissant : TA = Très Abondant, A = Abondant, M = Moyen, P = Présent, F = Faible, R = Rare, T = Traces

Echantillon T34

fraction grossière FM

- quartz : A
- agrégats crèmes très friables : A -
- esquilles métalliques noires : P -
- scories vitreuses, bulleuses polychromes : P -
- microsphères métalliques noires : F -
- sphères vitreuses brunes : F -
- esquilles métalliques oxydées : F -
- scories vitreuses, bulleuses, noires : F -
- verre noir bulleux : F _
- esquilles vitreuses gris bleuté opaques : F -
- glauconie : F -
- magnétite : T

fraction fine

- microparticules beige crème : TA -
- quartz : A _
- particules vitreuses noires opaques : F -
- grains rouilles : T _
- magnétite : en infratraces _

Echantillon T87

fraction grossière FM

- agrégats bruns sombres, très friables : TA -
- esquilles métalliques oxydées : F
- agrégats ocre clair friables : T -
- microsphères noires brillantes : T -
- magnétite : T -
- glauconie : T _
- esquilles noires mates : T -
- sphères vitreuses opaques brunes : T -(pas de scories)

- quartz : A -
- particules brun clair : A -
- esquilles noires opaques : F -
- esquilles brunes à rouilles : F -
- microsphères noires : T -

- mica incolore : T _
- magnétite : en infratraces

Echantillon T114

fraction grossière FM

- agrégats bruns clairs friables à ponctuations noires : A -
- scories vitreuses bulleuses, blanc laiteux ou polychromes : P à M -
- esquilles métalliques oxydées : P _
- esquilles métalliques noires : F _
- microsphères métalliques gris noir : T _
- lamelles ou grains xénomorphes ocre brique, friables : T -
- magnétite : en infratraces _

fraction fine

- microparticules brunes à ocre clair : TA -
- esquilles noires opaques : F _
- débris végétaux : T _
- sphères vitreuses blanc laiteux : T _
- cristaux limpides, incolores (recristallisation en surface) : T _

Echantillon T121

fraction grossière FM

- agrégats bruns friables à ponctuations noires : A -
- esquilles métalliques oxydées : M à A -
- scories vitreuses bulleuses grises à inclusions noires : P _
- scories vitreuses bulleuses, ocre crème : P _
- sphères métalliques grises : T
- sphères vitreuses opaques brunes : T -
- lamelles ocre brique friables : T -

pas de minéraux naturels ferromagnétiques visibles

- particules brunes : TA -
- esquilles noires, vitreuses opaques : F -
- grains anguleux opaques, rouilles : F _
- éclats vitreux incolores (verre ?) : T -
- cristaux incolores, limpides, fragiles : T _
- magnétite : en infratraces _

Echantillon T170

fraction grossière FM

- agrégats gris sombres, très friables à ponctuations noires : A
- scories vitreuses bulleuses, polychromes : P à M
- esquilles métalliques oxydées : P
- esquilles métalliques noires : F
- microsphères noires brillantes opaques : T
- grains ocre brique friables : T

fraction fine

- microparticules brunes : TA
- quartz : A
- esquilles noires opaques : T
- esquilles rouilles : T

Echantillon T204

fraction grossière FM

- agrégats vitreux bruns clairs friables à ponctuations noires ou opaques : A
- quartz : P
- scories vitreuses, bulleuses, polychromes : M
- glauconie : F
- esquilles métalliques oxydées : F
- sphères vitreuses opaques brun clair : F
- agrégats type « scories » gris terne à encroûtement crème clair : F
- esquilles métalliques non oxydées : F
- grains ocre brique friables : T
- microsphères noires brillantes métalliques : T

fraction fine

- particules gris clair : TA
- quartz : P
- esquilles noires opaques : T
- particules rouilles : T

Echantillon T240

fraction grossière FM

- agrégats gris brun, sombres très friables à ponctuations noires : A
- sphères vitreuses bulleuses, gris noir : M
- quartz : F

- esquilles métalliques gris noir : F -
- esquilles métalliques oxydées : T -
- microsphères noires brillantes : T
- agrégats ocre vif très friables : T -
- glauconie : T _
- _ magnétite : T

fraction fine

- microparticules gris sombre : TA -
- esquilles vitreuses grises : A _
- esquilles noires anguleuses, opaques : P _
- magnétite : F _
- microsphères noires : F _
- sphères brunes vitreuses : T _

