



RÉPUBLIQUE
FRANÇAISE

Liberté
Égalité
Fraternité



Géosciences pour une Terre durable

brgm

Document à accès immédiat

Guide technique sur l'échantillonnage des sols pour la recherche de composés organiques volatils et semi-volatils

Rapport final

BRGM/RP-70901-FR
Octobre 2022

Étude réalisée dans le cadre des opérations de Service public du BRGM

S. Favéreaux

Avec la collaboration de
P. Balon

Vérificateur :

Nom : ROUVREAU Laurent

Fonction : Directeur adjoint - Direction
du Développement

Date : 14/06/2021

Signature :

Approbateur :

Nom : LEMAL Sandrine

Fonction : Responsable Unité Sites Sols
et Sédiments Pollués

Date : 16/07/2021

Signature :

Le système de management de la qualité et de l'environnement
est certifié par AFNOR selon les normes ISO 9001 et ISO 14001.

Contact : qualite@brgm.fr

Votre avis nous intéresse

Dans le cadre de notre démarche qualité et de l'amélioration continue de nos pratiques, nous souhaitons mesurer l'efficacité de réalisation de nos travaux.

Aussi, nous vous remercions de bien vouloir nous donner votre avis sur le présent rapport en complétant le formulaire accessible par cette adresse <https://forms.office.com/r/yMgFcU6Ctq> ou par ce code :



Mots-clés : Échantillonnage, Sol, Polluants Organiques, Composés volatils, Forage, Sols pollués.

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

Favéreaux S. et Balon P. (2022) - Guide technique sur l'échantillonnage des sols pour la recherche de composés organiques volatils et semi-volatils. Rapport BRGM/RP-70901-FR, 144 p., 22 fig., 6 tab., 6 ann.

Préambule

Les normes et les guides méthodologiques donnent des lignes directrices et des recommandations générales sur l'échantillonnage des sols en lien avec la méthodologie nationale en matière de sites et sols pollués. Toutefois, aucun guide méthodologique national sur l'échantillonnage des sols pour la recherche des composés organiques volatils et semi-volatils, n'a été publié depuis le guide MACAOH de 2007 [17], lequel ne traitait que des composés volatils.

Dans ce contexte, un groupe de travail (GT) « échantillonnage » a été constitué à l'automne 2016 pour le compte du Ministère de la Transition Écologique, afin de préciser les exigences techniques en matière d'échantillonnage des sols, d'améliorer les pratiques d'échantillonnage et d'assurer une continuité avec les travaux du Groupe de Travail des laboratoires.

Ce guide présente les différentes étapes d'échantillonnage permettant la recherche de composés organiques volatils et semi-volatils dans les sols, du prélèvement sur le terrain jusqu'à sa prise en charge par le laboratoire d'analyses. Il décrit chaque technique d'échantillonnage et clarifie leur utilisation, leur applicabilité et leurs limites. Il donne des recommandations pratiques sur l'échantillonnage des sols (protocoles, précautions, mises en garde) et propose des outils d'aide à l'échantillonnage (fiches techniques opérationnelles).

L'objectif principal de ce guide technique vise d'une part à aider les acteurs à choisir la technique d'échantillonnage pour les composés volatils et semi-volatils la plus appropriée à leur contexte et aux objectifs de l'étude et d'autre part à améliorer les pratiques d'échantillonnage en contexte de sites et sols pollués, afin d'optimiser la représentativité de l'échantillon et la qualité du résultat en limitant les pertes de composés à analyser.

Les éléments figurant dans ce document sont en cohérence avec la méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués d'avril 2017, la série de normes NF X31-620 sur les prestations de services relatives aux sites pollués (Prestation A200 « Prélèvements, mesures, observations et/ou analyses sur les sols »), ainsi que les normes actuellement en vigueur sur l'échantillonnage des sols (série de normes ISO 18400).

Ce guide intègre les échanges et retours d'expérience discutés au sein du groupe de travail « échantillonnage », les résultats des essais d'inter-comparaison disponibles sur les méthodes d'échantillonnage et les recommandations issues de la littérature (guides, articles scientifiques, ...).

Ce guide n'aborde pas l'élaboration du programme d'investigations, étape nécessaire avant toute campagne de prélèvement sur site en lien avec le contexte de l'étude et des objectifs visés.

Il est destiné principalement aux donneurs d'ordre et aux opérateurs en charge des prélèvements de sols sur le terrain (travaillant en bureau d'études ou en entreprises de dépollution). Il vise également à informer les autres acteurs impliqués dans ces opérations (laboratoires, foreurs, ...).

Avertissement :

Ce guide ne doit pas être utilisé en lieu et place du jugement et de l'expertise des équipes réalisant les opérations d'échantillonnage. Le choix et l'adaptation au contexte local relèvent du savoir-faire et des compétences des opérateurs que le guide a vocation à accompagner et non à se substituer à leur expertise.

Le présent guide a été rédigé par le BRGM, pour le compte du Ministère de la Transition Écologique, en collaboration avec les membres du GT « échantillonnage » :

Ministère (MTE/DGPR/B3S) : Sami KAABOUCHE et Christian VINCQ ;

ADEME : Hélène ROUSSEL et Yves DUCLOS ;

BRGM : Sophie FAVEREAUX et Pauline BALON ;

EDF : Caroline DIONISI et Hubert LEPROND ;

ENVISOL : Stéphane VIRCONDELET ;

Grand Paris Aménagement : Émelie MAHEUT ;

INERIS : Karen PERRONNET ;

TOTAL : Christel VAUTIER ;

UCIE : Florent MOURIOT ;

UPDS : Christel DE LA HOUGUE, Alain ROGER, Jean-Marie CÔME.

Sommaire

1. Méthode de travail	11
1.1. SYNTHÈSE DES TRAVAUX DU GT ÉCHANTILLONNAGE	11
1.2. CHAMP D'APPLICATION DU GUIDE	12
1.3. CONTENU DU GUIDE	13
2. Contextes et enjeux liés à l'échantillonnage des sols	15
2.1. CONTEXTES DE DIAGNOSTIC ET D'ÉCHANTILLONNAGE DES SOLS	15
2.2. OBJECTIFS ET ENJEUX LIÉS À L'ÉCHANTILLONNAGE DES SOLS	16
2.3. LIMITES ET INCERTITUDES	18
3. État de l'art sur les opérations d'échantillonnage des sols	19
3.1. MÉTHODOLOGIE NATIONALE DE GESTION DES SSP, AVRIL 2017	19
3.2. NORMES EN VIGUEUR SUR L'ÉCHANTILLONNAGE DES SOLS ET AUTRES TEXTES DE RÉFÉRENCE	19
3.3. PRATIQUES ACTUELLES D'ÉCHANTILLONNAGE DES SOLS EN FRANCE	22
3.4. NORMES ET RECOMMANDATIONS CONCERNANT L'ÉCHANTILLONNAGE DES SOLS À L'ÉTRANGER	23
3.5. PRATIQUES ACTUELLES DES MESURES SUR SITE DE COMPOSÉS VOLATILS SOUS FORME GAZEUSE	24
3.6. RETOUR D'EXPÉRIENCE SUR DES ESSAIS D'INTER-COMPARAISON	25
3.6.1. Comparaison des techniques de forage	26
3.6.2. Comparaison des méthodes d'échantillonnage	27
3.6.3. Synthèse des résultats des études	30
4. Les étapes préalables à l'échantillonnage des sols	33
4.1. PRÉPARATION DE L'INTERVENTION SUR LE TERRAIN	33
4.1.1. Recueil d'informations	33
4.1.2. Préparation du matériel de terrain	33
4.1.3. Sécurité et protection des travailleurs lors des opérations d'échantillonnage	34
4.2. ACTEURS MOBILISÉS POUR LES OPÉRATIONS D'ÉCHANTILLONNAGE	35
4.2.1. Le chef de projet	35
4.2.2. L'opérateur en charge du prélèvement	36
4.2.3. Le foreur	36
4.2.4. Le laboratoire	36

5. La stratégie d'échantillonnage des sols	39
5.1. PRINCIPES GÉNÉRAUX.....	39
5.2. PROFONDEUR DES ÉCHANTILLONS PRÉLEVÉS	39
5.3. TYPE D'ÉCHANTILLON PRÉLEVÉ	40
5.4. VOLUME DE SOL PRÉLEVÉ	41
6. Facteurs influençant l'échantillonnage des sols	43
6.1. FACTEURS RESPONSABLES DE LA PERTE DE COMPOSÉS.....	43
6.2. ÉTUDES AMÉRICAINES SUR LES PERTES DE COMPOSÉS VOLATILS LORS DES PHASES D'ÉCHANTILLONNAGE.....	44
7. L'échantillonnage des sols	47
7.1. GÉNÉRALITÉS	47
7.2. ACCÈS À L'HORIZON À ÉCHANTILLONNER	50
7.2.1. Critères de choix des techniques de forage	50
7.2.2. Présentation et illustration des techniques de forage.....	51
7.2.3. Applicabilité des techniques de forage.....	58
7.2.4. Préparation de la zone à échantillonner pour chaque technique de forage ...	60
7.3. MÉTHODES D'ÉCHANTILLONNAGE	61
7.3.1. Critères de choix des méthodes.....	61
7.3.2. Présentation et illustration des méthodes d'échantillonnage	61
7.3.3. Applicabilité des méthodes d'échantillonnage.....	70
7.3.4. Protocoles des méthodes d'échantillonnage.....	73
7.3.5. Tutoriel des méthodes d'échantillonnage.....	73
7.4. NETTOYAGE DES OUTILS DE FORAGE ET DE PRÉLÈVEMENT	75
7.5. MESURES SEMI-QUANTITATIVES DES COMPOSÉS VOLATILS SUR SITE	77
7.5.1. Les principaux types d'appareils et d'outils pour la mesure des composés volatils et semi-volatils sur site dans les sols, les gaz du sol et l'air ambiant .	77
7.5.2. Les détecteurs à photo ionisation (PID)	79
7.6. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS DE SOL SUR LE TERRAIN ET AU LABORATOIRE	84
7.6.1. Généralités	84
7.6.2. Rôle et responsabilités des opérateurs et laboratoires	84
7.6.3. Problèmes rencontrés par les laboratoires lors de la préparation des échantillons	86
7.6.4. Choix de la fraction de l'échantillon à analyser par le laboratoire	86
7.6.5. Formalisation des fractions analysées dans les livrables.....	88
8. Stockage et transport des échantillons de sol	91

8.1. RECOMMANDATIONS	91
8.2. CONTRÔLE DE LA TEMPÉRATURE	92
8.3. TRAÇABILITÉ ET ENREGISTREMENT DES ÉCHANTILLONS	93
8.4. CAS PARTICULIER DU TRANSPORT DES FLAcons REMPLIS DE MÉTHANOL	93
9. Recueil des données de terrain	95
9.1. GÉNÉRALITÉS	95
9.2. TYPOLOGIE DES SOLS.....	96
9.3. TEXTURE DU SOL	96
9.4. HUMIDITÉ DU SOL.....	97
9.5. COULEUR DU SOL	97
9.6. INDICES ORGANOLEPTIQUES DE POLLUTION	98
9.7. MESURE DES COMPOSÉS VOLATILS SUR SITE	98
9.8. MATÉRIAUX GROSSIERS OU ÉTRANGERS	98
10. Échanges avec le laboratoire.....	99
10.1. GÉNÉRALITÉS	99
10.2. MÉTHODES D'ANALYSES.....	100
10.3. INCERTITUDES SUR LES RÉSULTATS D'ANALYSES	101
10.4. COHÉRENCE DES RÉSULTATS ANALYTIQUES.....	102
11. Bilan sur les méthodes d'échantillonnage des sols	103
12. Lexique.....	105
13. Bibliographie	107

Liste des figures

Figure 1 :	Synthèse du cadre normatif du processus d'échantillonnage des sols (en vigueur à la date d'édition du présent guide).....	20
Figure 2 :	Pertes de TCE en fonction du temps d'exposition des sols à l'air (figure extraite du rapport Hewitt, 1999).	44
Figure 3 :	Concentrations mesurées en fonction du temps dans un échantillon de sol prélevé avec un flacon et stocké à deux températures différentes (figure extraite du rapport Hewitt, 1999).	45
Figure 4 :	Les différentes étapes et méthodes d'échantillonnage des sols présentées dans le guide (recherche des COV)	48
Figure 5 :	Les différentes étapes et méthodes d'échantillonnage des sols présentées dans le guide (recherche des COSV).....	49
Figure 6 :	Sondage réalisé au carottier sous gaine – Extraction de la carotte (à gauche) et ouverture de la gaine (à droite).....	52
Figure 7 :	Sondage réalisé au carottier à gouges (à gauche) et examen de la gouge (à droite).	53
Figure 8 :	Sondage réalisé à la tarière mécanique (à gauche) et remontée des sols avec la tarière (à droite).....	54
Figure 9 :	Sondage réalisé au carottier Sonique (à gauche) - Ensachage de la carotte (à droite et en bas).	56
Figure 10 :	Type de carotte extraite avec un forage Sonique.	56
Figure 11 :	Échantillonnage réalisé avec une seringue coupée calibrée et un flacon pré-rempli de méthanol.	63
Figure 12 :	Échantillonneurs à usage unique (exemple de dispositifs EnCore ^{MD} et ESS Core N'One ^{MD}).	65
Figure 13 :	Collecte d'un échantillon de sol avec un échantillonneur à usage unique (capsule hermétique en téflon)	66
Figure 14 :	Échantillonnage avec un petit cylindre d'échantillonnage (emporte-pièce en inox rempli et bouché hermétiquement aux extrémités).	67
Figure 15 :	Grand cylindre d'échantillonnage en inox.	68
Figure 16 :	Échantillonnage réalisé avec un flacon en verre brut.	69
Figure 17 :	Photographie du tournage du film sur les méthodes d'échantillonnage des sols (19/10/2018).....	74
Figure 18 :	Illustration d'un dispositif de nettoyage des outils de prélèvement (à gauche) et de forage (à droite).	75
Figure 19 :	Illustration d'un dispositif de traitement des eaux de nettoyage sur charbon actif.	76
Figure 20 :	Protocoles de mesure des composés volatils au PID.....	82
Figure 21 :	Les différentes fractions granulométriques du sol.	85
Figure 22 :	Triangle de texture d'un sol tiré de l'USDA.	97

Liste des tableaux

Tableau 1 : Adéquation entre le contexte de l'étude et la qualité des résultats attendus (matrice sol).	17
Tableau 2 : Synthèse des écarts médians de concentrations en COHV (PCE et TCE), BTEX et hydrocarbures C ₅ -C ₁₀ pour trois méthodes d'échantillonnage (flacon de sol brut, flacon pré-rempli de méthanol et cylindre inox 16 mL), dans différents contextes de terrains pour la technique de foration au carottier sous gaine.....	31
Tableau 3 : Avantages, inconvénients et applicabilité des techniques de forage couramment utilisées pour l'échantillonnage des sols.....	59
Tableau 4 : Avantages, inconvénients et applicabilité des méthodes d'échantillonnage présentées dans ce guide.....	72
Tableau 5 : Fractions granulométriques de sol pertinentes en contextes sites et sols pollués (hors composés volatils).	87
Tableau 6 : Tableau de synthèse des informations disponibles sur les méthodes d'échantillonnage présentées dans ce guide et leur applicabilité selon différents items.....	104

Liste des annexes

Annexe 1 : Étude bibliographique sur les pratiques d'échantillonnage des sols à l'international (mai 2018)	111
Annexe 2 : Fiches techniques des opérations d'échantillonnage des sols	115
Annexe 3 : Exemple de protocole d'utilisation du PID	129
Annexe 4 : Informations à renseigner sur la fiche de prélèvement de sol	135
Annexe 5 : Aide à la description d'un sol sur le terrain	137
Annexe 6 : Check-list à destination des opérateurs et des laboratoires	141

1. Méthode de travail

1.1. SYNTHÈSE DES TRAVAUX DU GT ÉCHANTILLONNAGE

Un Groupe de Travail « échantillonnage », piloté par le BRGM et financé dans le cadre d'un projet d'appui à la politique publique du Ministère de la Transition Écologique, a été initié en 2016. Il réunit des représentants des organisations professionnelles (des bureaux d'études et entreprises de dépollution), un bureau d'études indépendant, des donneurs d'ordre publics et privés, la Direction Générale de la Prévention des Risques (B3S), le BRGM, l'INERIS et l'ADEME.

Le présent guide sur l'échantillonnage de sols a été élaboré à partir des échanges et retours d'expérience discutés au sein du GT « Échantillonnage » dont le programme de travail est rappelé ci-après.

1) Préciser techniquement les exigences des normes

Cette première étape a consisté à faire une synthèse des recommandations issues des normes (notamment la série de norme ISO 18400 sur l'échantillonnage des sols), en apportant au sein du GT des informations complémentaires spécifiques à l'échantillonnage des sols en contexte SSP pour préciser ces exigences. Une synthèse des normes en vigueur est présentée en § 3.2.

2) Faire un état des lieux sur les pratiques d'échantillonnage des sols

Ce travail a consisté à faire un point sur les pratiques actuelles d'échantillonnage, au travers d'une enquête menée en janvier 2017 auprès des professionnels des sites et sols pollués, dont une synthèse de cet état des lieux est présentée au § 3.3.

Cette enquête a été complétée par des recherches documentaires sur les méthodes d'échantillonnage disponibles à l'échelle nationale, européenne ou internationale. Une synthèse des résultats est présentée en § 3.4.

Une seconde enquête, plus récente, a été menée en 2019 auprès des adhérents de l'UPDS avec un questionnaire sur leurs protocoles de mesures des composés volatils au PID (Photo Ionization Detector) sur le terrain. Une synthèse des résultats est présentée au § 3.5.

3) Évaluer les écarts entre les méthodes d'échantillonnage

Afin de compléter les données relatives aux exigences des normes et aux pratiques actuelles, deux essais d'inter-comparaison des techniques d'échantillonnage ont été réalisés en 2013-2015 et en 2018-2019, dans le but d'étudier la variabilité des données et d'évaluer l'influence de l'utilisation de ces techniques et des protocoles mis en œuvre sur les résultats de concentrations en polluants organiques, notamment les volatils. Une synthèse des résultats est présentée au § 3.6.

4) Proposer un guide technique opérationnel sur l'échantillonnage des sols

L'objectif final du groupe de travail est de proposer un guide, en concertation avec tous les acteurs impliqués, pour d'une part aider les professionnels des sites et sols pollués à choisir la technique d'échantillonnage la plus appropriée à leur contexte et aux objectifs de l'étude, et d'autre part améliorer les pratiques d'échantillonnage des sols pour la recherche de composés organiques volatils et semi-volatils en contexte de sites et sols pollués, afin d'optimiser la représentativité de l'échantillon et répondre à un niveau d'incertitude compatible avec les objectifs de l'étude (cf. § 2.2). **Ce guide fait l'objet de ce rapport.**

1.2. CHAMP D'APPLICATION DU GUIDE

Ce guide s'intéresse aux différentes phases d'échantillonnage : depuis l'étape de foration (pour accéder à l'horizon à échantillonner) jusqu'à la collecte de l'échantillon de sol et sa prise en charge par le laboratoire. Il s'inscrit en pleine cohérence avec les référentiels existants, tels que la méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués dans sa version en vigueur et la série de normes NF X31-620 sur les prestations de service en sites et sols pollués.

Ces opérations sont réalisées dans un contexte de sites et sols pollués (ICPE ou non) lors des phases d'identification, de caractérisation et de quantification d'une source de pollution dans les sols (y compris les remblais). Sont exclus de ce guide, l'échantillonnage des boues, des déchets et des sédiments.

Les composés ciblés dans ce guide sont les **composés organiques volatils (COV) et semi-volatils (COSV)**, car ces composés nécessitent davantage de précautions lors de l'échantillonnage des sols (manipulation de l'échantillon sur site, conditionnement, transport jusqu'au laboratoire, préparation de l'échantillon avant analyse).

De ce fait, ce guide n'aborde pas les questionnements liés à l'échantillonnage de sols pour des analyses de composés non volatils (métaux, ...), qui peuvent faire appel à des pratiques spécifiques (quartage, échantillons composites, ...).

Les **COV et COSV** se distinguent en fonction de leur température d'ébullition minimale et maximale (dont les valeurs seuils ne sont pas absolues mais varient selon les référentiels normatifs) ou de leur pression de vapeur à 20 °C (cf. définitions de la littérature au § 12).