Echantillon TB2013

fraction grossière FM

- agrégats gris très friables à ponctuations noires : A -
- esquilles métalliques noires ou grises : P à M _
- scories noires vitreuses et bulleuses : P -
- esquilles métalliques oxydées, rouilles : P -
- scories vitreuses bulleuses claires, ocre crème : F -
- débris friables ocres clairs : F -
- _ verre ou scorie bulleuse vitreuse blanc - laiteux : T
- sphères vitreuses opaques (rouilles) : T -

aucune espèce minérale naturelle magnétique reconnaissable

- particules gris clair à brun clair : TA
- débris végétaux : T -
- microsphères noires vitreuses, opaques : T -
- esquilles noires opaques (métalliques) : T -
- particules incolores : T _

Tableau récapitulatif des observations sous binoculaire :

	N TREF	т	F 34	F87	114	121	170	204	240	2013
Espèses présentes					н	-	-	F	н	Ξ
cristaux limpides incolores (recristallisation)					x	x				
alauconie	<u> </u>	x	Y	x	^	^		x	x	
ilménite		x	^	^				^	^	
magnétite	x	x	x	x	x	x			x	
mica incolore	Ê	~	~	x	~	~			~	
quartz		x	x	x			x	x	x	
débris végétaux	x	~	~	~	x		~	~	~	x
agrégat gris - clair ou brun - clair très friable	x	x	x		~					~
agrégat ocre rouille très friable	x	x	x	х					х	х
agrégats bruns clairs/sombres friables à ponctuations noires		~	~	~	х	х	х	х	X	x
agrégats bruns sombres très friables				х	~	~	~	~	~	
agrégats noirs mats très friables	x			~						
agrégats type "scories" gris terne à encroûtement crème clair								х		
éclats vitreux incolores (verre ?)						х				
esquilles métalliques gris - noir ou noires brillantes ou mates	х		х		х		х	х	х	х
esquilles métalliques oxydées (rouille)	х	х	х	х	х	х	х	х	х	х
esquilles noires/grises vitreuses opaques		х	х	х	х	х	х	х	х	х
grains anguleux opaques rouilles						х				
gros grains noirs anthracites, friables										
lamelles ou grains xénomorphes ocre - brique friables					х	х	х	х		
microparticules ocre - clair ou brunes ou grises		х	х		Х		х		Х	
microsphères noires brillantes opaques	х	х	х	Х	Х		х	Х	Х	Х
particules crèmes										
particules gris - clair								Х		Х
particules incolores										Х
particules très fines brun - clair				Х		Х		Х		
scories vitreuses bulleuses gris - bleuté ou polychromes	х	х	х		Х	х	х	Х		
scories vitreuses bulleuses grises à inclusions noires						х				
scories vitreuses bulleuses noires opaques ou non			х						х	х
sphères métalliques grises						х				
sphères vitreuses brunes			х	х					х	
sphères vitreuses opaques, blanc - laiteux ou rouilles	х	х			х	х		х		х
verre noir bulleux			х							
verre ou scorie bulleuse vitreuse blanc - laiteux										х

Observation au microscope électronique de la fraction ferromagnétique

Echantillon Evin Tref



Aperçu général de la section polie.

Les cadres représentent des zones détaillées en pages suivantes.

Les spectres EDS présentés ci-après sont significatifs des analyses qualitatives ponctuelles réalisées en bas et à droite des symboles de numérotation.





NB : Les spectres EDS présentés ci-après sont significatifs des analyses qualitatives ponctuelles réalisées en bas et à droite des symboles de numérotation Spectrum: 907A3 SPINELLE Range:20 keV



86

10 μm	
1	3 2
1 Fe seul	
Spectrum: 907A4 FE.ZN Range:20 keV	
2	Total Counts-78569. Linear Auto-VS-1782 1623 1299 974 649



BRGM/RP-51425-FR

87



 Spectrum: 907A2B
 Range:20 keV

 Cursor= 0.210 keV 32 cnts
 Total Counts=245480. Linear Auto-VS=6701

 1
 6104

 1
 6104

 4803
 652

 2442
 2442

 0 Ka1
 5 Ka1 K Ka1

 0 Ka1
 5 Ka1 K Ka1



88





BRGM/RP-51425-FR

89



90

Echantillon T



Aperçu général de la section polie.



Echantillon T 87



Aperçu général de la section polie.

Les cadres représentent des zones détaillées en pages suivantes.















Echantillon TB2013



Aperçu général de la section polie.

Les cadres représentent des zones détaillées en pages suivantes.