Principaux composés organiques volatils rencontrés (liste non exhaustive de COV) :

- composés aromatiques volatils (CAV) : BTEX, chlorobenzène, triméthylbenzène, ... ;
- composés organiques halogénés volatils (COHV) : tétrachloroéthylène, trichloroéthylène, ... ;
- composés organiques volatils non halogénés (solvants polaires) : alcools, aldéhydes, esters, cétones, ... ;
- éthers aliphatiques (MTBE) ;
- hydrocarbures pétroliers volatils (C5-C10) ;
- ...

Principaux composés organiques semi-volatils (liste non exhaustive de COSV) :

- Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP) ;
- Poly-Chloro-Biphényles (PCB) ;
- Poly-Bromo-Diphényl-Ether (PBDE), phtalates, parabènes, pesticides/produits phytosanitaires (insecticides, herbicides, fongicides ...), amines aromatiques, alkylphénols ;
- Hydrocarbures pétroliers semi-volatils (C₁₀-C₁₆) ;
- ...

Remarque sur le naphtalène (famille des HAP) : un point d'ébullition à 218 °C et une pression de vapeur de 7,2 Pa (à 20 °C) le classent dans la catégorie des composés organiques semi-volatils. Par contre, les normes analytiques stipulent que ce composé doit être analysé avec les composés organiques volatils.

Le présent guide n'aborde pas l'élaboration d'un programme d'investigations qui est spécifique à chaque site et au contexte de l'étude.

Ce guide rappelle les principales causes de pertes de composés volatils lors de l'échantillonnage (flaconnage, exposition à l'air, température de l'échantillon, durée d'échantillonnage et de stockage), sur la base de données issues de la littérature. En complément, il fournit des éléments techniques sur les méthodes de forage et d'échantillonnage (avantages, limites, applicabilité).

D'un point de vue plus pratique, il apporte des recommandations techniques pour encadrer les opérations de forage et d'échantillonnage, et prélever un échantillon suffisamment représentatif du milieu en préservant au maximum l'échantillon et en limitant au mieux les pertes de composés volatils lors de l'échantillonnage sur le terrain et du sous-échantillonnage au laboratoire.

Les acteurs ciblés par ce guide sont principalement les donneurs d'ordre et les opérateurs en charge des prélèvements de sols sur le terrain (travaillant en bureau d'études ou en entreprises de dépollution), mais il vise également à informer d'autres acteurs impliqués dans ces opérations (foreurs et laboratoires, ...).

Selon les acteurs, différents types d'informations sont fournis dans ce guide :

- des informations à destination des donneurs d'ordre et des chefs de projet, en précisant les besoins et les résultats attendus pour chaque contexte nécessitant des investigations sur les sols ;
- des informations techniques et opérationnelles à destination des opérateurs réalisant les différentes phases d'échantillonnage.

Les méthodes de caractérisation des terres excavées¹ [21], de détermination de valeurs de fond² [22], de prétraitement d'analyses³ [23] en laboratoire font l'objet de groupes de travail spécifiques et ne rentrent pas dans le champ d'application du présent guide.

1.3. CONTENU DU GUIDE

Ce guide présente les différentes étapes d'échantillonnage permettant le prélèvement d'un échantillon de sol, jusqu'à sa prise en charge par le laboratoire d'analyses, pour la recherche de composés organiques volatils et semi-volatils dans les sols.

Il décrit les techniques d'échantillonnage et clarifie leur utilisation, leur applicabilité et leurs limites selon les contextes de terrains (polluants recherchés, lithologies...).

L'état de l'art, ainsi que les résultats des études disponibles sur la comparaison des techniques d'échantillonnage (y compris des études étrangères disponibles) ont permis d'enrichir ce guide.

¹ <http://ssp-infoterre.brgm.fr/guide-caracterisation-des-terres-excavees-reutilisation-hors-site-en-technique-routiere>

² <http://ssp-infoterre.brgm.fr/guides-determination-valeurs-fonds-sols-echelles-territoire-site>

³ <http://ssp-infoterre.brgm.fr/analyse-sols-en-contexte-ssp>

Ce guide propose des fiches techniques opérationnelles avec une liste de matériel, des protocoles spécifiques à chaque méthode d'échantillonnage et à l'utilisation des appareils de mesures semi-quantitatives sur site, et des outils permettant de recueillir des données sur le terrain, de consigner les prélèvements réalisés et d'échanger avec les laboratoires.

Ce guide prend également en compte le retour des laboratoires qui ont été consultés dans le cadre du GT « laboratoires » sur différents sujets en lien avec l'échantillonnage (flaconnage, préparation de l'échantillon, traceurs, contrôle de température, ...) et l'interprétation des résultats (traçabilité des échantillons, interférences, influence sur les résultats).

Enfin, ce guide est complémentaire au tutoriel mis en ligne en novembre 2019 sur le site ssp-infoterre⁴. Ce film d'animations illustre trois méthodes d'échantillonnage, en rappelant les facteurs de pertes potentiels de composés organiques (notamment les volatils) lors de la réalisation des prélèvements, et en proposant des protocoles pour chaque méthode afin d'améliorer la représentativité de l'échantillon et du résultat.

⁴ <http://ssp-infoterre.brgm.fr/actualites/animation-prelevements-sols-composes-organiques>

2. Contextes et enjeux liés à l'échantillonnage des sols

2.1. CONTEXTES DE DIAGNOSTIC ET D'ÉCHANTILLONNAGE DES SOLS

Dans la méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués d'avril 2017, les programmes d'investigations distinguent, selon les contextes de gestion, plusieurs contextes de réalisation des prélèvements de sols destinés à :

- identifier la présence de polluants ;
- délimiter des sources de pollutions et des pollutions concentrées ;
- quantifier des pollutions et caractériser leur mobilité ;
- vérifier la faisabilité de scénarios de réhabilitation envisagés ;
- dimensionner des installations de traitement ;
- gérer des terres excavées ;
- contrôler et vérifier, en phase travaux, l'atteinte des objectifs de réhabilitation ;
- assurer le suivi d'un site avant et après la mise en place de mesures de gestion.

Selon les contextes de gestion, l'échantillonnage des sols peut donc présenter plusieurs intérêts :

- les sols peuvent constituer des sources de pollution en capacité d'émettre des polluants et d'impacter d'autres milieux (air du sol, air ambiant et/ou eaux souterraines/eaux de surface, ...) ;
- les sols de surface peuvent constituer des milieux d'exposition pour les usagers de la zone étudiée : exposition directe par voie orale (ingestion de sol accidentelle par un enfant) ou par voie respiratoire (inhalation de poussières par un enfant ou un adulte) ;
- les sols de surface peuvent servir de support de culture, et donc de voie de transfert des polluants vers les végétaux : exposition indirecte par ingestion de végétaux autoproduits ;
- les sols peuvent constituer des matériaux (terres à excaver) qu'il convient de gérer selon leur qualité chimique et/ou mécanique, lors de travaux de terrassement.

Selon le contexte de gestion étudié, la stratégie d'échantillonnage de la matrice sol doit être choisie de manière à garantir que la représentativité des échantillons vis-à-vis du volume de sol concerné et les données qui en découleront soient suffisantes en nombre et en qualité pour répondre à l'objectif visé.

La caractérisation des sols doit être également associée et corrélée aux données disponibles sur les autres milieux (eau, gaz), afin de permettre une évaluation globale de la situation au droit du site.

Dans tous les cas, dès lors que la présence de substances volatiles est suspectée, l'analyse des gaz du sol, si l'on s'intéresse à la ZNS⁵ ou des eaux souterraines si l'on s'intéresse à la ZS⁶ doit être privilégiée, par rapport à des investigations sur les sols. En effet, les sources sol, notamment en présence de composés volatils, sont souvent relativement localisées, ce qui rend leur caractérisation délicate sans le recours au contrôle des gaz du sol et/ou des eaux souterraines selon le contexte. Sans ignorer les considérations relatives à l'inadéquation de

⁵ ZNS : Zone Non Saturée

⁶ ZS : Zone Saturée

certaines techniques d'échantillonnage avec la recherche de composés volatils, le retour d'expérience montre qu'il n'est pas rare de trouver des concentrations négligeables dans des échantillons de sol, alors que des analyses de gaz de sol ou d'eaux souterraines mettent en évidence un halo gazeux ou un panache de pollution en nappe. Ces investigations sur d'autres milieux permettent ainsi d'adopter une approche cartographique, permettant de rechercher et localiser indirectement des sources sol.

Les opérations d'échantillonnage sont menées de manière progressive et itérative, et sont plus ou moins poussées selon les enjeux associés au site et à son environnement. Elles vont permettre d'affiner la connaissance de la qualité des sols et la mise à jour du schéma conceptuel du site à mesure de l'acquisition des données sur les différents milieux.

2.2. OBJECTIFS ET ENJEUX LIÉS À L'ÉCHANTILLONNAGE DES SOLS

L'évaluation de la qualité des sols dépend de la qualité des opérations menées lors de chaque étape du processus global d'investigations, à savoir la stratégie d'échantillonnage, la méthode d'échantillonnage, le prétraitement des échantillons, l'analyse et l'interprétation des résultats.

La stratégie d'échantillonnage est définie lors de l'élaboration du programme d'investigations : prestation élémentaire « A130 » de la norme NF X31-620 Partie 2 [1].

La méthode d'échantillonnage retenue est adaptée à chaque situation, en recherchant un équilibre entre les moyens mis en œuvre et la fiabilité des résultats attendue selon les objectifs visés. Elle est définie selon le contexte, les objectifs attendus et les caractéristiques du site (lithologie, concentration, type de polluants, ...), ainsi que des critères techniques et économiques.

La qualité des informations collectées sur le site et des opérations d'échantillonnage est capitale car elle conditionne un grand nombre de décisions potentiellement importantes et coûteuses.

Le tableau suivant apporte des éléments sur la qualité des résultats attendus lors de l'échantillonnage des sols selon le contexte de l'étude.

Contexte d'étude ^{7 8}	Informations recherchées	Résultat attendu / Orientation sur la stratégie d'échantillonnage
Investigations exploratoires		Pré-caractérisation de la pollution.
VERIF, DIAG	Identification/ Recherche de la présence de polluants, Présomption d'une source de pollution.	Techniques de forage et méthodes d'échantillonnage apportant a <i>minima</i> une information globale sur la qualité du sol. (*)
Investigations approfondies (ou investigations détaillées selon le terme normatif)		Caractérisation fine de la pollution et de son extension.
VERIF, DIAG	Délimitation, caractérisation et quantification de la pollution. Estimation du volume de terres polluées.	Techniques de forage et méthodes d'échantillonnage apportant une information plus précise en termes de concentration et de distribution des polluants.
IEM	Caractérisation de la pollution dans les sols (qualité du milieu d'exposition).	
PG	Bilan de masse, carte d'iso-concentration, géostatistique	
EQRS, ARR	Appréciation du risque sanitaire vis-à-vis des récepteurs potentiels (en complément des autres milieux, et en particulier les gaz du sol pour les composés volatils).	
PCT	Faisabilité et conception des travaux de réhabilitation (caractérisation chimique des sols).	
CONT	Contrôle des travaux et vérification de l'atteinte des objectifs de réhabilitation (mesures des concentrations résiduelles dans les sols).	

(*) il est rappelé que même (voire surtout) dans des contextes d'investigations exploratoires, la qualité du prélèvement reste indispensable pour conclure à la présence ou l'absence de composés organiques (notamment pour les volatils).

Tableau 1 : Adéquation entre le contexte de l'étude et la qualité des résultats attendus (matrice sol).

Note : Afin de ne pas fausser l'interprétation ultérieure de résultats et/ou d'éviter que ces résultats ne puissent être (ré)utilisés à des fins différentes des objectifs initiaux, il convient d'assurer la traçabilité de la qualification des résultats d'analyse (information globale ou détaillée du niveau de pollution) au sein même de l'affichage d'un tableau de résultats.

⁷ Terminologie employée dans la norme ISO 18400-104

⁸ Terminologie employée dans la norme NF X31 620

2.3. LIMITES ET INCERTITUDES

Lors des opérations d'échantillonnage, des problèmes de représentativité peuvent être identifiés à deux niveaux :

- représentativité de **l'échantillon prélevé** par rapport au volume et à la **géométrie du milieu** ou de la zone étudié(e) ;
- représentativité de **l'échantillon analysé** par rapport à **l'échantillon prélevé** qui a pu subir des interférences liées aux différentes manipulations intermédiaires.

Les variables qui affectent la représentativité des échantillons sont de cinq ordres :

- propriétés pétro-physiques et hétérogénéité du milieu souterrain (nature des sols, perméabilité, porosité, teneur en eau, ...) ;
- comportement des polluants (propriétés, variabilité dans le temps et l'espace) ;
- mode de foration (pour accéder à la zone à échantillonner) ;
- échantillonnage (manipulation, conditionnement) ;
- analyse (préparation physique, extraction, analyses).

Les travaux conduits dans le cadre de ce guide se sont intéressés à la variable liée aux opérations d'échantillonnage en présentant :

- les techniques de forage permettant de préserver la structure du sol et de limiter l'exposition des sols à l'air ;
- les méthodes d'échantillonnage appropriées à la recherche de composés organiques volatils et semi-volatils dans les sols (utilisation, applicabilité, limites) ;
- les protocoles d'échantillonnage permettant d'optimiser la représentativité de l'échantillon et la qualité du résultat en limitant les pertes de composés.

La prise en compte des sources d'erreur susceptibles de conduire à minorer ou majorer les résultats analytiques est indispensable dans l'exploitation des résultats. Elle doit permettre une discussion sur le choix des méthodes d'échantillonnage et leur influence sur les résultats (majoration ou minoration, risques de faux positifs ou faux négatifs). Le contexte de l'étude et les objectifs visés doivent également être pris en compte (diagnostic préalable, évaluation des risques sanitaires, bilan massique, ...).

L'incidence de ces sources d'erreur sur les aspects techniques et économiques doit également être précisée et s'accompagner de propositions visant à les réduire (par exemple, au travers de l'acquisition de nouvelles données de terrain).

Dans la partie 2 de la norme NF X31-620-2 [1], lors de la phase d'interprétation des résultats (prestation A270⁹), il est demandé une présentation des limites et incertitudes découlant des investigations réalisées et une discussion de leurs influences sur les résultats.

⁹ Prestation « interprétation des résultats des investigations » codifiée A270 dans la norme NF X31-620 (décembre 2018)

3. État de l'art sur les opérations d'échantillonnage des sols

3.1. MÉTHODOLOGIE NATIONALE DE GESTION DES SSP, AVRIL 2017

La qualité des opérations d'échantillonnage et leur influence sur les résultats analytiques sont des notions présentées dans la méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués d'avril 2017 [16].

Le texte suivant, extrait de l'introduction à la méthodologie nationale, souligne l'importance du choix des méthodes d'échantillonnage dans l'acquisition des données en contexte SSP :

« Il existe des variabilités inhérentes à la chaîne d'acquisition des données : depuis l'échantillonnage (quelles que soient les matrices et les substances), jusqu'à l'analyse en laboratoire ; des variabilités temporelles liées à la période de la mesure (hiver/été ; hautes et basses eaux) et des variabilités spatiales associées à la localisation de la mesure (représentativité du milieu, de la source).

Ces incertitudes doivent être fournies et explicitées par les opérateurs (bureaux d'études, laboratoires, entreprises de travaux, etc.). Leurs conséquences sur les aspects techniques et financiers sont également à préciser et à accompagner de propositions visant à les réduire (par exemple, par l'acquisition de données de terrain complémentaires, d'approfondissement d'enquête de terrain, etc.). »

Ainsi, toute valeur mesurée doit être considérée comme relative et non pas comme une valeur absolue dans la stratégie de gestion d'une pollution sur un site.

3.2. NORMES EN VIGUEUR SUR L'ÉCHANTILLONNAGE DES SOLS ET AUTRES TEXTES DE RÉFÉRENCE

Dans la partie 1 de la norme NF X31 620 [1], il est exigé qu'un prestataire en sites et sols pollués, mette à disposition du personnel compétent et disposant des formations adaptées, ainsi que des matériels et équipements conformes aux procédures. Les méthodes analytiques normalisées à utiliser pour les sols en contexte SSP sont également définies en Annexe C de cette norme.



Les exigences concernant les prélèvements, mesures, observations et/ou analyses sur un milieu sont consignées dans la norme NF X31-620 [1] Partie 2 « domaine des prestations d'études, d'assistance et de contrôle ». L'échantillonnage des sols fait partie de la prestation élémentaire A200 « Prélèvements, mesures, observations et/ou analyses sur les sols ».

Pour les méthodes d'échantillonnage des sols, la partie 2 de la norme NF X 31-620 fait référence à la série de normes « ISO 18400 - Qualité du sol - échantillonnage » : [2] [3] [5], qui sera complétée par la norme ISO 18400-301¹⁰, concernant spécifiquement l'échantillonnage des composés volatils dans les sols (parution à venir).

La Figure 1 replace les différentes étapes d'échantillonnage des sols (abordées dans ce guide) dans leur cadre normatif.

¹⁰ ISO 18400-301- Soil quality — Sampling — Part 301: Sampling and on site semi-quantitative determinations of volatile organic compounds in field investigations

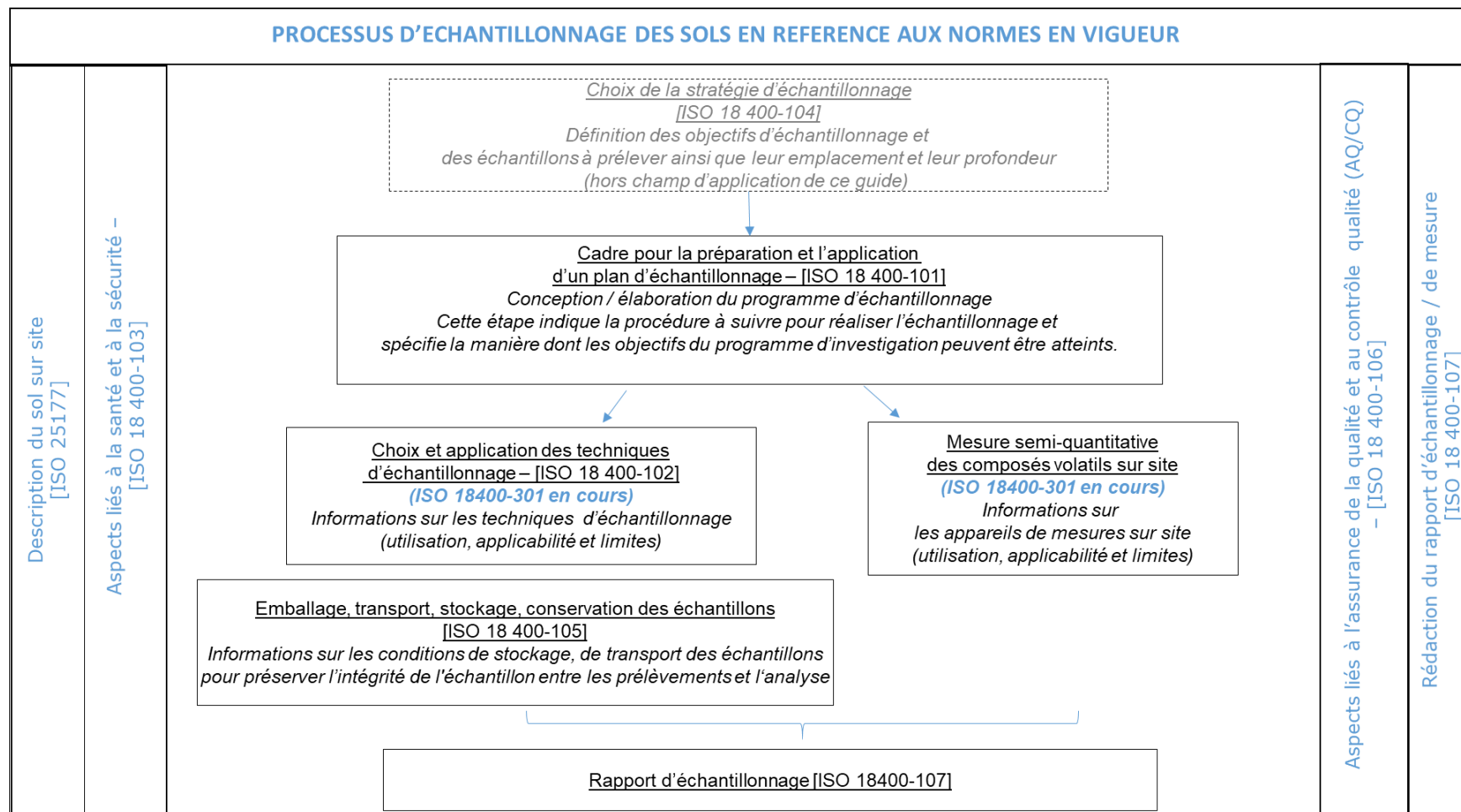


Figure 1 : Synthèse du cadre normatif du processus d'échantillonnage des sols (en vigueur à la date d'édition du présent guide).