Annexe 3

Séparation et description sous loupe binoculaire des phases ferromagnétiques dans 4 échantillons de poussières



Rappel : liste des échantillons

Atelier 1 :

- Pb1 : Vim lab. Vibrair Pb : poussières issues du grillage du minerai de plomb -
- -Pb2 : Vibrair Nord Pb : poussières issues du haut fourneau

Atelier 2 :

- Zn1 : Intensiv Agglo Zn : poussières issues du grillage du minerai mixte de plomb et zinc
- Zn2 : filtre Vim HF Zn : poussières issues du haut -fourneau -

Rappel : protocole de séparation



Tableau des poids

					qua	artage 3/4	4	
n° échantill	on	pds total	quartage 1/4	total	< 20 µm			
						total	FM	NFM
	g	19.14	4.78	14.36	5.61	8.75	2.73	6.02
Pb1 grillage	%			100.00	39.07		60.93	
	%					100.00	31.20	68.80
Ph2 hout	g	7.96	2.00	5.96	1.04	4.92	0.30	4.62
fourpoou	%			100.00	17.45		82.55	
Tourneau	%					100.00	6.10	93.90
Zn1	g	18.32	4.26	14.06	4.28	9.78	1.71	8.07
ZIII	%			100.00	30.44		69.56	
grillage	%					100.00	17.48	82.52
7n2 haut	g	12.09	3.02	9.07	3.80	5.27	0.54	4.73
fournoou	%			100.00	41.90		58.10	
iourrieau	%					100.00	10.25	89.75

Observation sous binoculaire

Echantillon Pb1

fraction > 20 $\mu m FM$

- grains gris noir mats opaques : A -
- magnétite (microspinelle frais) : M _
- esquilles noire opaques xénomorphes : P -
- esquilles vitreuses noires opaques : F _
- grains rouilles friables : F _
- microsphères noires vitreuses opaques : F -
- grains bruns foncés : T _

fraction de granulométrie homogène comprise entre 20 et 80 µm.

fraction $< 20 \, \mu m$

- poudre brun foncé microgrenue : TA
- particules vitreuses incolores, translucides : M -
- microparticules noires brillantes opaques : P -
- grains rouilles très fins : T _

Echantillon Pb2

fraction > 20 μ *m FM*

- microparticules gris noir opaques : A* -
- esquilles noires vitreuses opaques : F _
- esquilles rouilles : F _
- magnétite : T _
- microsphère noire vitreuse : T _

fraction très fine, comprise entre 20 et 50 $\mu m.$

fraction $< 20 \, \mu m$

- poudre très fine, gris bleuté sombre : TA -
- cristaux noirs très fins, opaques : P _ pas de minéraux identifiables sous binoculaire

Contrôle au microscope électronique à balayage (imagerie + analyse qualitative ponctuelle) de la fraction $> 20 \,\mu$ m, FM. Grand nombre de particules à Pb>> Fe, Zn, Cu. Ces particules présentent une morphologie en lamelles à contours irréguliers ou en plages friables (mobiles sous le faisceau) à Pb et Zn.

^{*} par ordre décroissant : TA = Très Abondant, A = Abondant, M = Moyen, P = Présent, F = Faible, R = Rare, T = Traces

Un certain nombre de grains sont à Pb seul (Pb°) ou PbS (galène probable).

Des lamelles de muscovite (Si, K, Al, O) sont disséminées dans une poudre où les éléments légers sont à Si>> Mg> Pb, Fe ou Si> Mg >> Fe. Des lamelles de 4 à 5 μ m de diamètre présentent une composition à S (+-Pb possible, problème d'interférence)> Fe >> As (spectre EDS suivant)



L'échantillon est riche en matière organique (bruit de fond élevé + carbone).

L'image MEB ci-après, aux électrons rétro diffusés (c'est à dire sensible au numéro atomique des éléments), montre l'abondance du plomb dans l'échantillon (points blancs).



Image aux électrons rétro diffusés (G x 2000)

102

Echantillon Zn1

fraction > 20 $\mu m FM$

- magnétite (forme spinelle très frais) : A -
- grains noirs xénomorphes mats : M _
- esquilles noires : F _
- esquilles brunes : F -
- microsphères noires mates : F -

fraction de granulométrie assez homogène comprise entre 20 et 80 µm.

fraction $< 20 \, \mu m$

- agrégats très finement grenus de particules gris foncé : TA -
- magnétite : T -
- grains rouilles : T -

ensemble trop fin pour une identification sous binoculaire

Echantillon Zn2

fraction > 20 $\mu m FM$

- grains gris noir xénomorphes opaques : A -
- esquilles rouilles : M -
- esquilles noires vitreuses : P _
- microsphères noires opaques : P _
- éclats de sphère vitreuse noire opaque : F -
- magnétite : F _
- esquilles gris clair opaques vitreuses : F -
- sphères vitreuses claires : T -

fraction de granulométrie hétérogène allant de 20 μm à 1 mm

fraction $< 20 \, \mu m$

- microparticules gris clair formant une poudre fine et homogène : TA -
- microparticules noires disséminées : P -
- microparticules rouilles opaques : P _

Pas de minéraux ou particules magnétiques extractibles par aimant dans la fraction < 20 µm de ces échantillons.