L'avis ministériel [NOR : TREP2027860V / JORF n°0315 / Texte n° 134] en date du 22 février 2022 définit les méthodes normalisées, notamment en ce qui concerne l'échantillonnage des sols, réputées satisfaire aux exigences réglementaires relatives à la surveillance des milieux dans le domaine des installations classées pour la protection de l'environnement.

Cet avis liste notamment deux normes de référence pour l'échantillonnage des sols :

- NF ISO 18400-102 [3]: Choix et application des techniques d'échantillonnage ;
- NF ISO 18400-105 [6]: Emballage, transport, stockage et conservation des échantillons.

Il précise que : « *Pour la recherche des composés volatils, les normes NF ISO 18400-102 et 105 donnent des lignes directrices sur l'échantillonnage des sols pour limiter les pertes de composés. Elles recommandent notamment de préserver la structure du sol (échantillon non remanié), d'éviter l'exposition à l'air et de stabiliser les COV (par exemple en conservant l'échantillon de sol dans le méthanol). Ces deux normes renvoient également à norme ISO 22155 qui recommande l'échantillonnage par la méthode de flacons pré remplis de méthanol ou par la méthode du tube de carottage afin d'éviter les pertes par volatilisation* ».

Pour information, cet avis est actualisé annuellement avec une mise à jour de la liste des normes et éventuellement une modification de certaines références (par exemple sur les méthodes d'échantillonnage). Comme indiqué dans cet avis, les normes citées ne sont pas d'application obligatoire, mais réputées satisfaire aux exigences de la réglementation ICPE.

À noter qu'une grande partie des études réalisées en SSP ne sont pas concernées par la réglementation ICPE. Dans ces contextes non réglementaires, ce sont les recommandations de la série de normes NF ISO 18400 qui s'appliquent en terme d'échantillonnage des sols.



À sa sortie, la future norme ISO 18400-301 fournira des recommandations spécifiques relatives au prélèvement d'échantillons de sol pour l'analyse des composés organiques volatils (COV) et aux mesures semi-quantitatives des COV qui ne sont pas explicitement couverts dans la série de normes existantes ISO 18400.

Pour la préparation des échantillons de sol et les analyses chimiques en laboratoire, ce sont les recommandations du « Groupe de Travail sur les Laboratoires » [23] ou GT « Laboratoires » qui doivent être suivies.



Le rapport des **travaux du GT « Laboratoires »** sur la **matrice sol** est accessible via le lien : <http://ssp-infoterre.brgm.fr/analyse-sols-en-contexte-ssp>.

Un guide sur les analyses chimiques en SSP est également disponible via le lien : http://ssp-infoterre.brgm.fr/sites/default/files/upload/documents/guide-ssp-analyses-chimiques_2022_vf.pdf

Pour les composés volatils, et selon la norme NF EN 16179, l'échantillon de sol ne peut être soumis à aucun prétraitement (quartage, tamisage, broyage).

L'avis ministériel du 22 février 2022 (spécifique au contexte des ICPE) précise que : « *les analyses de sols sont réalisées par un laboratoire accrédité dans le domaine des essais dans la matrice sol. La méthode d'analyse appliquée garantit la limite de quantification précisée pour chaque substance. Cette limite est fixée dans le tableau 8 du présent avis.* »

À noter que les méthodes de préparations et d'analyses sur les sols décrites dans ce rapport ont été intégrées dans la partie 1 de la norme NF X31 620 – Annexe C : « Normes analytiques de référence et performances minimales exigées pour la gestion des sites et sols pollués ». Par contre, ce document ne prend pas en compte les avancées obtenues sur les méthodes d'analyses depuis la rédaction de cette annexe en 2017 (contrairement à l'avis ministériel).

3.3. PRATIQUES ACTUELLES D'ÉCHANTILLONNAGE DES SOLS EN FRANCE

Sur la base de l'enquête menée dans le cadre du GT échantillonnage en 2017, un point sur les pratiques actuelles de forage et d'échantillonnage a été fait auprès des acteurs de la profession dans le cadre du GT échantillonnage.

Ces retours ont permis de constater :

- la variabilité des critères de choix des techniques de forage : en général, les techniques « classiques » (rapides et moins coûteuses) sont privilégiées lors des premiers diagnostics (approche exploratoire), ou parfois imposées par les donneurs d'ordre ;
- les difficultés rencontrées sur le terrain pour assurer la conformité aux normes en vigueur : cela concerne notamment l'impossibilité d'utiliser certaines techniques du fait des contraintes liées au site (nature des sols, présence d'infrastructures et/ou de réseaux enterrés, présence de remblais, ...), ainsi que le respect des exigences liées à la température de stockage et de transport des échantillons ;
- le retrait quasi systématique des fractions grossières lors de la préparation des échantillons de sols, et l'absence de traçabilité sur la proportion de matériaux écartés (information pourtant indispensable pour un bilan massique) ;
- une connaissance partielle des appareils de mesures sur site et de leurs limites : cela concerne notamment les appareils types PID (types de lampe à utiliser, calibrage des appareils, composés ciblés / non détectables, interférences, ...) ;
- des échanges insuffisants entre le commanditaire des analyses et les laboratoires (nature de la pollution, niveaux de concentrations attendus dans les échantillons, choix de la fraction à analyser, discussion des résultats, ...).

Concernant la recherche de COV dans les sols, et sur la base des résultats de cette enquête, le constat qui peut être fait sur l'application des méthodes d'échantillonnage est le suivant :

Utilisation du flacon en verre brut :

En France, sur la base des résultats de l'enquête de 2017, le conditionnement de l'échantillon de sol dans un flacon en verre brut était la méthode d'échantillonnage la plus couramment utilisée lors des campagnes d'investigations sur les sols (facilité de mise en œuvre, quantité de sol prélevé plus importante, possibilité d'analyser en laboratoire une large gamme de composés), mais avec un risque de perte par volatilisation et de sous-estimation des concentrations en COV selon les contextes de terrain (cf. § 3.6).

Utilisation du kit méthanol :

- cette méthode est utilisée par certains acteurs de façon régulière, avec de bons retours sur l'applicabilité de la méthode. Ce type de protocole est généralement utilisé dans des dossiers spécifiques où une problématique en COHV et CAV connue se conjugue avec des objectifs bien précis, comme par exemple la quantification de la masse de COV ou la recherche de source de faible extension mais susceptible de relarguer. Selon les constats rapportés par les acteurs utilisant cette méthode, elle donne des résultats plus représentatifs que les méthodes classiques ;

- d'autres acteurs n'utilisent que ponctuellement le kit méthanol, dans des contextes caractérisés par un enjeu important lié à la présence de composés volatils dans les sols, ou à la demande du maître d'ouvrage / donneur d'ordre. Pour ces derniers acteurs, cette méthode est assez peu utilisée du fait de l'emploi d'un solvant classé substance inflammable et toxique et d'un protocole jugé contraignant sur le terrain (formation préalable, manipulations, cadence). Elle est aussi parfois considérée comme disproportionnée par rapport à l'utilisation faite des résultats (selon les objectifs de l'étude) ;
- il est également précisé par un acteur, que pour les composés volatils, la méthode méthanol, utilisée sur le chantier n'est pas comparable avec les méthodes d'analyses utilisées pour établir les critères d'acceptation en filières auxquelles se réfèrent les exploitants de ces installations.

Dans une autre enquête menée dans le cadre du GT « Laboratoires »¹¹ (juillet 2019), un laboratoire a souligné certaines difficultés pratiques pour la mise en œuvre du kit méthanol (notamment pour prévenir l'évaporation du méthanol en cas de fortes chaleurs lors de l'échantillonnage sur site).



(cf. §3.6).

Certains retours d'expériences menés dans le cadre de diagnostics SSP sur des doublons kit méthanol / flacon en verre indiquent des pertes pouvant être beaucoup plus importantes pour la méthode flacon en verre vis-à-vis de celles mises en évidence dans des études de terrain réalisées en conditions contrôlées

Utilisation du cylindre d'échantillonnage en inox :

Il s'agit d'une méthode non utilisée et actuellement peu connue des opérateurs en France. Selon l'enquête menée dans le cadre du GT « Laboratoires » (juillet 2019), les laboratoires français ne reçoivent pas ce type d'échantillonneur. On peut noter également que des problèmes de logistique peuvent freiner son utilisation (nettoyage, transport).

3.4. NORMES ET RECOMMANDATIONS CONCERNANT L'ÉCHANTILLONNAGE DES SOLS À L'ÉTRANGER

Une revue des méthodes d'échantillonnage utilisées à l'étranger pour la recherche de composés organiques (notamment les volatils) a été réalisée en mai 2018 dans le cadre du GT « échantillonnage ».



Le tableau proposé en Annexe 1 de ce guide présente les résultats de cet état des lieux sur les pratiques actuelles d'échantillonnage à l'étranger (recherche bibliographique du BRGM - mai 2018).

Il ressort de cette recherche les informations suivantes :

Aux Pays-Bas, l'utilisation d'un grand cylindre d'échantillonnage en inox (226 mL) est recommandée pour la recherche des COV, selon la norme NEN 5743-1995 [47]. Il existe également une version petit cylindre inox (16 mL) qui présente l'avantage de refroidir plus vite dans la glacière (en cas de fortes chaleurs). Il est également moins lourd, moins coûteux et génère moins de déchets.

¹¹ « Groupe de Travail sur les Laboratoires »

En Belgique et selon le code bonnes pratiques de Bruxelles Environnement¹² [31], la méthode d'échantillonnage à l'aide d'un carottier (cylindre d'échantillonnage dénommé « steekbus ») est obligatoire dès lors qu'un forage est réalisé dans une zone à risque avec des composés volatils ou que les observations organoleptiques, ou tests de terrain, indiquent la présence de composés volatils (selon Code de bonnes pratiques n°3 (§ 3.1.4 « Échantillonnage pour analyse des composés volatils »).

Dans la politique environnementale Suisse, l'OFEV¹³ émet les recommandations suivantes pour l'échantillonnage des sols [32] et [33] :

- utiliser un récipient en verre à verrouillage étanche (Flacons Headspace) ;
- remplir les récipients jusqu'à ras bord pour minimiser l'espace d'air ambiant ;
- les échantillons de matière solide peuvent aussi être fixés, par exemple avec du méthanol, pour limiter les pertes par dégazage.

Aux États-Unis ([34] [35]) et au Québec ([44] [45] [46]), l'échantillonnage est réalisé selon la méthodologie de l'US EPA (SW-846 Test Method 5035A : Closed-System Purge-and-Trap and Extraction for Volatile Organics in Soil and Waste Samples). Deux méthodes sont préconisées : 1) prélèvement de l'échantillon de sol à l'aide d'un échantillonneur de type seringue et sa conservation dans le méthanol sur le terrain, 2) prélèvement à l'aide d'un échantillonneur hermétique.

Au Québec, le remplissage d'un pot de verre à pleine capacité n'est accepté que lorsque les deux méthodes précitées ne peuvent être utilisées. Dans ce cas, une note doit être inscrite sur le certificat analytique assortie d'une justification du choix de cette méthode présentée dans les rapports décrivant les travaux.

Note : Sur le principe, les deux méthodes américaines sont équivalentes au kit méthanol (utilisé en France) et au cylindre d'échantillonnage en inox (utilisé notamment en Hollande).

Ces méthodes d'échantillonnage sont présentées plus en détail au § 7.3.

3.5. PRATIQUES ACTUELLES DES MESURES SUR SITE DE COMPOSÉS VOLATILS SOUS FORME GAZEUSE

La mesure des composés volatils sur site est généralement réalisée avec un appareil de mesures type PID (également recommandé dans la norme NFX 31-620 [1] partie1).

Dans le cadre du GT Échantillonnage, un questionnaire a été diffusé à la profession¹⁴ pour connaître les pratiques actuelles concernant l'utilisation du PID et la mesure des composés volatils sur site. 16 entreprises ont répondu au questionnaire, aussi bien des entreprises de travaux que des bureaux d'études. Les tendances principales sont présentées dans le présent paragraphe.

Si la présence de composés volatils est suspectée dans les sols, des mesures sur site sont systématiquement effectuées par l'opérateur. La majorité des entreprises a mis en place un protocole pour les mesures sur site (12 entreprises), mais celui-ci n'est pas toujours utilisé par les opérateurs (seulement 9 entreprises sur 12). Les protocoles ont été établis à partir du retour d'expérience interne des entreprises et de la bibliographie.

¹² Administration qui s'occupe de l'environnement et de l'énergie pour la Région de Bruxelles-Capitale.

¹³ Office fédéral de l'environnement

¹⁴ Enquête menée auprès de l'UPDS en juillet 2019

Les retours de la profession montrent la diversité des protocoles appliqués, qui sont adaptés en fonction de la situation : contraintes de terrain (température élevée par ex), mode de forage utilisé, lithologie, etc. Les mesures peuvent être réalisées aussi bien dans un sac, que le long de l'outil de forage, voire même dans le trou du forage, sur demande ou besoin spécifique (ex : besoin d'associer à chaque lithologie une valeur au PID pour le tri des terres dans le cadre d'un suivi de travaux d'excavation). Le nombre de mesures sur le mètre linéaire n'est, en général, pas fixé et dépend souvent des observations organoleptiques et de la lithologie. Pour certaines entreprises, le nombre de mesures est fixé entre 1 et 4 par mètre linéaire.

Le questionnaire a également été orienté pour comprendre le protocole appliqué en fonction des trois techniques de forage utilisées dans le cadre de l'essai collaboratif du BRGM [19].

Pour le carottier sous gaine, la majorité des entreprises procède à des mesures sur le profil linéaire (8 entreprises). Les autres réalisent des mesures en sac, ou les deux. En premier lieu, les entreprises ouvrent la gaine, puis réalisent la mesure au PID et finissent par l'échantillonnage des sols (pour 12 entreprises).

Pour le carottier à gouges, la grande majorité des entreprises procède d'abord à la mesure PID, puis à l'échantillonnage des sols. Les mesures PID sont réalisées sur le profil (7 entreprises), en sac (7 entreprises) ou selon les situations (2 entreprises).

Pour la tarière, les mesures au PID sont effectuées majoritairement en sac (10 entreprises). L'ordre choisi pour les mesures au PID et l'échantillonnage des sols est hétérogène selon les entreprises : pour 7 entreprises, la mesure au PID est réalisée en premier, puis l'échantillonnage. Pour 5 entreprises, l'échantillonnage est d'abord effectué, suivi de la mesure au PID.

En ce qui concerne les mesures en sac, la majorité des entreprises utilise des sacs alimentaires (11 entreprises sur 15). Quelques-unes font la mesure dans le bocal ouvert de l'échantillon préparé, une entreprise prélève le sol dans un bocal en doublon pour la mesure. Le volume dans le sac sol/air est assez variable : « 1/3 sol, 2/3 d'air » pour 8 entreprises, « 1/2 sol, 1/2 air » pour 5 entreprises. Le malaxage est réalisé de façon systématique pour 10 entreprises, et en fonction du type de sol pour 4 autres.

La valeur PID relevée et notée sur la coupe de sondage est généralement la valeur maximale obtenue (pour 12 entreprises), les autres entreprises relevant la valeur stabilisée ou la moyenne et le maximum d'une série de mesures.

Le temps d'attente avant de relever la mesure est très hétérogène, avec des pas de temps qui peuvent aller de la mesure immédiate jusqu'à 10 min. Pour la plupart des entreprises, cette durée n'excède pas 30 secondes, d'autres attendant la stabilisation de la mesure.

3.6. RETOUR D'EXPÉRIENCE SUR DES ESSAIS D'INTER-COMPARAISON



Les résultats des essais d'inter-comparaison des méthodes d'échantillonnage, présentés dans ce chapitre, sont spécifiques à ces essais et aux contextes des terrains étudiés. Les écarts de concentration entre les techniques d'échantillonnage ne doivent pas être appliqués comme facteur correctif dans une autre étude.

3.6.1. Comparaison des techniques de forage

Étude BURGEAP réalisée pour le compte de l'ADEME en 2013-2015 [18] :

Contexte : cette étude spécifique (impliquant les laboratoires d'analyse AGROLAB, ALCONTROL, CARSO, EUROFINS, WESSLING, ainsi que des représentants de l'UPDS et de l'UCIE au sein d'un comité de suivi) a été réalisée pour comparer des protocoles de prélèvement des sols pour l'analyse des COV. Par « protocole de prélèvement des sols pour l'analyse des COV », il est entendu une méthode consistant en une succession d'étapes allant de la foration d'un sondage sur site à la fourniture du bordereau d'analyse du laboratoire en passant par le choix, le prélèvement, le conditionnement des échantillons sur site ainsi que la préparation des échantillons puis l'analyse des COV par le laboratoire.

Compte-tenu du site de démonstration retenu, différents critères ont été étudiés : la lithologie (limons en zone non saturée et sables en zone saturée), les polluants (principaux COHV du site : PCE, TCE, cis-DCE, CV, HCA, 1,1,1-TCA, CCl₄) et les gammes de concentrations (sondages en zone 1 : 1 à 100 mg/kg MS, sondages en zone 2 : 100 à 10 000 mg/kg MS).

Concernant, les techniques de forage, 2 méthodes ont été mises en œuvre, sur des séquences de limons puis de sables de 0 à 7 m de profondeur, à la fois dans la zone non saturée et dans la zone saturée :

- sondage à la tarière hélicoïdale (méthode destructive) ;
- sondage au carottier (double enveloppe ou Dual Tube) sous gaine (méthode conservative de la carotte de sol).

Les résultats de cette étude mettent en évidence que :

- la foration à la tarière a permis de réaliser des sondages plus rapidement que le carottage sous gaine, notamment dans des terrains cohésifs (sables fins, limons, argiles, ...), tout en générant moins de déchets (absence de gaine et bouchons). *A contrario*, cette technique a généré des contaminations croisées ;
- le sondage au carotté sous gaine a permis de prélever des échantillons, non ou peu perturbés dans des sols non cohésifs, en présence d'une nappe ou non, mais également d'avoir une meilleure description de la lithologie, de faciliter les mesures au PID et d'éviter l'exposition à l'air des échantillons de sols.

Dans le cadre de cette étude, le brassage induit par la tarière entre les sols limoneux (très pollués) et les sols sableux sous-jacents (moins pollués) a conduit à une apparente surestimation des concentrations en principaux COV des échantillons obtenus à la tarière (d'un facteur 5 à 8 en moyenne) par rapport à ceux prélevés en sondage carotté sous gaine réalisés dans les sols sableux [en zone saturée].

Essai d'inter-comparaison piloté par le BRGM en 2018-2019 [19] :

Contexte : cette étude a été pilotée par le BRGM dans le cadre d'un projet d'appui à la politique publique du Ministère de la Transition Écologique (MTE), et du GT Échantillonnage – « Amélioration des conditions d'échantillonnage en sites et sols pollués ». Cet essai d'inter-comparaison a été réalisé en 2018 sur un ancien site industriel, au droit de deux zones présentant une pollution par des hydrocarbures (fioul dégradé) et des solvants chlorés plus ou moins dégradés :

- la zone A, dont la pollution est caractérisée par la présence de COHV, BTEX, et de fractions d'hydrocarbures en C₅-C₄₀. Les COHV sont principalement composés de PCE (94 %), et dans une moindre mesure de TCE. Les fractions d'hydrocarbures volatils en C₅-C₁₀ correspondent principalement à des fractions aliphatiques (78 %) et aromatiques (26 %) pour la fraction C₈-C₁₀. Les hydrocarbures en C₁₀-C₄₀ sont principalement des fractions aliphatiques non volatils en C₂₁-C₄₀ ;
- la zone B, dont la pollution est de même nature que la zone A (solvants chlorés et hydrocarbures), mais avec une répartition différente des COHV (proportion plus importante de produits de dégradation des COHV) : 54 % de tétrachloroéthylène (PCE) ; 26 % de DCE (cis-dichloroéthylène) et 14 % de TCE (trichloroéthylène).

Les résultats de cette étude sont les suivants :

- pour les composés volatils, les écarts de concentration sur les médianes entre les trois techniques (en relatif par rapport au carottier sous gaine qui présentent les valeurs les plus élevées) sont de l'ordre de -25 % pour les COHV et -35 % pour les BTEX pour le carottier à gouges, et entre -30 à -55 % de sous-estimation pour la tarière ;
- pour les composés semi-volatils et non volatils (hydrocarbures), les écarts de concentration entre les trois techniques de forage sont faibles, avec une sous-estimation de l'ordre de -10 % sur les médianes pour le carottier sous gaine et le carottier à gouges, comparé à la tarière qui présente les valeurs les plus élevées.

Sur la base de ces résultats, on peut faire les constats suivants :

- pour des besoins spécifiques, et en fonction de l'objectif de l'étude (investigations approfondies), les techniques de forage non destructives (carottiers), et surtout celle limitant l'exposition des sols à l'air (carottier sous gaine), sont à privilégier car elles permettent une caractérisation plus fine de la pollution (notamment en présence de composés volatils) ;
- dans certains contextes et selon le type d'investigations (approche exploratoire), la tarière mécanique peut être utilisée pour identifier la présence d'une pollution organique. Elle permet d'avoir une information globale sur la qualité du sol (concentration moyenne sur l'horizon échantillonné). Par contre, cette technique n'est pas recommandée pour rechercher des composés volatils.

3.6.2. Comparaison des méthodes d'échantillonnage

Essai BURGEAP réalisé pour le compte de l'ADEME en 2013-2015 [18] :

[Cf. présentation du contexte de cette étude dans le § 3.6.1].

Concernant les techniques de prélèvement, trois méthodes d'échantillonnage et de conditionnement des sols ont été étudiées :

- méthode « M1 Pot Brut » = échantillonnage de sol à l'aide d'une pelle inox, conditionnement de l'échantillon dans un pot brut (sans ciel gazeux, prise d'essai : 60 à 120mL) ;

- méthode « M3 Soil Corer » (cylindre d'échantillonnage) = échantillonnage de sol à l'aide de l'emporte-pièce et de la cartouche inox fournis dans le kit et bouchée aux deux extrémités (prise d'essai : 16mL) ;
- méthode « M4 Kit Méthanol » = échantillonnage de sol à l'aide d'une seringue en PE coupée en son extrémité, avec introduction de l'échantillon (prise d'essai : 10 à 12mL) dans le flacon contenant le méthanol.

Les résultats de cette étude (sur les échantillons prélevés à l'aide des sondages carottés sous gaine) mettent en évidence :

Une sous-estimation moyenne par les méthodes « M1 - pot brut » et « M3 – corer ou cylindre d'échantillonnage » vis-à-vis de la méthode « M4 - Kit méthanol », et ce quelle que soit la gamme de concentration et le composé : respectivement de -30 à -50 % et -30 à -70 % pour les prélèvements réalisés dans les limons [présents en zone non saturée], et respectivement de -70 à plus de -90 % et à plus de -90 % dans les sables [présents en zone saturée]. Ces écarts étaient vraisemblablement dus aux diverses manipulations des échantillons de sols contenant les COV sur site et au laboratoire, qui ont favorisé la déstructuration des matrices et l'exposition à l'air des sols pour les méthodes M1 et M3.

Essai d'inter-comparaison piloté par le BRGM en 2018-2019 [19] :

[Cf. présentation du contexte de cette étude dans le § 3.6.1].

Cet essai a permis de comparer quatre méthodes d'échantillonnage sur deux zones différentes en termes de lithologie (sols prélevés en zone non saturée) et de gammes de concentrations :

- la première zone d'investigation (zone A) correspond à des marnes (avec présence d'éléments grossiers) avec des solvants chlorés (900 mg/kg-MS) et des hydrocarbures volatils (80 mg/kg-MS) ;
- la seconde zone d'investigation (zone B) correspond à un limon sableux (sol cohésif) avec des solvants chlorés (20 mg/kg-MS) et des hydrocarbures volatils (3 mg/kg-MS).

Les méthodes d'échantillonnage testées dans le cadre de cet essai sont issues de pratiques françaises (flacon brut, flacon pré-rempli de méthanol), et étrangères (petit cylindre d'échantillonnage en inox 16 mL). Un plus grand cylindre d'échantillonnage en inox (100 mL) a été également utilisé lors de cet essai, bien qu'il n'ait pas été conçu spécifiquement pour la recherche de composés volatils.

- *Le grand cylindre (100 ml), testé dans le cadre de cet essai, ne correspond pas au grand cylindre (226 ml) présenté au § 7.3 de ce guide. En effet, le cylindre 100 ml ne possède pas de bouchons hermétiques contrairement au cylindre 226 ml qui lui est hermétique et conçu pour la recherche des COV dans les sols.*

L'objectif de cet essai était de comparer différentes méthodes d'échantillonnage des sols en zone non saturée. Pour y parvenir, les sols ont été prélevés dans les mêmes conditions, en limitant au maximum l'hétérogénéité du milieu (programme établi sur la base d'un diagnostic préalable, distance minimale entre les sondages, réduction de la surface d'échantillonnage, ...).

a) Comparaison des méthodes d'échantillonnage (composés volatils)

Cet essai a donné lieu à l'exploitation et l'interprétation de deux types de données :

- une analyse des résultats tous tronçons confondus (carotte de sol de 1 m avec une lithologie supposée homogène) ;
- une analyse plus fine des résultats par tronçon (carotte de sol découpée en tronçons de 25 cm).

La première analyse est intéressante car elle intègre l'ensemble des données (toutes techniques et méthodes confondues).

Dans le cadre de cet essai, des effets pépites de pollution (outliers ou valeurs atypiques ou valeurs s'écartant fortement de la moyenne ou de la médiane) ont été observées pour différentes méthodes testées, ce qui implique de bien qualifier la méthode pour exploiter le jeu de données (médiane vs moyenne).

- *Ces résultats ne sont pas présentés dans ce guide. Pour plus de détail, nous invitons le lecteur à consulter le rapport d'inter-comparaison.*

La seconde analyse (exploitation des données par tronçon) permet (statistiquement) de s'affranchir au maximum des effets d'hétérogénéité et de la répartition du polluant dans le sol. Les résultats de cette analyse sont présentés dans les paragraphes suivants.

À l'échelle d'un tronçon de 25 cm découpé sur la carotte de sol et échantillonné :

Le flacon pré-rempli de méthanol fournit globalement les concentrations les plus élevées en COHV (PCE et TCE) dans les deux zones de l'essai.

Le petit cylindre (inox ; 16 mL) donne des résultats proches du kit méthanol en zone B avec une sous-estimation médiane de -20 % sur les concentrations pour l'ensemble des composés volatils recherchés. Les résultats **en zone A** sont plus variables avec une **sous-estimation médiane de -10 % pour le PCE et comprise entre -40 et -70 % pour le TCE et les BTEX**. Ces écarts peuvent être liés aux difficultés d'échantillonnage imputables à la nature du sol (difficultés pour collecter le sol en une seule prise, ou pour remplir complètement le cylindre en présence d'éléments grossiers).

Le flacon brut donne des résultats proches du kit méthanol en zone A avec une sous-estimation médiane de -20 % sur les concentrations pour tous les composés volatils, excepté pour le **TCE** pour lequel on observe une **sous-estimation de -40 %**. En **zone B**, cette **sous-estimation médiane est de l'ordre de -30 %** pour tous les composés volatils.

Le grand cylindre (inox ; 100 mL), testé dans le cadre de l'essai, conduit à des résultats variables d'une zone à l'autre et peu cohérents pour les hydrocarbures C₅-C₁₀. **Cette méthode sous-estime les concentrations en COHV et BTEX dans les deux zones**. Par contre, il présente les plus fortes concentrations en hydrocarbures C₅-C₁₀ (avec les réserves formulées pour ces composés). Le cylindre utilisé pour cet essai ne semble pas suffisamment hermétique, et conduit à la perte de certains composés volatils. Du fait de cette variabilité sur les résultats, **le grand cylindre (inox ; 100 mL) n'est pas recommandé pour l'échantillonnage des composés volatils.**

b) Comparaison des méthodes d'échantillonnage (composés non volatils)

Pour les hydrocarbures C₁₀-C₄₀, seules deux méthodes ont été utilisées pour prélever et analyser ces composés : un flacon de sol brut et un cylindre en inox de 100 ml. Sur la zone échantillonnée, ces hydrocarbures sont principalement des fractions aliphatiques non volatils en C₂₁-C₄₀.

À l'échelle d'un tronçon de 25 cm prélevé sur la carotte de sol extraite, ou sur l'ensemble de la zone échantillonnée, les résultats mettent en évidence une sous-estimation des concentrations en hydrocarbures non volatils de **l'ordre de 20 %** avec le grand cylindre, comparativement au flacon.

3.6.3. Synthèse des résultats des études

Le tableau suivant fait une synthèse des écarts de concentrations en COHV (PCE et TCE), BTEX et hydrocarbures C₅-C₁₀ pour trois méthodes d'échantillonnage (flacon brut, flacon pré-rempli de méthanol et cylindre inox 16 mL), selon différents contextes de terrains (polluants, gammes de concentrations, lithologies...) et pour la technique de foration au carottier sous gaine.

Note : Il a été fait le choix de ne pas présenter dans ce tableau les résultats du cylindre inox 100 mL (variabilité sur les résultats, non recommandé à l'issu de l'essai pour l'échantillonnage des composés volatils).

Ces résultats sont issus des données factuelles, spécifiques aux deux essais réalisés (2013 et 2018). Ils apportent des éléments de comparaison des méthodes d'échantillonnage dans le contexte spécifique de l'essai réalisé. **Ils ne peuvent pas être généralisés à d'autres contextes.**

Remarque : les écarts de concentrations présentées dans ce tableau ont été calculés à partir des ratios médians obtenus entre une méthode et le kit méthanol au sein d'un même tronçon (25 cm de carotte de sol).

Limites associées à ces résultats :

- résultats d'analyses pour les hydrocarbures C₅-C₁₀ à relativiser car surestimés par le laboratoire du fait des fortes concentrations en PCE (supérieures à 400 mg/kg-MS). Ces valeurs sont donc à considérer avec prudence (*résultats en italique et grisés dans le tableau*) ;
- difficultés d'échantillonnage liées à la nature des sols, notamment en présence d'éléments grossiers (flacon difficile à remplir complètement, prélèvement au cylindre ou à la seringue en plusieurs prises) ; le GT attire l'attention sur le fait que dans les sols non cohésifs, des pertes importantes de composés peuvent être observées ;
- forte variabilité des concentrations pour comparer les méthodes dans un sol réputé « homogène » notamment en terme de lithologie ; à noter que les concentrations peuvent être impactées par des effets pépites de la pollution à petite échelle (quelques cm à dm).

	Matrice	Typologie de sol	Mode de conservation	Différence / kit Méthanol									
				BTEX		C5-C10 Fractions aliphatiques (78 %) et aromatiques (26 %)		COHV		PCE 94% en ZA et 54% en ZB		TCE 5% en ZA et 14% en ZB	
				Concentration médiane en mg/kg	Ecart de concentrations	Concentration médiane en mg/kg	Ecart de concentrations	Concentration médiane en mg/kg	Ecart de concentrations	Concentration médiane en mg/kg	Ecart de concentrations	Concentration médiane en mg/kg	Ecart de concentrations
Essai ADEME-BURGEAP 2013-2015	sol ZNS	Zone 1 Limon argileux	Flacon	-	-	-	-	50	- 50 %	42	-54%	1,3	-53%
			Cylindre 16 ml	-	-	-	-		- 30 à - 60 %		-60%		-30%
		Zone 2 Limon argileux	Flacon	-	-	-	-	325	- 30 à - 40 %	318	-29%	4,4	-42%
			Cylindre 16 ml	-	-	-	-		- 50 à - 70 %		-53%		-73%
	sol ZS	Zone 1 Sables fins et graviers	Flacon	-	-	-	-	30	- 70 à > - 90 %	26	-98%	4,5	-69%
			Cylindre 16 ml	-	-	-	-		> - 90 %		-99%		-98%
		Zone 2 Sables fins et graviers	Flacon	-	-	-	-	250	> - 90 %	226	-96%	15	-93%
			Cylindre 16 ml	-	-	-	-		> - 90 %		-99%		-99%
Essai BRGM GT échantillonnage 2018-2019	sol ZNS	Zone B : Limons sableux	Flacon	-	-	3	- 35 %	20	- 30 %	15	- 30 %	4	- 30 %
			Cylindre 16 ml	-	-		+ 6 %		- 10 à 20 %		- 10 %		- 20 %
		Zone A : Marnes sableuses	Flacon	2	- 15 %	80	+ 50 %	900	- 20 à - 40 %	820	- 20 %	60	- 40 %
			Cylindre 16 ml		- 40 %		+ 20 %		- 10 à - 70 %		- 10 %		- 70 %

'-': concentrations jugées trop faibles pour réaliser une analyse statistique robuste

Tableau 2 : Synthèse des écarts médians de concentrations en COHV (PCE et TCE), BTEX et hydrocarbures C₅-C₁₀ pour trois méthodes d'échantillonnage (flacon de sol brut, flacon pré-rempli de méthanol et cylindre inox 16 mL), dans différents contextes de terrains pour la technique de foration au carottier sous gaine.

Légende code couleur :

écart > + 5%	écart < -30%	-30 % < écart < -50 %	-50 % < écart < -70 %	écart > -70 %
--------------	--------------	-----------------------	-----------------------	---------------

4. Les étapes préalables à l'échantillonnage des sols

4.1. PRÉPARATION DE L'INTERVENTION SUR LE TERRAIN

4.1.1. Recueil d'informations

Préalablement à la phase d'échantillonnage, la personne en charge des prélèvements sur le terrain doit prendre connaissance des données du projet (cahier des charges et proposition technique, contexte de l'étude, objectif d'échantillonnage) et des données disponibles sur le site, comme par exemple :

- les caractéristiques du site => dénivelé, activité, bâtiment, revêtement, végétation, accessibilité au site et à la zone à investiguer, présence de réseaux et de structures enterrées, risques pyrotechniques, diagnostic préalable de recherche d'amiante... ;
- le contexte environnemental => lithologie attendue (épaisseur des couches de sol, présence de remblais, nature des sols), niveau supposé de la première nappe ;
- les caractéristiques de la source (potentielle) de pollution => superficielle, profondeur, ponctuelle, diffuse, polluants organiques volatils, non volatils, polluants inorganiques ;
- ...

L'opérateur en charge des prélèvements dispose *a minima* du programme d'investigations intégrant :

- **la stratégie d'échantillonnage**, dont l'objectif est de caractériser la répartition spatiale des pollutions dans les sols et le degré de pollution associé (notamment la quantification de la masse de polluant), en fonction des caractéristiques et suspicions propres à chaque zone, mais également en prenant en compte les usages actuels et futurs du site ;
- **le plan d'échantillonnage**, qui découle de cette stratégie et qui détermine la localisation et la densité de sondages, le nombre et le type (ponctuel, composite) d'échantillons, la profondeur d'échantillonnage, les techniques d'échantillonnage et la préparation physique des échantillons sur le terrain ;
- **le programme analytique** qui prend en compte les substances à analyser, la quantité de sol à prélever, le conditionnement et le transport appropriés des échantillons, les méthodes de préparation et d'analyses, les LQ, ...).

Cette étape de préparation du chantier comporte en général une réunion préalable avec le chef de projet, voire une réunion sur site avec tous les intervenants (notamment les foreurs).

4.1.2. Préparation du matériel de terrain

La partie 1 de la norme NF X 31-620 (cf. Annexe B de cette norme) [1] présente la liste de matériel que le prestataire doit au minimum détenir en propre pour réaliser sa prestation en fonction des spécificités du site ou du contexte de l'intervention. Il doit mettre en œuvre des procédures ou instructions écrites d'utilisation, d'entretien, de maintenance, de vérification/contrôle de bon fonctionnement et d'étalonnage, et conserver les éléments de preuve associés.



*En complément des exigences de la norme, **une liste (non exhaustive) de matériel spécifique** aux opérations d'échantillonnage des sols est proposée sous forme de fiche technique **en Annexe 2 [Fiche n° 1]**.*

La Fiche n° 2 de l'Annexe 2 donne des recommandations pour préparer la zone de travail avant la réalisation des sondages et des prélèvements.

4.1.3. Sécurité et protection des travailleurs lors des opérations d'échantillonnage

La fréquentation d'un site pollué sans précaution peut conduire à être exposé (ou à exposer autrui) à des risques de différentes natures (chimiques, radiologiques, pyrotechniques, amiante, ...). Ces risques ne doivent pas être occultés, et l'intervention sur site doit donc être soigneusement préparée en amont, avec une analyse des risques et des moyens de prévention / protection.

Ce chapitre sur la sécurité des travailleurs concerne uniquement la prise en compte des risques chimiques liés aux opérations d'échantillonnage et à la présence de polluants présents dans les sols ou à l'utilisation de produits dangereux pour procéder à l'échantillonnage des sols (par ex le méthanol).

Une fois sur le terrain, la première des règles qui s'impose est celle de la prudence. En matière de sécurité sur les sites et sols pollués, il est rappelé que, pour prévenir l'exposition des travailleurs, l'opérateur en charge de l'échantillonnage doit tout d'abord éviter de s'exposer à des produits dangereux. Il doit disposer notamment d'appareils de mesures des gaz (contrôle de la qualité de l'air dans sa zone de travail), de mesures de protection pour éviter le contact avec les polluants déjà présents dans les gaz du sol et d'un masque à cartouches qu'il devra porter lors des phases de prélèvement ou *a minima* lorsque des indices organoleptiques sont observés ou des mesures significatives détectées au PID.

Les informations relatives aux substances potentiellement présentes permettent d'identifier les Équipements de Protection Collective (EPC) et Individuelle (EPI) qu'il convient d'utiliser pour se prémunir des risques identifiés (notamment les gants et les appareils de protection respiratoire pour les risques chimiques).

En fonction des risques potentiels identifiés sur chaque chantier, le personnel intervenant peut être dans l'obligation de disposer certaines habilitations ou formations de sécurité adaptées.

Les mesures de protection doivent être décrites dans une analyse des risques préalablement rédigée avant intervention sur site. L'opérateur en charge des prélèvements doit également être suivi par la médecine du travail (pour une exposition à ces produits/substances).

À noter que certaines obligations réglementaires liées au chantier relèvent du donneur d'ordre, comme par exemple les informations sur la présence potentielle de réseaux enterrés et la présence potentielle d'amiante (enrobés, autres).

Les règles d'environnement, de santé au travail et de sécurité relatives aux interventions sur les sites et sols pollués sont à respecter par l'ensemble des intervenants (y compris les sous-traitants).

Pour les prélèvements réalisés avec le kit méthanol, il est rappelé que le méthanol est une substance classée toxique et inflammable (selon le règlement CLP¹⁵) et qu'il peut présenter des risques pour l'environnement, la santé et la sécurité. Le flacon rempli de méthanol doit donc être manipulé avec précaution, notamment pour éviter les risques de projection dans l'œil.

D'une manière générale, une évaluation des risques pour la santé et la sécurité doit être réalisée avant la phase d'investigation et d'échantillonnage des sols contenant des COV. Des mesures de sécurité doivent être mises en œuvre notamment pour limiter les risques d'exposition par inhalation et par contact. Ces mesures consistent notamment à porter des EPI (gants, lunettes de protection...) et mettre en place des EPC (échantillonnage dans une zone bien ventilée, ...).

Pour plus de détail sur les aspects liés à la sécurité :

- Norme NF ISO 18400. Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 103 : Sécurité [4] ;
- Norme NFX 31 620 - Partie 1 : Engagement E9 et Annexe B (normative).



*En complément des exigences de la norme NF X 31-620-1, une **liste (non exhaustive) de matériel de sécurité spécifique aux opérations d'échantillonnage** des sols est proposée sous forme de **fiche technique** en **Annexe 2 [Fiche n° 3]**.*

4.2. ACTEURS MOBILISÉS POUR LES OPÉRATIONS D'ÉCHANTILLONNAGE

Conformément à la norme NF X 31-620-1, le prestataire en charge des investigations sur les sols (bureau d'études, entreprise de travaux) doit mettre à disposition du personnel compétent pour réaliser cette prestation. *L'Annexe A de la norme présente les expériences et compétences requises par le prestataire selon le domaine d'intervention et le rôle de l'intervenant.*

Note : Les informations suivantes sont cohérentes avec la norme et sont spécifiques aux opérations d'échantillonnage.

4.2.1. Le chef de projet

Le chef de projet a pour mission de gérer le projet dans son ensemble. Il est l'interlocuteur principal du donneur d'ordre dans les domaines techniques, administratifs et financiers en lien avec le projet.

Il définit la stratégie d'échantillonnage selon les objectifs de l'étude (levée de doute, quantification de source, calculs de risques sanitaires, contrôles en phase chantier, ...) et les spécificités du site (par exemple : contexte d'urgence ou de travaux nécessitant des délais d'analyse réduits). Il évalue également les risques professionnels et environnementaux liés à l'intervention sur site pollué. Il transmet toutes ces informations à l'opérateur.

Il est tenu d'informer le laboratoire de la nature des échantillons qu'il va recevoir et des dangers éventuels liés à la manipulation des échantillons, y compris pour l'étiquetage et l'emballage. Il doit transmettre au laboratoire toutes les informations relatives aux concentrations connues ou mesures sur site réalisées lors des prélèvements, pour éviter d'endommager les appareils d'analyses et ainsi éviter les contaminations croisées. Cette information est également très importante pour la sécurité des laborantins manipulant les échantillons.

¹⁵ Le règlement CLP (en anglais : Classification, Labelling, Packaging) désigne le règlement (CE) n° 1272/2008 du Parlement européen relatif à la classification, à l'étiquetage et à l'emballage des substances chimiques et des mélanges

4.2.2. L'opérateur en charge du prélèvement

Sur le terrain, l'opérateur en charge du prélèvement (technicien ou ingénieur) est la personne responsable des étapes d'échantillonnage, de conditionnement et d'expédition des échantillons de sol jusqu'au laboratoire.

Il doit recueillir et consigner toutes les observations de terrain, s'assurer de la fiabilité des mesures sur site, et garantir la mise en œuvre du protocole d'échantillonnage pour s'assurer de la traçabilité et de la répétabilité des prélèvements de sols.

Cet opérateur doit donc être sensibilisé et formé aux méthodes d'échantillonnage par des formations internes/externes, ainsi qu'à la connaissance des guides et des normes.

Il a en charge la coordination du chantier et doit assurer l'encadrement du foreur. Avant l'intervention sur le terrain, il informe le foreur des risques d'exposition liés au site et aux polluants présents et des procédures d'échantillonnage.

4.2.3. Le foreur

Le foreur est en charge de la réalisation des sondages permettant d'atteindre l'horizon de sol à échantillonner. Le foreur doit suivre les consignes de l'opérateur en charge des prélèvements, mais il a également un devoir de conseil sur la mise en œuvre des techniques de forage.

Il doit disposer d'une assurance correspondant aux prestations demandées et posséder la capacité à réaliser la mission sous-traitée (organisation, moyens humains, matériels et financiers adaptés à la mission).

Il doit prévenir et maîtriser les risques environnementaux liés à son activité (fuites sur les machines, produits mis en œuvre, déchets, etc.).

Les personnes intervenant sur site doivent disposer des équipements de protection adaptés et en nombre suffisant au regard des informations qui leur ont été fournies sur le site et des risques liés aux investigations.

Enfin, le foreur doit être sensibilisé à la problématique d'échantillonnage, notamment en présence de composés volatils. Par exemple, il peut lui être demandé d'ouvrir la gaine du carottier au dernier moment, juste avant l'échantillonnage ou de boucher les carottes de sols en attendant l'échantillonnage suivant.

4.2.4. Le laboratoire

Le laboratoire doit fournir un flaconnage approprié en précisant les conditions de conservation et de manipulation des échantillons, conformément aux exigences spécifiques à la, ou aux, méthodes d'analyse proposées. Il est responsable du choix du flaconnage et du transport des échantillons.

Des échanges préalables entre le demandeur et le laboratoire sont indispensables. Ils valident notamment les quantités de sol à prélever, le délai de réception des échantillons et les limites de quantification à atteindre.

Ces échanges entre le demandeur et le laboratoire sont également nécessaires pour définir les étapes de prétraitement des échantillons de sol réalisées au laboratoire (retrait des éléments grossiers, tamisage, broyage, ...). Ce point est traité plus en détail au § 7.5.

Le laboratoire est responsable des méthodes analytiques à suivre pour chaque polluant ou famille de polluants recherché(e) et de la représentativité des résultats en tenant compte des incertitudes analytiques. Les méthodes analytiques à appliquer pour les sols sont présentées dans le rapport BRGM/RP-64749-FR [23] et reprises dans la partie 1 de la norme NF X31-320 [1].

À consulter également le guide UPDS/BRGM [20] sur les analyses en laboratoire en contexte Sites et Sols Pollués.

5. La stratégie d'échantillonnage des sols

5.1. PRINCIPES GÉNÉRAUX

Avant toute intervention sur site, une stratégie d'échantillonnage des sols doit être définie selon les enjeux, le contexte et les informations disponibles sur le site (caractéristiques des sols, nature des polluants, niveaux de concentrations, ...).

Cette stratégie précise les modalités d'échantillonnage des sols (prélèvement, conditionnement, stockage, transport) et doit toujours être conçue de manière à :

- garantir la représentativité des échantillons de sols ;
- préserver la qualité de l'échantillon et limiter les pertes de composés entre le terrain et le laboratoire ;
- acquérir des données dont la qualité et la nature sont suffisantes pour répondre à l'objectif visé.

La caractérisation des sols doit être menée de manière globale, en intégrant les données sur les autres milieux – cf. § 2.1.

Les recommandations du GT « échantillonnage » et des normes en vigueur concernant la position du prélèvement, le type d'échantillon et le volume de sol à prélever sont présentées dans les chapitres suivants.

5.2. PROFONDEUR DES ÉCHANTILLONS PRÉLEVÉS

La profondeur à laquelle les échantillons sont prélevés dépend des objectifs visés pour évaluer la qualité du sol. Il existe donc de nombreuses variantes pour échantillonner un sol le long d'un sondage. Verticalement, le nombre et la profondeur des échantillons seront différents selon qu'il s'agit de caractériser une source, un milieu de transfert ou un milieu d'exposition, d'estimer un volume de sol à traiter/gérer, ...).

Comme indiqué dans la norme 18400-104 (Annexe B § B.1.3) [5] : « *Bien que l'échantillonnage soit parfois effectué à des intervalles de profondeur réguliers (par exemple, tous les 0,5 m ou tous les 1,0 m), il est également courant d'échantillonner des horizons « présentant un intérêt » même si leur épaisseur est seulement de l'ordre de 100 mm. Ainsi, les décisions relatives aux profondeurs d'échantillonnage s'appuient en grande partie sur le jugement.* »

Dans la pratique, les profondeurs d'échantillonnage suivantes sont couramment retenues :

- échantillonnage unitaire par horizon pédologique ou par couche de lithologie similaire ;
- échantillonnage selon les indices de pollution (échantillon dans la partie visiblement polluée, mais également au-dessus et en-dessous) ;
- échantillonnage selon les informations fournies par des outils de mesures sur site (sondages MIP, réponses PID, ...) ;
- échantillonnage systématique (par mètre linéaire) ou par faciès pour un traitement statistique.

Lorsqu'on échantillonne les sols selon la lithologie, il convient de privilégier les contrastes de perméabilité du sol qui auraient pu accumuler les polluants. Dans la mesure du possible, chaque horizon est échantillonné séparément en faisant attention de ne pas les mélanger.

REX de l'essai du BRGM mené en 2018 [19] :

La comparaison des résultats obtenus sur quatre tronçons de 25 cm, prélevés sur une carotte de sol visuellement homogène (au niveau de la lithologie), a mis en évidence une variabilité des concentrations sur un mètre linéaire de sol.

Il a été noté des concentrations plus élevées dans la partie inférieure de la carotte de sol pour les composés volatils, et des concentrations plus importantes dans la partie supérieure de la carotte pour les fractions d'hydrocarbures C₁₀-C₄₀. L'essai n'a pas permis de préciser si cette répartition différente des polluants provient des propriétés intrinsèques des polluants ou des opérations de remaniement des sols lors de travaux préalables sur le terrain.

Néanmoins, ces constats ont souligné l'importance du choix concernant la localisation et le nombre de prélèvements à effectuer sur la carotte de sol (ou sur tout autre outil de forage).

Ce choix est fonction du degré de précision attendu au niveau de l'étude. **Dans le cas où l'on recherche une caractérisation fine de la pollution, l'hétérogénéité du milieu et des polluants conduisent à recommander plusieurs prélèvements au sein d'un même horizon, en complément des mesures semi-quantitatives sur site et des observations de terrain.**

5.3. TYPE D'ÉCHANTILLON PRÉLEVÉ

Selon les recommandations de la norme 18400-102 (§ 5.3 et tableau 1) [3] et 18400-104 [5], le type d'échantillon prélevé doit pouvoir répondre à l'objectif recherché et à la nature des polluants. De façon générale, il peut s'agir d'échantillons remaniés ou non remaniés, ponctuels ou composites (se référer aux définitions de la norme ISO 11074 Qualité du sol — Vocabulaire [15]).

Les échantillons non remaniés sont des échantillons intacts, qui, autrement dit, conservent la structure du sol. Ils sont recommandés pour la recherche de composés volatils. Pour cela, des techniques de forage appropriées (i.e. carottier sous gaine, voire, dans certains contextes spécifiques, carottier à gouges ou carottier battu) sont mises en œuvre.

Les échantillons remaniés sont des échantillons de sol obtenus sans préserver la structure du sol. Ils ne conviennent pas pour la détermination des composés organiques volatils.

Néanmoins, dans certains contextes de terrain (sol induré, présence de matériaux grossiers), des techniques plus destructives (i.e. tarière mécanique) seront nécessairement mises en œuvre. Dans ce cas, une justification de ce choix doit être notifiée dans le rapport décrivant les opérations d'échantillonnage.

Les échantillons ponctuels sont prélevés en un seul endroit. Ils permettent d'identifier la pollution en un point spécifique, et fournissent l'information la plus riche pour connaître la distribution d'un polluant sur une zone précise ou en fonction de la profondeur.

Les échantillons composites sont, par opposition aux échantillons ponctuels, constitués de plusieurs prises ponctuelles de sol homogénéisées. **Ils sont à exclure pour rechercher des composés organiques volatils (risque de pertes de composés par volatilisation).**

D'une manière générale, aucun prétraitement des échantillons (quartage ou tamisage) ne doit être réalisé sur le terrain pour la recherche de COV au risque de volatiliser les composés recherchés.

5.4. VOLUME DE SOL PRÉLEVÉ

Préalablement à la campagne d'échantillonnage, l'opérateur se met en relation avec le laboratoire d'analyse afin de connaître la quantité de sol à prélever pour pouvoir réaliser les analyses souhaitées.

Conformément à ce qui est dit dans la norme 18400-104 [5] (§ 6.6 et Annexe F de la norme), plusieurs facteurs déterminent le volume de sol associé aux échantillons transmis au laboratoire :

- la nature des composés recherchés. Dans la pratique, les laboratoires d'analyses fournissent des flacons d'une capacité de 250 à 400 mL pour rechercher des composés organiques semi-volatils. Pour l'analyse des composés volatils, le volume est imposé par la méthode d'échantillonnage utilisée (10 à 16 mL pour une seringue ou un petit cylindre d'échantillonnage) ;
- la nécessité de disposer d'échantillons suffisamment représentatifs (c'est-à-dire avec un niveau acceptable de l'incertitude associée à l'échantillonnage), au regard du contexte, des objectifs de l'étude et des contraintes de terrain. Pour collecter volume d'échantillon représentatif, plus la fraction granulométrique du sol augmente, plus le volume de sol à prélever est important. Cependant, pour l'analyse des composés volatils, on considèrera que la représentativité de l'échantillon de sol est principalement due à la préservation de la structure du sol.

Le volume de l'échantillon de sol est imposé par le laboratoire et/ou la méthode utilisée, ce qui peut représenter une limite sur la représentativité attendue de l'échantillon.

Néanmoins, s'il est important que l'échantillon prélevé dans le sol soit suffisamment représentatif, il est également important que la fraction de l'échantillon analysée présente un réel intérêt par rapport à l'objectif de l'investigation (cf. 7.6.4).

6. Facteurs influençant l'échantillonnage des sols

6.1. FACTEURS RESPONSABLES DE LA PERTE DE COMPOSÉS

Tous les échantillons de sols sont susceptibles de se modifier par suite de réactions physiques, chimiques ou biologiques qui peuvent avoir lieu entre l'instant du prélèvement et le début de l'analyse. La nature et l'intensité de ces réactions sont souvent telles que, si les précautions nécessaires ne sont pas prises pendant l'échantillonnage, le conditionnement, le transport, le stockage des échantillons et des éventuelles opérations de préparations de l'échantillon menées au laboratoire (prétraitement, manipulations diverses...), les concentrations déterminées seront différentes de ce qu'elles étaient au moment du prélèvement. Cela est particulièrement vrai pour des sols pollués par des composés volatils.

La stratégie d'échantillonnage (§ 5.1) consiste à considérer l'importance de ces modifications potentielles, et à définir la procédure de conditionnement, de conservation, de transport et de livraison qui permet que les échantillons soient le plus représentatif possible lorsqu'ils sont livrés au laboratoire, y compris en intégrant les éventuelles opérations à mener au laboratoire sur l'échantillon de sol : celles-ci étant dépendantes du choix amont de la stratégie d'échantillonnage.

Les modifications des échantillons sont liées aux propriétés physico-chimiques des composés organiques recherchés, et dues à différents facteurs (Jeannot *et al.* 2000) :

- adsorption des polluants sur les parois des flacons de prélèvement ;
- volatilisation par exposition à l'air, déstructuration des sols, ... ;
- transformations physiques et photochimiques ;
- transformations chimiques : oxydation, réduction ;
- transformations biologiques pour les substances biodégradables.

L'importance de ces modifications dépend des caractéristiques chimiques et biologiques de l'échantillon, de sa température (stockage sur site et transport), de son exposition à la lumière, de la nature du récipient dans lequel il est placé, du temps qui sépare le prélèvement de l'analyse, des conditions de transport, et des éventuelles opérations de préparations de l'échantillon menées au laboratoires aux fins de l'analyse. Cela dépend aussi des caractéristiques physiques du sol (perméabilité, matière organique, granulométrie) et de la manière dont on manipule l'échantillon et dont la structure du sol est altérée.



Les concentrations en composés volatils d'un échantillon peuvent, en quelques minutes, varier de façon considérable.

Les composés susceptibles d'être affectés sont par exemple :

- les composés volatils (COHV, BTEX, ...) par volatilisation ;
- les composés photosensibles (HAP, ...) par dégradation à la lumière ;
- l'ensemble des composés organiques pouvant subir une dégradation biologique ;
- ...

6.2. ÉTUDES AMÉRICAINES SUR LES PERTES DE COMPOSÉS VOLATILS LORS DES PHASES D'ÉCHANTILLONNAGE

Plusieurs études américaines ont été menées pour déterminer l'influence de la manipulation et de la conservation des échantillons de sol sur les concentrations en composés organiques volatils.

- Étude 1996 « Collecte et transfert d'un échantillon de sols dans un flacon pour l'analyse de composés organiques volatils.

En 1996, Alan Hewitt et Nicole Lukash ont mené une étude [38] dans laquelle différents types d'échantillons de sols et procédures de collecte ont été évalués. Dans cette étude, le prélèvement d'échantillons de sols et leur manipulation sur le terrain ont été jugés critiques.

Les composés volatils sont sujets à la dégradation microbienne même lorsqu'ils sont stockés à 4 °C. La combinaison des pertes de volatils liées à la mauvaise étanchéité des flacons, à l'espace libre et à l'action microbienne entraîne généralement une perte rapide des COV (notamment des composés aromatiques tels que le benzène ou le toluène), même si les contenants des échantillons sont complètement scellés.

- Étude 1999 : Stockage et préservation des échantillons de sol pour l'analyse des composés volatils.

En 1999, Alan Hewitt a mené une étude [39] pour tester dans différentes conditions, le stockage et la préservation des échantillons de sol pour l'analyse des composés volatils.

La Figure 2 suivante est extraite du rapport Hewitt de 1999. Elle présente les pertes de concentrations en TCE en fonction du temps, lorsque la carotte de sol est exposée à l'air dans un sac en plastique (échantillon de sol de type sable limoneux conditionné à température ambiante 18 +/-2 °C).

Les résultats montrent des pertes significatives en moins de 40 minutes (p. ex. > 90 % de perte de TCE). On note également une perte de 10 à 15 % en à peine 5 min d'exposition des sols à l'air.

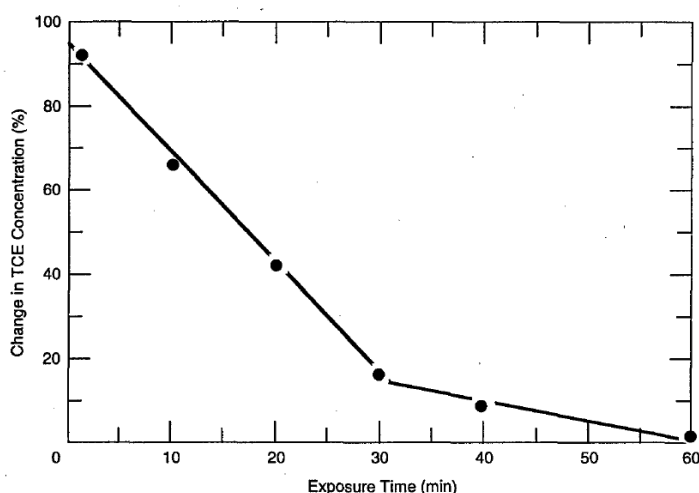


Figure 1. Loss of trichloroethylene from a field sample stored in an uncovered core barrel liner held in a plastic bag.

Figure 2 : Pertes de TCE en fonction du temps d'exposition des sols à l'air (figure extraite du rapport Hewitt, 1999).

La Figure 3, également extraite du rapport Hewitt de 1999, présente l'évolution des concentrations mesurées pour différents composés dans un échantillon de sol prélevé avec un flacon et stocké à deux température différentes (4 ± 2 °C et 21 ± 2 °C).

Les résultats montrent que dans des conditions de stockage à 21 ± 2 °C, les concentrations en benzène, par exemple, dans les échantillons de sol peuvent être diminuées de plus de 80 % en moins de 4 jours. À 4 ± 2 °C, les concentrations en benzène diminuent significativement à partir de 8 jours.

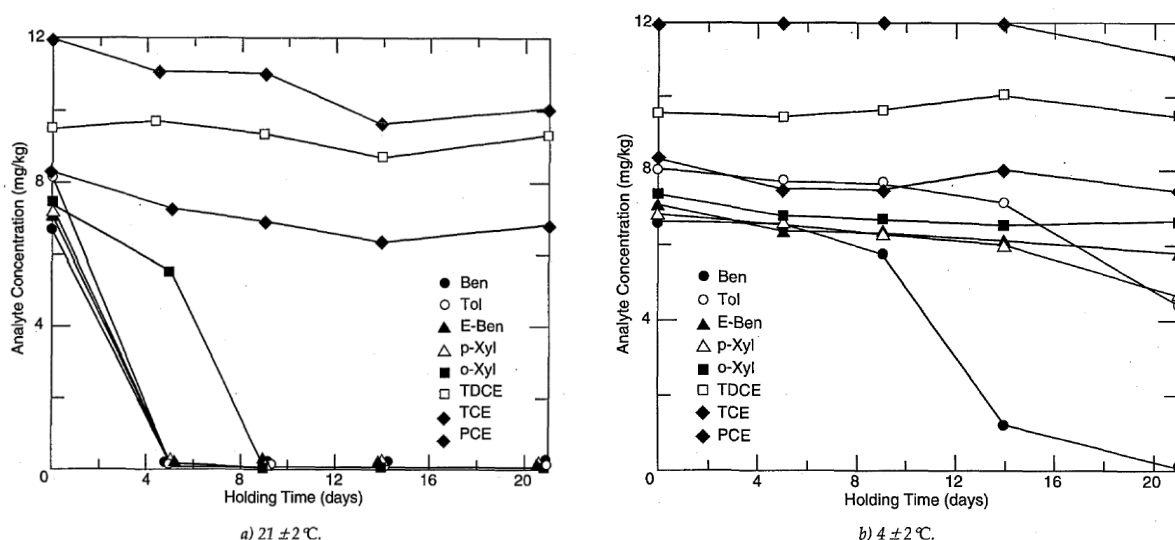


Figure 3 : Concentrations mesurées en fonction du temps dans un échantillon de sol prélevé avec un flacon et stocké à deux températures différentes (figure extraite du rapport Hewitt, 1999).

Points importants à retenir :

Ces études montrent que la **perte par volatilisation se produit majoritairement en quelques minutes à quelques heures**, alors que la **perte par biodégradation peut survenir au bout de quelques jours voire quelques semaines**.

Elles précisent également que la **température de stockage à 4 ± 2 °C est retenue** car il s'agit de la température à laquelle l'eau pure a une densité maximale et donc un volume minimal. À cette température, **les processus physiques, chimiques et biologiques sont ralentis mais n'assurent pas pour autant le maintien des conditions de l'échantillon d'origine**.

7. L'échantillonnage des sols

7.1. GÉNÉRALITÉS

L'échantillonnage des sols s'effectue généralement en deux étapes :

- l'accès à l'horizon à échantillonner à l'aide d'une technique de forage (cf. § 7.2) ;
- le prélèvement d'échantillons de sol avec une méthode d'échantillonnage appropriée selon le type de composés organiques recherchés (volatils ou semi-volatils) (cf. § 7.3).

Note : on entend par méthode d'échantillonnage : le protocole d'échantillonnage, l'outil de prélèvement et le mode de conditionnement.

Pour l'échantillonnage des sols, on peut donc distinguer deux techniques :

- **la technique d'échantillonnage indirecte (*ex situ*)** qui nécessitent l'utilisation d'un outil de forage (carottier sous gaine, gouge, sonic, tarière, ...) pour remonter les sols à la surface du terrain en vue de les échantillonner. Les échantillons peuvent être ensuite conditionnés de différentes manières selon les composés recherchés (cf. 7.3.2.1.a, .b, .c et 7.3.2.2.a) ;
- **la technique d'échantillonnage directe (*in situ*)** qui consiste à prélever les sols directement dans le terrain depuis la surface, ou après réalisation d'un avant trou (tarière, carottier, ...). Les sols sont alors prélevés à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage (type carottier ou cylindre) enfoncé directement dans le terrain (cf. § 7.3.2.1.d et 7.3.2.2.b.).

Les différentes étapes d'échantillonnage des sols présentées dans ce guide sont illustrées sur :

- la Figure 4 pour la recherche des COV (Composés Organiques Volatils) ;
- la Figure 5 pour la recherche des COSV (Composés Organiques Semi-Volatils).

La volatilité de ces composés organiques est définie dans la littérature (cf. § 12).

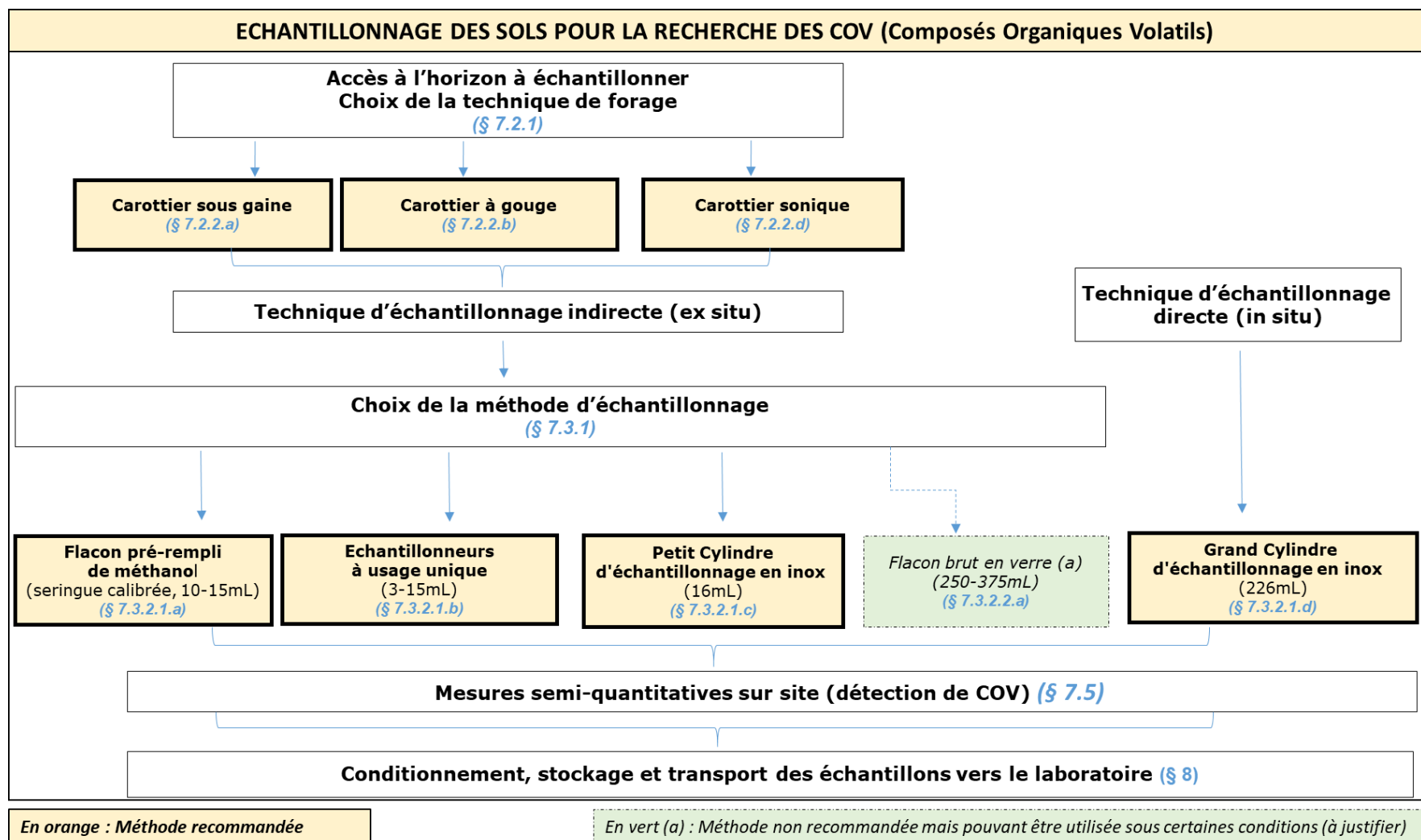


Figure 4 : Les différentes étapes et méthodes d'échantillonnage des sols présentées dans le guide (recherche des COV)

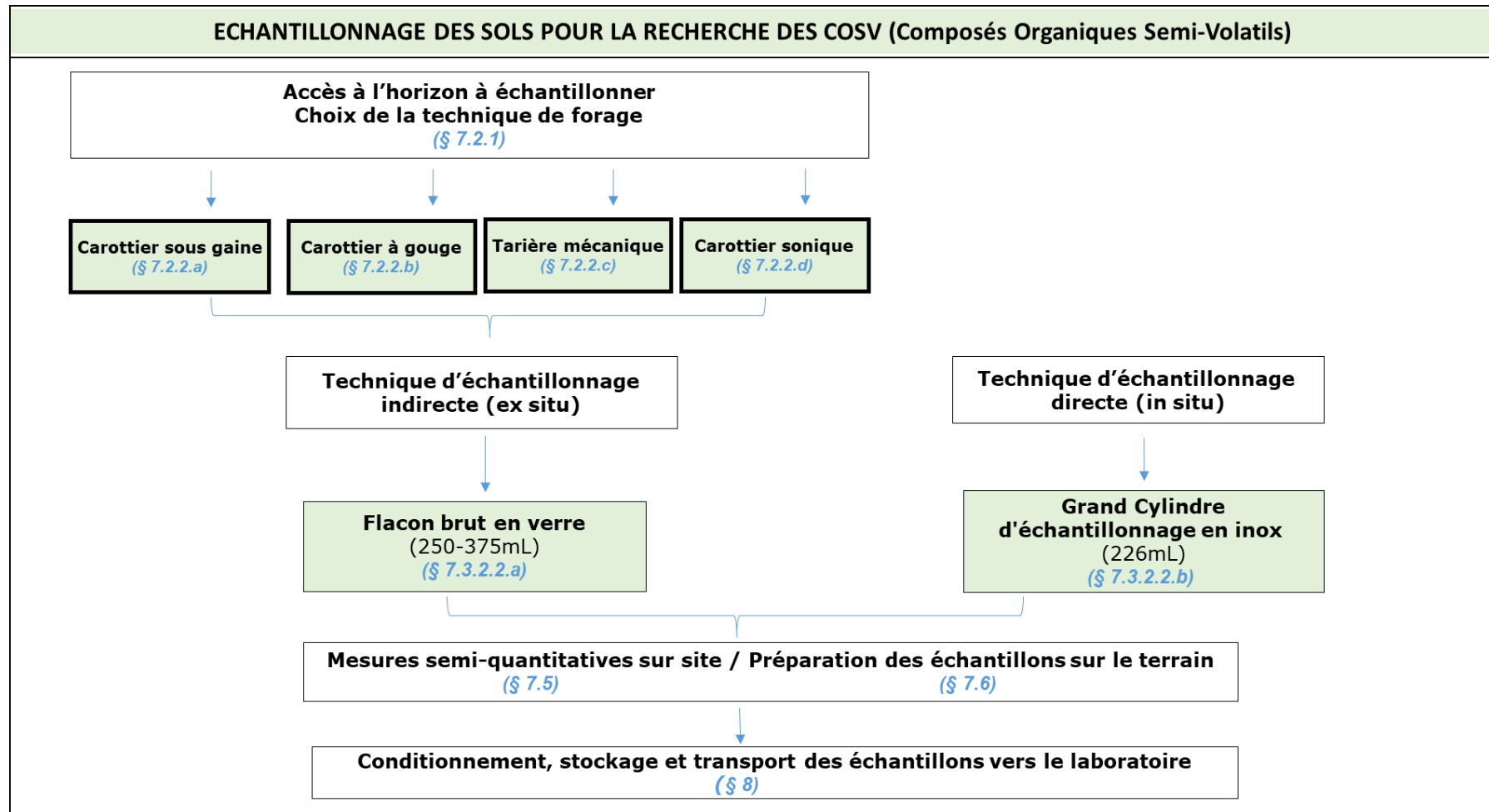


Figure 5 : Les différentes étapes et méthodes d'échantillonnage des sols présentées dans le guide (recherche des COSV)

7.2. ACCÈS À L'HORIZON À ÉCHANTILLONNER

7.2.1. Critères de choix des techniques de forage

Globalement, on distingue trois grandes familles de techniques d'investigation : les outils manuels (pelle, tarière manuelle), les techniques de foration (tarière mécanique, carottage, ...) et les procédés d'excavation par machines (pelle mécanique pour réaliser fosses et tranchées).

Pour chacune de ces familles, un grand nombre de techniques est adapté à l'échantillonnage des sols à des fins de diagnostic de pollution. Ces techniques ont toutes leurs spécificités et sont souvent complémentaires entre elles, certaines étant particulièrement intéressantes de par leurs propriétés de foration (grandes profondeurs, sols compactés, rapidité d'exécution, bonne visibilité des horizons traversés, ...), d'autres, se distinguant par la qualité d'échantillonnage qu'elles permettent (échantillons intacts, représentativité, précision de la profondeur d'échantillonnage, etc.).

La technique de forage retenue (carottier, tarière, ...) conditionne la constitution de l'échantillon en provoquant un tri sélectif dans les fractions de sol prélevées, ou en privilégiant la taille des particules collectées, et influe corollairement sur les composés polluants eux-mêmes. Seule la pelle mécanique peut donner accès sur un front de fouille à l'ensemble de la couche concernée dans l'objectif de permettre la collecte d'échantillons parfaitement représentatifs de la nature des sols, mais cette technique, plus performante sur ce point, présente d'autres contraintes et désavantages.

D'une manière générale, la technique retenue doit permettre d'assurer l'intégrité physique de l'échantillon au moment du prélèvement et minimiser toute sorte d'altération de l'échantillon, que ce soit par dégradation (volatilisation, oxydation, dilution, ...) ou contamination (mélange de faciès, imprégnation, ...).

Le choix de la technique de forage va dépendre des objectifs de l'étude, des profondeurs à atteindre pour prélever les échantillons, de la taille et du type d'échantillons requis, des caractéristiques du sol (nature, porosité, perméabilité, ...), des polluants à rechercher (volatilité, capacité d'adsorption, ...) et des contraintes du site (accessibilité, dénivelé, activité, bâtiment, revêtement, réseaux enterrés, etc.).

Dans un contexte de caractérisation des sources de pollution, il convient donc de retenir des techniques permettant de préserver la structure du sol et d'éviter les contaminations croisées. Dans le cas où des échantillons non remaniés s'avéreraient nécessaires (par exemple, pour la détermination de composés organiques volatils), les techniques de forage non destructives sont à privilégier en tenant compte des contextes d'intervention. **Si ces techniques non destructives ne sont, in fine, pas utilisées, cela doit être justifié et leur influence potentielle sur la fiabilité des résultats doit être notée et prise en compte dans l'interprétation et l'exploitation des résultats.**

Différentes techniques de forage sont présentées dans la norme ISO 18400-102¹⁶ (2017) et le § 5.2. Les techniques présentées dans cette norme sont des techniques d'investigations destructives et non destructives qui vont permettre de prélever des échantillons remaniés ou non

¹⁶ Qualité du sol – Échantillonnage – Partie 102 : Choix et application des techniques d'échantillonnage

remaniés, dans différents contextes (investigations de pollution, reconnaissances des sols dans des parcelles forestières ou agricoles).

Le Tableau 2 de cette norme énumère certaines techniques disponibles pour l'accès et l'obtention d'échantillons de sol (tarière, fosse et tranchée, carottier avec ou sans fenêtre, forage sonique, ...) et fournit des informations qualitatives sur les avantages et les inconvénients de ces techniques. Le Tableau 3 de la norme fournit des détails supplémentaires concernant l'applicabilité et les caractéristiques des techniques.

Les techniques de forage présentées dans ce chapitre sont des techniques non destructives et destructives classiquement utilisées en France pour échantillonner les sols et rechercher des composés organiques (**composés volatils et/ou semi-volatils**) dans différents contextes. Les techniques par carottage (i.e. carottier sous gaine ou à gouges) sont non destructives et non rotatives, ce qui permet de préserver la structure du sol (carotte de sol réputé intact) et de déterminer la variabilité des polluants sur l'horizon de sol échantillonné (profil vertical de concentration).

Lorsque des techniques destructives sont mises en œuvre, du fait notamment des contextes de terrain (sol induré, présence de matériaux grossiers), une justification de ce choix et une évaluation des incertitudes associées (impact potentiel sur la fiabilité des résultats) doivent être notifiées dans le rapport décrivant les opérations d'échantillonnage

L'utilisation d'autres techniques telles que des procédés d'excavation (i.e. fosse et tranchée), non décrits dans ce chapitre, peut s'avérer appropriée dans certaines situations spécifiques (selon les besoins de l'étude, le type de polluants, la nature des sols, les délais d'exécution, ...). Lors d'une campagne d'investigation sur les sols, la réalisation de fosses ou de tranchées avec une pelle mécanique permet d'avoir une meilleure observation des terrains en place (lithologie, déchets, hétérogénéités) et convient très bien pour les composés organiques peu ou pas volatils et les composés inorganiques. **Par contre, elle n'est pas adaptée pour la recherche de composés volatils (exposition des sols à l'air avec un risque de modification des polluants et une perte de composés par volatilisation).**

7.2.2. Présentation et illustration des techniques de forage

a. *Le carottier sous gaine*

Cette technique (illustrée sur la Figure 6) consiste à enfoncer dans le sol des tubes cylindriques en acier (dont l'extrémité est équipée d'une tête tranchante) avec un marteau pneumatique à percussion, entraînant ainsi son remplissage sur toute la hauteur pénétrée. Pour des prélèvements de sol, la foration est réalisée à sec (sans fluide de forage). En général, les machines proposées pour cette technique présentent un faible encombrement (en largeur et hauteur sous plafond), ce qui permet de les utiliser plus facilement à l'intérieur des bâtiments.

Les diamètres de forage proposés sont généralement assez faibles (de l'ordre de 28 à 50 mm), ce qui réduit le volume de sol disponible. Il est possible de demander des diamètres de foration plus gros (> 100 mm) selon les besoins et si la configuration du site s'y prête. Pour des prélèvements de sol, la foration est réalisée à sec (sans fluide de forage).

Pendant la foration, une gaine en PVC ou PEHD (selon les composés recherchés) placée dans le cylindre permet de recueillir une carotte de sol non remaniée et non exposée à l'air (avant le prélèvement d'échantillon de sol). Le risque de perte de composés par volatilisation est donc plus faible (comparé au carottier à gouge et plus particulièrement à la tarière).

À noter que cette technique de forage facilite les mesures PID sur site avant échantillonnage (pour les mesures sous gaine) : cf. § 7.5. Par contre, elle impose davantage de manipulations et de temps avant l'échantillonnage (extraction de la carotte, découpe de la gaine). Il peut être parfois nécessaire d'avoir deux opérateurs pour suivre les sondages et la cadence de prélèvement.

Cette technique non destructive et non rotative permet de préserver la structure du sol (carotte de sol intact), et d'avoir une coupe lithologique relativement précise (nécessité de demander au foreur des gaines transparentes).



Le carottier sous gaine permettant de limiter les pertes de composés par volatilisation (structure du sol préservée, carotte de sol sous gaine non exposée à l'air), cette technique est particulièrement recommandée pour la recherche de composés volatils dans les sols.



Figure 6 : Sondage réalisé au carottier sous gaine – Extraction de la carotte (à gauche) et ouverture de la gaine (à droite).

Cette technique peut carotter les sols jusqu'à des profondeurs couramment retenues en diagnostic SSP (< 10 mètres). Par contre, elle n'est pas adaptée aux sols indurés ou présentant des matériaux grossiers (risque de refus selon la puissance de la machine).

Le coût global du diagnostic réalisé avec cette technique est supérieur de l'ordre de + 20 % (coût journalier de la machine, moyens humains plus importants, durée d'échantillonnage plus longue (découpe de carotte et de gaine, ...) à celui d'autres méthodes (tarière mécanique, carottier à gouges). Les contraintes de terrain jouent également sur ce coût (temps de déplacement de la machine).



La découpe de la carotte et de la gaine doit se faire à l'aide de gants et d'un outil adapté pour éviter les risques de coupure/blessure (proscrire par exemple le cutter).

b. Le carottier à gouges

Cette technique (illustrée sur la Figure 7) repose sur le principe de tubes cylindriques en acier, fendus longitudinalement (gouges), enfoncés dans le sol jusqu'à la profondeur requise par battage à l'aide d'un marteau à percussion. Pour des prélèvements de sol, la foration est réalisée à sec (sans fluide de forage).

Il existe des machines très compactes, qui peuvent être utilisées à l'intérieur de bâtiments ou lorsque l'espace est limité. Cette technique peut être utilisée avec un marteau électrique manuel, ce qui facilite l'accès dans certaines zones difficiles ou de trouver une alternative aux machines thermiques (générant des gaz d'échappement) dans des zones peu aérées par exemple.

Selon le type de sol, la gouge présente deux ou trois ouvertures pour permettre l'échantillonnage des sols. Les gouges présentent des diamètres différents (entre 36 et 52 mm, voire 80 mm) qui diminuent avec la profondeur de foration.

Cette technique permet de traverser des sols constitués de graviers et de silex, et peut atteindre des profondeurs couramment retenues en diagnostic SSP (< 10 mètres). Elle représente un surcoût d'environ 5 % (coût global du diagnostic) par rapport à la tarière mécanique.

Cette technique non destructive et non rotative peut donner accès à une coupe lithologique relativement précise et à la variabilité des polluants sur l'horizon de sol échantillonné. Par contre, elle ne permet pas de préserver complètement la structure du sol (compression et expansion du sol), et les sols sont partiellement exposés à l'air (au niveau des ouvertures de la gouge) juste avant leur échantillonnage, ce qui peut conduire à une perte de composés par volatilisation. Il faut donc veiller à réaliser rapidement les prélèvements dès la remontée de la gouge.



Figure 7 : Sondage réalisé au carottier à gouges (à gauche) et examen de la gouge (à droite).



Dans le cadre d'une recherche de COV dans les sols, le carottier à gouges peut être utilisé si cela est justifié (cela doit être enregistré et notifié dans le rapport) et en prenant certaines précautions (cf. §7.2.4).

c. La tarière mécanique

Les tarières sont des vis sans fin constituées de tiges hélicoïdales (pleines ou creuses) assemblées bout à bout. Les tarières hélicoïdales sont enfoncées dans le sol par rotation. Les diamètres des spirales sont variables (en général 80 ou 140 mm) et permettent de disposer d'un grand volume de sol. Pour des prélèvements de sol, la foration est réalisée à sec (sans fluide de forage). Les sols forés sont piégés entre les spires de l'hélicoïde et remontés en surface.

Cette technique destructive et rotative (illustrée sur la Figure 8) ne permet pas de collecter des échantillons intacts. Les sols sont remaniés lors de la foration et exposés à l'air sur toute la

hauteur de la tarière. Le prélèvement est ensuite effectué soit directement sur la tarière, soit au moyen d'un outil de prélèvement spécifique plus fin (type cylindre d'échantillonnage ; cf. § 7.3.3.1.d) introduit dans l'avant-trou réalisé avec la tarière.

D'une manière générale, cette technique permet de collecter des échantillons de sol jusqu'à des profondeurs couramment retenues en SSP (<10 mètres). Elle présente l'avantage de pouvoir traverser de nombreux types de sol, y compris des remblais, mais des difficultés peuvent survenir lors de la remontée de sols meubles (contamination croisée, sols délités sur la tarière, faible récupération des sols). Pour pallier ce problème, il est possible de placer un tubage à l'avancement dans les tarières creuses.

Cette technique permet de caractériser les terrains traversés, mais pas de dresser une coupe géologique aussi précise que le carottage, du fait d'un remaniement des sols lors de la foration.

Cette technique est rapide et la moins onéreuse des techniques (cadence élevée, moins de temps de préparation pour l'échantillonnage des sols qui sont directement accessibles) ; elle peut être retenue pour une pré-caractérisation des sols (recherche de la présence de polluants). Elle permet de constater une pollution en donnant une information globale de la qualité des sols à partir d'un échantillon moyen, mais elle n'est pas adaptée pour une caractérisation fine des composés organiques (délimitation des sources, bilan massique).



Cependant, dans le cadre d'une recherche de COV dans les sols, les normes actuellement en vigueur ne recommandent pas l'utilisation des techniques destructives telles que la tarière du fait d'un remaniement des sols qui peut conduire à une perte importante de composés volatils et une grande sous-estimation des concentrations. Les essais d'inter-comparaison présentés au § 3.6.1 confirment également ces écarts de concentrations.

Notons également que la variabilité des diamètres de la tarière permet d'équiper le forage de tubing pour le prélèvement d'autres milieux via l'équipement du sondage en piézomètre (pour les eaux souterraines).



Figure 8 : Sondage réalisé à la tarière mécanique (à gauche) et remontée des sols avec la tarière (à droite).

d. Le carottier Sonique

Cette technique (illustrée sur la Figure 9) implique l'utilisation d'une énergie de haute fréquence qui cisaille et déplace les particules de sol. Les fréquences de vibration (opérées selon l'axe vertical uniquement) varient entre 50 et 120 -180 Hz selon les machines, et doivent être adaptées en fonction de chaque type de sol pour atteindre la fréquence de résonance. Pour des terrains indurés, mous ou hétérogènes, la gamme de fréquences est suffisamment large pour permettre au foreur de trouver aisément la fréquence optimale procurant la vitesse de pénétration la plus élevée autorisée par la pression sur l'outil. À la vibration peut également être associée de la rotation pour améliorer la foration.

Les taux de récupération des sols sont généralement assez bons, y compris sous eau (ce qui n'est pas le cas par exemple du carottier à gouges ou de la tarière). Toutefois cela reste dépendant de la lithologie rencontrée. Les types de sols pour lesquels cette technique montre ses limites sont les argiles et les marnes (qui absorbent les vibrations) et également les couches de sol très indurées. Il est indispensable de se rapprocher préalablement des foreurs pour savoir si la méthode est adaptée au type de terrain rencontré.

En général, le carottage sonique se fait à sec, hormis pour descendre le tubage à l'avancement ; dans ce cas, les carottes sous-jacentes sont humidifiées pour limiter la friction et l'échauffement supplémentaire et éviter que des déblais de forage viennent se coincer entre le carottier et le tubage. L'eau est alors perceptible sur les carottes sous-jacentes.

Certaines entreprises disposent de différentes machines avec un encombrement et une hauteur de mât différent (possibilité de rentrer dans des bâtiments à plus faible hauteur sous plafond). Par contre, la puissance de la machine est plus faible ce qui limitera la profondeur de forage.

Cette technique non destructive engendre une faible déstructuration des terrains sur les sols présents uniquement en partie annulaire de la carotte car les vibrations ne se propagent pas à l'intérieur de l'échantillon (contrairement à une carotte obtenue par battage). Elle permet de collecter un échantillon intact et de déterminer un profil vertical de concentrations sur l'horizon de sol investigué.

Le principal inconvénient de cette technique résulte d'un échauffement important des sols si le réglage de la fréquence de vibration n'est pas adapté au type de sol (avec un risque de perte par volatilisation lorsqu'on recherche des composés volatils). Par retour d'expérience, il semblerait que la température puisse atteindre environ 200 °C sur les bords externes du carottier en rotation. Il faut donc veiller à échantillonner les sols au cœur de la carotte pour limiter les pertes de composés volatils.

Cet échauffement est également constaté lors des passages de dalle béton épaisse (>1m) et/ou ferrailée sans injection d'eau. Dans ce genre de situation, il peut être nécessaire d'utiliser de **l'eau en faible quantité** pour éviter un problème de surchauffe et échantillonner les sols sous la dalle.

Pour limiter l'exposition à l'air, les carottes de sol sont placées dans une gaine souple (cf. Figure 9 et Figure 10), ou quelquefois une gaine PVC rigide. La gaine souple est utilisable tout le temps, ce qui n'est pas le cas de la gaine rigide (risque torsion/fonte dans des terrains indurés).



Dans le cadre d'une recherche de COV dans les sols, le carottier sonique peut être utilisé si cela est justifié (cela doit être enregistré et notifié dans le rapport) et en prenant certaines précautions (cf. §7.2.4).



*Figure 9 : Sondage réalisé au carottier Sonique (à gauche) -
Ensachage de la carotte (à droite et en bas).*



Figure 10 : Type de carotte extraite avec un forage Sonique.

Cette technique permet d'atteindre des profondeurs très importantes. La puissance de la machine doit être adaptée au type de terrain à forer et aux profondeurs à atteindre. Sa cadence de foration est variable selon le type de machine et les terrains rencontrés.

Le coût de mise en œuvre de cette technique reste sensiblement plus important, avec un surcoût de l'ordre de 30 % comparé aux autres techniques classiques de carottage (carottier sous gaine, carottier à gouges, ...) Elle est utilisée généralement comme solution alternative ou complémentaires à d'autres techniques dans des contextes géologiques difficiles. Néanmoins, si le coût global du diagnostic avec le Sonique est supérieur d'environ 65 % à celui réalisé à la tarière mécanique, ce surcoût peut s'amortir si cette technique est plus adaptée aux terrains rencontrés.

En résumé, la technique de forage sonique avec carottage des sols :

- est adaptée au passage de terrains délicats, dans des lithologies où les techniques de sondage par carottage classique peuvent échouer complètement ou occasionner des refus (refus sur des galets, éboulement des terrains) ;
- peut être utilisée que les composés recherchés soient organiques (peu ou pas volatils) ou inorganiques ; par contre, elle peut conduire à un échauffement important des sols et à une perte de composés volatils ;
- permet une meilleure pénétration dans les terrains ainsi que le soutènement du sondage pour éviter les éboulements (tubage extérieur de 110 à 160 mm de diamètre) simultanément au carottage ;
- facilite la réalisation de prélèvements de qualité : la foreuse sonique réalise des carottages en diamètre 100 mm, ce qui permet une bonne observation des terrains traversés ;
- permet de limiter les émissions de poussières.

À noter :

Contrairement aux autres techniques, la foreuse Sonique n'a pas été testée dans l'étude d'inter-comparaison de 2018. Nous ne disposons donc pas de données pour estimer en ordre de grandeur les écarts de concentrations avec les autres techniques de forage classiques.

7.2.3. Applicabilité des techniques de forage

Le tableau suivant présente les avantages et les limites des principales techniques de forage utilisées en France pour l'échantillonnage des sols, ainsi que leur applicabilité selon le type de polluant recherché et la nature des sols.

Ce tableau permet de comparer les techniques sur différents items : applicabilité selon les polluants, la lithologie, la profondeur, la rapidité d'exécution, le coût, l'exposition des sols à l'air, le risque de contamination croisée, l'imprécision sur la profondeur d'échantillonnage, la préservation de la structure du sol, la collecte d'échantillons non remaniés, ...

Techniques de forage	Avantages/inconvénients et applicabilité pour l'échantillonnage des sols selon la nature des sols et le type de polluants organiques (composés organiques volatils (COV) et semi-volatils (COSV))		
	Avantages	Inconvénients	Applicabilité de la technique (contexte, sol, polluant) - Impact financier
Carottier sous gaine (*)	Outil répandu Dual Tube : tubage à l'avancement réduisant le risque de pollution croisée Adapté aux sols cohésif (ex. : argile, limon, sable fin) Permet de prélever les limons et sables, même saturés en eau Permet de récupérer des échantillons intacts (non remaniés) Très bonne conservation de la lithologie Limite l'exposition des sols à l'air (carotte sous gaine) « Liner » à usage unique (pas de nettoyage entre deux passes) Meilleure conservation des carottes de sol avant le prélèvement (carotte sous gaine bouchée aux extrémités). Permet la réalisation de mesures PID (sans ouvrir la gaine) Possibilité de coupler la foration à des sondes de mesures in situ (MIP) Investigations possibles dans des bâtiments, y compris en présence d'une dalle béton (0,4 m d'épaisseur max).	Cadence de foration plus lente qu'à la tarière Difficultés de forer dans certains types de sol ce qui engendre de nombreux refus (calcaires, granites, présence de galets, ...) Risque de compaction des sols dans la carotte Récupération médiocre dans les sables, graviers et remblais graveleux Faible volume de sol disponible le diamètre de l'outil étant souvent faible Durée d'échantillonnage plus longue (découpe de carotte et de gaine) et cadence plus élevée (avec plus de moyens humains) Déchets générés propres à la technique : gaines + bouchons	Permet une caractérisation fine de la lithologie Permet une caractérisation précise de la pollution (accès à la variabilité des concentrations sur l'horizon de sol échantillonné) Convient pour les investigations exploratoires et approfondies Convient bien pour la recherche de COV (minimise le risque de volatilisation). Facilite les mesures PID avant échantillonnage (sous gaine) Adapté aux profondeurs couramment retenues en SSP Veiller à l'adéquation entre la cadence de forage et les moyens (humains et matériels) nécessaires au prélèvement (organisation de l'intervention entre le foreur et le bureau d'étude) Impact financier sur le projet : 20% de surcoût vs tarière
Carottier à gouges (*)	Outil répandu Limite la contamination croisée entre les niveaux traversés Adapté aux sols cohésifs (ex. : argile, limon, sable fin) Pénètre facilement les sols en présence d'éléments grossiers (graviers, silex) Limite la déstructuration du sol (carotte de sol peu remaniée, échantillon intact, bonne conservation de la lithologie) Permet d'accéder à des zones moins accessibles (adaptable sur un outil portatif, pour des profondeurs limitées : 3 à 5 m) : Investigations possibles dans des bâtiments Possibilité de coupler la foration à des sondes de mesures in situ Peu de déchets (réemploi des gouges)	Exposition partielle des sols à l'air (limitée aux ouvertures dans la gouge). Récupération médiocre dans les matériaux très grossiers (galets, remblais grossiers) et en zone saturée Prélèvement possible uniquement au niveau la fenêtre de la gouge (les zones inaccessibles restent néanmoins limitées) Durée d'échantillonnage plus longue (phase d'extraction des sols au niveau des gouges) Nettoyage des gouges nécessaire	Permet une caractérisation fine de la lithologie Permet une caractérisation précise de la pollution (accès à la variabilité des concentrations sur l'horizon de sol échantillonné) Peut convenir pour la recherche de COV avec un risque de sous-estimation par rapport au carottier sous gaine (risque modéré de volatilisation si le prélèvement est réalisé dès la remontée de la gouge) Adaptée aux profondeurs couramment retenues en SSP Impact financier sur le projet : 5% de surcoût vs tarière
Tarière mécanique (*)	Outil très répandu auprès des foreurs et sondeurs Peut traverser de nombreux types de sols (y compris des matériaux grossiers) : moins de risque de refus au moment de la foration Volume de sol disponible généralement plus important que par carottage Rapidité d'exécution : cadence de foration et de prélèvement (sol directement accessibles pour l'échantillonnage)	Ne permet pas de collecter des échantillons de sol intacts (non remaniés) Potentiel échauffement localisé des sols (frottements) Exposition des sols à l'air dès la remontée de la tarière Imprécision sur la profondeur d'échantillonnage et la lithologie Faible récupération si les sols sont compacts ou très meubles, et en zone saturée. Risque important de contamination croisée (notamment en raison d'un mélange de faciès lors de la remontée de l'outil avant l'échantillonnage) Echauffement des sols lors de la foration. Nettoyage des tarières nécessaire.	Permet un pré-caractérisation mais pas une caractérisation précise (du fait d'un brassage et d'une homogénéisation des sols) Risque important de sous-estimation des concentrations pour les COV Peut convenir pour la recherche de COSV Permet de constater une pollution en donnant une information globale de la qualité des sols Adaptée à tous types de sol (en dehors des sols très indurés) Mesure PID uniquement en HeadSpace dans un sac Adaptée aux profondeurs couramment retenues en SSP Impact financier sur le projet : technique la moins coûteuse
Carottier sonique	Outil peu disponible (quelques entreprises : <5) Traverse en général de nombreux types de sol (même en présence d'éléments grossiers). Technique alternative au marteau fond de trou pour les terrains indurés Permet de forer à grande profondeur Investigations possibles dans des bâtiments Très bonne conservation de la lithologie. Permet la réalisation de mesures PID (sans ouvrir la gaine) Permet de récupérer des échantillons intacts (non remaniés) Limite l'exposition des sols à l'air (système de « gaines souples ou rigides ») Volume de sol disponible généralement plus important	Présente des limites dans les sols argileux et marneux, les couches de sol très indurées. Risque d'échauffement important des sols et de perte des composés volatils (si forage à sec). Risque de perte des composés solubles (si injection d'eau) Risque de torsion/fonte des gaines rigides dans terrains indurés Encombrement important de certaines machines Déchets générés propres à la technique : gaines	Permet une caractérisation fine de la lithologie Peut convenir pour la recherche de COV avec un risque de sous-estimation en cas d'échauffement important des sols. Technique alternative utilisée pour traverser les sols dans des contextes géologiques difficiles. Profondeur de foration adaptée en contexte SSP Cadences de forage variables (selon les machines) Impact financier sur le projet (pouvant être compensée par l'efficacité du forage) : 30% de surcoût vs autres techniques de carottage et 65% de surcoût vs tarière

(*) : Techniques de forage testées en conditions réelles dans le cadre du GT échantillonnage

Tableau 3 : Avantages, inconvénients et applicabilité des techniques de forage couramment utilisées pour l'échantillonnage des sols.

7.2.4. Préparation de la zone à échantillonner pour chaque technique de forage

L'Annexe 2 présente une fiche technique [Fiche n° 4] sur la manière de préparer l'horizon de sol à échantillonner pour les trois techniques de forage testées dans le cadre de l'essai d'inter-comparaison du BRGM en 2018 (carottier sous gaine ; carottier à gouges ; tarière mécanique).

Pour le carottier Sonique, il n'y a pas de fiche technique spécifique présentée en Annexe de ce guide. Néanmoins, les recommandations suivantes formulées pour le carottier sous gaine s'appliquent également pour cette technique.

Points importants à retenir des protocoles présentés dans la Fiche n° 4 de l'Annexe 2 :

Pour les foreurs en charge de la réalisation des sondages :

- limiter au maximum la durée d'exposition des sols à l'air (ouvrir la gaine au dernier moment, juste avant l'échantillonnage, boucher les extrémités des carottes de sols en attente, ...)
- limiter les contaminations croisées en suivant des procédures adaptées (notamment le nettoyage des outils de forage).

Pour les opérateurs en charge des prélèvements de sols :

- prélever les sols dès la remontée de l'outil de forage (gouge ou tarière), ou juste après l'ouverture de la gaine (pour le carottier) ;
- avant de collecter un échantillon de sol sur la tarière ou sur la gouge, il est nécessaire de gratter et d'écarter la couche extérieure de sol pouvant provenir des horizons supérieurs qui se sont déposés lors de la remontée de l'outil.

7.3. MÉTHODES D'ÉCHANTILLONNAGE

Note : La méthode d'échantillonnage décrite dans ce chapitre comprend l'outil de prélèvement, le protocole d'échantillonnage et le mode de conditionnement.

7.3.1. Critères de choix des méthodes

Le choix de la méthode d'échantillonnage va dépendre principalement des objectifs des investigations, des caractéristiques des sols, de la nature des composés ciblés et des éventuelles contraintes organisationnelles sur le terrain.

Il est rappelé que la conception des protocoles d'investigation repose sur le jugement et l'expertise des équipes impliquées en cohérence avec les objectifs visés par l'étude.

Lors de campagnes d'investigation des sols en contexte sites et sols pollués, différentes méthodes d'échantillonnage peuvent être utilisées pour rechercher des composés organiques volatils (COV) et semi-volatils (COSV).

Les principales méthodes d'échantillonnage adaptées à la recherche des COV dans les sols sont :

- le flacon pré-rempli de méthanol ;
- l'échantillonneur à usage unique ;
- le petit cylindre d'échantillonnage en inox réutilisable ;
- le grand cylindre d'échantillonnage en inox réutilisable.

Les principales méthodes d'échantillonnage adaptées à la recherche des COSV sont :

- le flacon en verre brut ;
- le grand cylindre d'échantillonnage en inox réutilisable.

Les chapitres suivants fournissent une description des méthodes d'échantillonnage (outil de prélèvement, mode de conservation, protocole), leur applicabilité et leurs limites pour rechercher des composés volatils et semi-volatils dans les sols. Ils ont pour objectif de guider les opérateurs vers la méthode la plus appropriée à leur contexte de terrain et aux objectifs de l'étude.

7.3.2. Présentation et illustration des méthodes d'échantillonnage

7.3.2.1. Méthode d'échantillonnage pour la recherche de COV

Les méthodes d'échantillonnage décrites ci-après sont adaptées à la recherche de composés volatils dans les sols. Elles consistent à prélever et à conditionner un volume de sol connu dans a) un flacon pré-rempli de méthanol, b) un échantillonneur à usage unique, c) un petit cylindre d'échantillonnage en inox réutilisable, d) un grand cylindre d'échantillonnage en inox réutilisable.

Ces méthodes d'échantillonnage nécessitent d'utiliser un protocole d'échantillonnage spécifique pour limiter la perte de composés. Ces protocoles sont présentés en Annexe 2.

À noter que l'échantillonnage des sols avec un flacon pré-rempli de méthanol ou un grand cylindre d'échantillonnage est cité dans l'avis ministériel du 22 février 2022 applicable au contexte des ICPE pour la recherche de composés volatils dans les sols.

L'échantillonnage des sols avec un flacon pré-rempli de méthanol ou un échantillonneur à usage unique est recommandé par l'US EPA (Method 5053).

Les cylindres en inox (petit et grand volume) sont des dispositifs d'échantillonnage développés aux Pays-Bas pour la recherche de COV (Norme NEN 5743).

Actuellement, seul le flacon pré-rempli de méthanol est proposé actuellement par les laboratoires français. Les cylindres « réutilisables » en inox » et les échantillonneurs « à usage unique » peuvent être achetés auprès de différents fournisseurs, mais les laboratoires français ne proposent actuellement pas de service de nettoyage et de transport pour ces dispositifs d'échantillonnage.

Les méthodes présentées dans ce chapitre répondent aux exigences des normes actuellement en vigueur (ISO 18400-102 et 105) pour la recherche des COV (cf. § 3.2). Elles permettent de préserver la structure du sol (échantillon non remanié), de limiter la présence d'air au contact avec le sol ou de stabiliser les COV (par exemple en conservant l'échantillon de sol dans le méthanol). Leur performance a été évaluée dans différents projets et études citées au §13 (guide MACAOH de 2007 [17], études américaines [34] [35] [36] [37]) et dans des essais d'inter-comparaison (cf. § 3.6).

Ces méthodes permettent une caractérisation plus fine des polluants volatils (avec une meilleure représentativité du résultat) sous réserve qu'elles soient mises en œuvre dans les règles de l'art (cf. fiches techniques en Annexe 2).

Excepté le grand cylindre, les autres méthodes d'échantillonnage dites « faible volume » (5-25 g de sol prélevés) permettent uniquement la recherche de composés volatils et doivent être doublés par le prélèvement d'un flacon supplémentaire pour déterminer le taux de matière sèche ou rechercher d'autres composés organiques (hors COV).



L'échantillonnage dans un flacon en verre sans moyen de préservation sur le terrain (flacon brut en verre¹⁷) n'est pas recommandé pour rechercher des COV dans les sols. En effet, cette méthode peut conduire à une sous-estimation récurrente des résultats (i.e. teneur en COV dans les sols). Ce phénomène est plus ou moins important selon la nature des sols, les composés présents comme les COHV, etc. Cependant, dans certains cas particuliers (en raison des spécificités du type de sol, de la conception des investigations pour répondre aux objectifs de l'étude, ...), le flacon brut en verre peut être utilisé, à condition que cela soit justifié.

Si cette méthode est utilisée pour la recherche des COV, l'opérateur doit donc tout mettre en œuvre pour réduire les pertes de composés volatils durant la phase d'échantillonnage (cf. Annexe 2 - Fiche 5). Une justification du choix de cette méthode doit être présentée dans les rapports décrivant les travaux. Les conditions d'application et les limites de cette méthode sont présentées au 7.3.2.2.a et 7.3.3.

¹⁷ Le terme « flacon en verre sans moyen de préservation », issu de la norme 18400-301 (en cours), correspond au « flacon brut en verre » cité dans ce guide.

a. Flacon pré-rempli de méthanol

Cette méthode implique la conservation de l'échantillon de sol dans le méthanol aussitôt qu'il est prélevé sur le terrain. Elle est proposée par les laboratoires français pour la recherche de composés volatils.

L'immersion du sol dans le méthanol sur le terrain a pour objectif de stabiliser l'échantillon de sol et de ralentir l'activité biologique tout au long de la chaîne allant du prélèvement jusqu'à l'analyse en laboratoire. Un des intérêts de cette méthode est l'absence de manipulation supplémentaire des sols lors de la préparation au laboratoire.

Comme illustré sur la Figure 11, une petite proportion de sol (~16-20 g) est prélevée avec une seringue (ou un emporte-pièce) de volume connu et fournie par le laboratoire. Cette seringue est en polyéthylène, pré calibrée (~10 à 15 mL) et coupée en son extrémité.

L'utilisation de la seringue (ou de l'emporte-pièce) est à privilégier dans des sols cohésifs (sable fin, limon, argile) et possible dans certains types de sols peu ou pas cohésifs (sables plus ou moins grossiers). Ce dispositif d'échantillonnage est plus difficile à mettre en œuvre dans les sols riches en matériaux grossiers (cailloux, pierres, déchets de construction, etc.) ou dans les sols indurés (grès, granite, etc.). Les sols marneux et/ou humides peuvent parfois rester en place dans la carotte de sol par succion.

Cette méthode permet la réalisation d'un échantillon de sol non remanié (lorsque le prélèvement est effectué en une seule prise) mais très ponctuel (à un seul endroit, une seule profondeur).

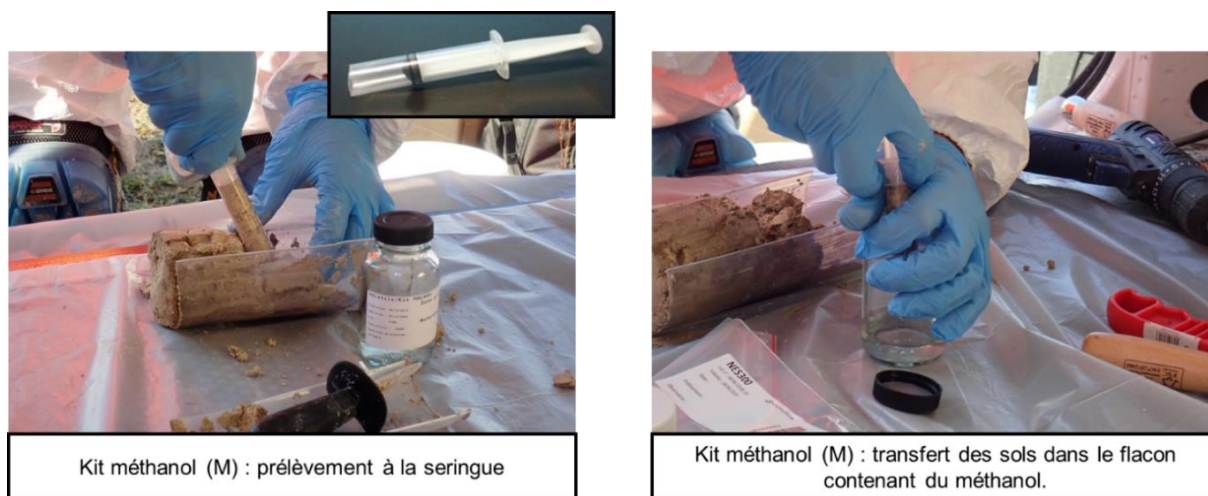


Figure 11 : Échantillonnage réalisé avec une seringue coupée calibrée et un flacon pré-rempli de méthanol.

L'échantillon de sol extrudé à partir de la seringue est introduit dans un flacon préparé par le laboratoire et rempli d'un volume défini de méthanol contenant déjà des normes internes. Les normes et guides disponibles recommandent d'utiliser un rapport masse de sol / volume de méthanol proche de 1 pour une extraction satisfaisante des COV (par ex 20 g de sol pour 20 mL de méthanol).



L'opérateur sur le terrain doit porter une attention particulière pour conserver ces proportions et éviter la perte de composés par volatilisation (composés recherchés mais également étalons internes ou traceurs éventuellement ajoutés par le laboratoire dans le flacon).

Pour contrôler sur site la quantité de méthanol dans le flacon, il peut être demandé au laboratoire de fournir un flacon témoin (type blanc de terrain) avec un trait de jauge qui serait le mètre étalon pour que l'opérateur vérifie les volumes de méthanol dans les flacons avant l'échantillonnage.

Un flacon complémentaire (sans ajout de méthanol) doit être prélevé pour connaître le taux de matière sèche. À noter que, si pour les besoins de l'étude, des analyses d'autres composés (hors COV) doivent être menées, elles pourront l'être sur ce flacon complémentaire.

Cette méthode d'échantillonnage nécessite une certaine pratique et une bonne expérience de l'opérateur, qui doit suivre un protocole rigoureux pour éviter les éclaboussures lors du remplissage du flacon et les pertes de méthanol (qui peuvent avoir des conséquences sur la qualité du résultat). Les consignes de sécurité liées à l'utilisation du méthanol sont précisées au 4.1.3.

Certains laboratoires ajoutent un traceur (ayant les mêmes propriétés que les composés recherchés) dans les flacons de méthanol envoyés sur le terrain. Le but de ce traceur est de mettre en évidence, pour chaque échantillon, un éventuel problème de qualité survenu pendant la chaîne de manipulation terrain/laboratoire et le transport (éventuels biais liés à des « erreurs » de manipulation ou à des effets non maîtrisés, durée de stockage trop longue, erreur sur le nombre de dilutions au laboratoire...).

Points d'attention sur l'utilisation des flacons pré-remplis de méthanol (kit méthanol) :

- L'approvisionnement en kit méthanol doit être anticipé car les flacons sont préparés par le laboratoire à la commande pour éviter de les stocker ;
- Les flacons de méthanol doivent être entreposés dans un endroit frais et sec avant l'échantillonnage ;
- De manière générale, il convient de stocker les kits méthanol (y compris les blancs de terrain) loin de sources potentielles de contamination par des COV ;
- Selon les laboratoires, la limite de validité (ou durée de péremption) du kit méthanol est de 1 à 3 mois. Ce délai peut être plus court en cas de fortes chaleurs. Se rapprocher du laboratoire pour se conformer aux conditions de validité ;
- Le niveau de méthanol contenu dans le flacon doit être contrôlé visuellement par le préleveur avant l'échantillonnage sur le terrain (comparer les flacons entre eux en l'absence de repère de niveau sur les flacons) ;
- Ne pas renverser le méthanol, car ce volume pré rempli par le laboratoire ainsi que le poids du flacon sont des facteurs critiques pour l'analyse ;
- Le méthanol est très volatil. Il faut donc être très vigilant quant aux températures de stockage sur le terrain pour limiter la perte de méthanol par volatilisation lors de l'ouverture du flacon si la température ambiante est trop élevée ;
- Les échantillons conservés dans le méthanol sur site doivent être placés dans des glacières avec pains de glace et envoyés rapidement au laboratoire (notamment en cas de fortes chaleurs) ;
- Le délai de stockage avant analyse peut être prolongé une fois que l'échantillon est conservé au frais au laboratoire (à valider avec ce dernier) ;
- Des consignes de sécurité liées à l'utilisation du méthanol sont présentées au § 4.1.3 ;
- Des consignes liées au transport du méthanol sont présentées au § 8.4.

(Sources : Retours des laboratoires d'analyses, étude sur la durée de conservation des flacons de méthanol : une étude de 52 semaines¹⁸).

¹⁸

<https://www.google.com/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=&cad=rja&uact=8&ved=2ahUKEwiloMfEw8X0A>

Réalisation des blancs :

Les blancs permettent de vérifier une éventuelle perte de COV ou une contamination extérieure pendant les étapes de terrain et de transport.

Le méthanol peut capter les COV qui seraient présents dans l'air ambiant (gaz d'échappement de véhicules, etc.). Ainsi, autant que possible, il est recommandé de s'éloigner des sources extérieures de contamination. Si une source potentielle de contamination ne peut être éliminée, elle doit être documentée et prise en compte lors de l'interprétation des résultats grâce au blanc de terrain.

- **Blanc de terrain** : il est recommandé de réaliser au moins un blanc de terrain par campagne d'échantillonnage. Réaliser un blanc de terrain consiste à ouvrir le flacon qui contient du méthanol (identifiée comme blanc) au même moment, et pour environ la même durée, que celle du prélèvement de l'échantillon de sol choisi. Le blanc est utilisé au point d'échantillonnage le plus susceptible de présenter des sources potentielles de contamination de l'air ;
- **Blanc de transport** : un blanc de transport peut accompagner les envois d'échantillons. Le flacon représentant le blanc de transport contient la même quantité de méthanol que les flacons d'échantillonnage. Cependant, il n'est jamais ouvert et on le place dans la glacière avec les échantillons destinés à l'analyse des COV. Puisque le blanc de transport est destiné à contrôler une éventuelle contamination des contenants ou des échantillons pendant le transport, il est indispensable de le placer dans la même glacière que les contenants destinés à l'analyse des COV.

b. Échantillonneur à usage unique

Ce dispositif d'échantillonnage hermétique est conçu spécifiquement pour la recherche de composés volatils. Il permet de collecter des échantillons de sol avec un minimum de manipulation, et sans l'emploi de méthanol ou autre agent de préservation sur le terrain. Il consiste à prélever les sols directement dans le terrain ou sur la carotte de sol, avec un échantillonneur bouché hermétiquement aux extrémités et envoyé au laboratoire.

La Figure 12 présente deux modèles d'échantillonneur (EnCoreMD^{MD} et ESS Core N'One^{MD}).



Figure 12 : Échantillonneurs à usage unique (exemple de dispositifs EnCore^{MD} et ESS Core N'One^{MD}).

[hWJy4UKHUNsAYgQFnoECA4QAQ&url=https%3A%2F%2Fcdnmedia.eurofins.com%2Feurofins-america%2Fmedia%2F138639%2Fcov.pdf&usg=AOvVaw1efebbiCfl7TEUij4jKbvJ](https://www.bvna.com/fr/insight/duree-de-conservation-des-flacons-de-methanol-une-etude-de-52-semaines)
<https://www.bvna.com/fr/insight/duree-de-conservation-des-flacons-de-methanol-une-etude-de-52-semaines>

Comme illustré sur la Figure 13, cette méthode consiste à prélever une faible proportion de sol sur l'outil de forage ou la carotte de sol, avec un échantillonneur équipé d'une capsule hermétique en téflon à usage unique, bouchée hermétiquement et envoyée au laboratoire. Les échantillonneurs disponibles dans le commerce ont un volume compris entre 3 et 15 mL ce qui permet le prélèvement de 5 à 25 g de sol.



Figure 13 : Collecte d'un échantillon de sol avec un échantillonneur à usage unique (capsule hermétique en téflon)

Ce dispositif permet de préserver la structure de l'échantillon de sol lors la phase d'échantillonnage, avec le prélèvement d'un échantillon ponctuel et non remanié (lorsque le prélèvement est effectué en une seule prise), ce qui limite les pertes de composés volatils. Cependant, en raison du potentiel microbien de dégradation, les échantillons doivent être placés dans des glacières avec pains de glace et expédiés rapidement vers le laboratoire (cf. § 8).

L'échantillonneur, une fois pris en charge par le laboratoire, ne nécessite pas d'étape de sous-échantillonnage, mais une étape de manipulation est nécessaire pour le démoulage / extrusion de la totalité du sol directement dans un flacon pré-rempli de méthanol. Il est jeté après usage (ne peut pas être réutilisé pour une autre campagne d'échantillonnage).

Comme pour la seringue du kit méthanol, cet échantillonneur est utilisé préférentiellement dans des dans des sols cohésifs (sable fin, limon, argile), et possible dans certains types de sols peu ou pas cohésifs (sables plus ou moins grossiers). Ce dispositif d'échantillonnage est plus difficile à mettre en œuvre dans les sols riches en matériaux grossiers (cailloux, pierres, déchets de construction, etc.) ou dans les sols indurés (grès, granite, etc.).

Cette méthode n'a pas fait l'objet d'essais d'inter-comparaison dans le cadre du GT « échantillonnage » en 2018. Néanmoins, ces méthodes sont utilisées depuis les années 90 aux États-Unis et ont donné lieu à des documents normatifs de l'ASTM et méthodologiques de l'US EPA mentionnées dans la bibliographie ([34][35][36][37]). Des études bibliographiques ont également permis d'évaluer les performances de ce dispositif (cf. §13 [40] [41] [42] [43]).

c. Petit cylindre d'échantillonnage (emporte-pièce en inox)

Ce dispositif d'échantillonnage hermétique rempli *ex situ* est conçu spécifiquement pour rechercher des composés volatils. Il permet de préserver la structure de l'échantillon de sol dès la phase d'échantillonnage, avec le prélèvement d'un échantillon ponctuel et non remanié (lorsque le prélèvement est effectué en une seule prise). Il présente l'avantage de conserver la

structure du sol et de ne pas nécessiter l'utilisation de méthanol sur le terrain, ce qui réduit les risques potentiels d'exposition pour les personnes exécutant les travaux.

Il consiste à utiliser un emporte-pièce en inox disposant d'un joint hermétique, ce qui limite les pertes de composés volatils. Cependant, en raison du potentiel microbien de dégradation, les échantillons doivent être placés dans des glacières avec pains de glace et expédiés rapidement vers le laboratoire (cf. § 8).

Comme illustré sur la Figure 14, l'échantillon de sol est prélevé à l'aide d'un emporte-pièce en inox de 16 mL (équivalent à environ 25 g de sol) qui est ensuite bouché hermétiquement aux deux extrémités et envoyé au laboratoire.

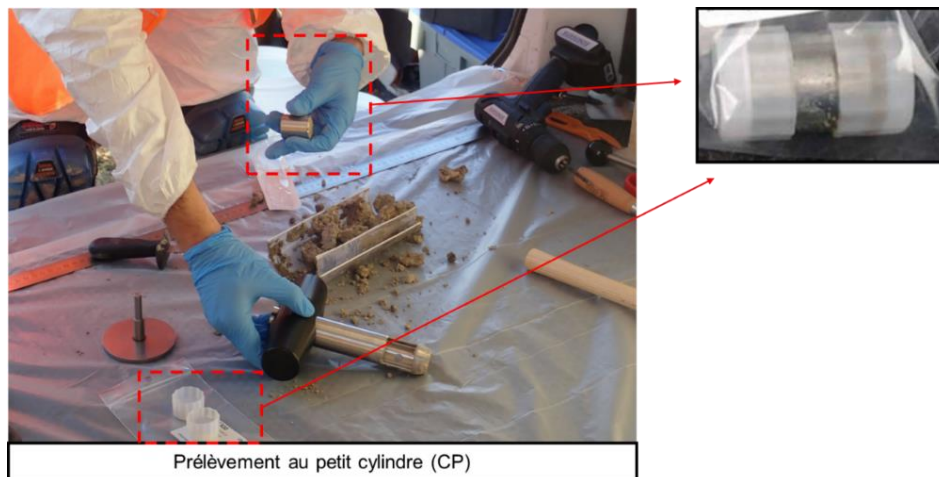


Figure 14 : Échantillonnage avec un petit cylindre d'échantillonnage (emporte-pièce en inox rempli et bouché hermétiquement aux extrémités).

Le petit cylindre est utilisé préférentiellement dans des sols cohésifs (sable fin, limon, argile) et possible dans certains types de sols peu ou pas cohésifs (sables plus ou moins grossiers). Ce dispositif d'échantillonnage est plus difficile à mettre en œuvre dans les sols riches en matériaux grossiers (cailloux, pierres, déchets de construction, etc.) ou dans les sols indurés (grès, granite, etc.).

Ce dispositif peut être martelé dans des sols graveleux. L'emporte-pièce en acier inoxydable est assez résistant et peut (après nettoyage) être réutilisé.

Une fois pris en charge par le laboratoire, il ne nécessite pas d'étape de sous-échantillonnage, mais une étape de manipulation est nécessaire pour le démoulage / extrusion de la totalité du sol directement dans un flacon pré-rempli de méthanol.

Cette méthode d'échantillonnage, utilisée aux Pays-Bas, a été testée lors des deux essais d'inter-comparaison des méthodes d'échantillonnage (cf. § 3.6).

Les résultats de l'essai d'inter-comparaison, mené par BURGEAP en 2015 [18] et dans le cadre du GT « échantillonnage » en 2018 [19] ont montré des écarts de concentrations modérés à très significatifs entre cette méthode et le kit méthanol, en lien avec les difficultés d'échantillonnage et de préparation au laboratoire imputables à la nature du sol (difficultés pour collecter le sol en une seule prise, ou pour remplir complètement le cylindre en présence de matériaux grossiers). Ce dispositif doit être utilisé dans des conditions d'échantillonnage et d'analyses appropriées pour donner des résultats fiables.

d. Grand cylindre d'échantillonnage en inox

Cet échantillonneur a été développé aux Pays-Bas [47] pour la recherche des composés volatils dans le cadre d'un échantillonnage qui est réalisé *in situ*. Il s'agit d'un cylindre d'échantillonnage en inox de grand volume (226 mL).

Comme illustré sur la Figure 15, ce dispositif permet la collecte d'échantillons de sol en surface, en fond de forage ou dans une tranchée. Le cylindre peut être utilisé si besoin avec un équipement de forage manuel ou motorisé. Il est enfoncé dans le sol sur une profondeur comprise entre 5 et 10 cm (correspondant à la longueur du tube) et rempli *in situ*. Il est ensuite bouché hermétiquement aux deux extrémités et transmis directement au laboratoire.

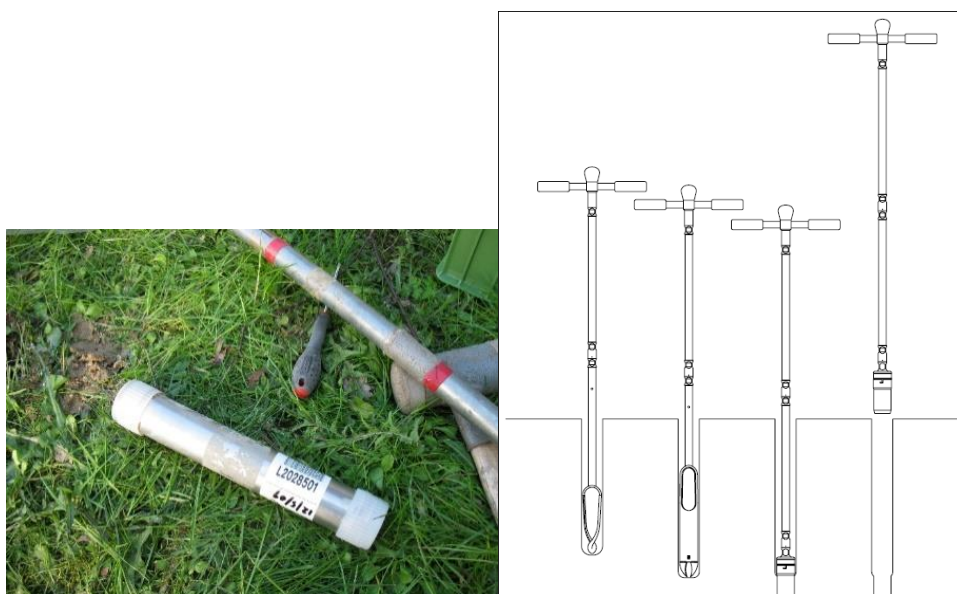


Figure 15 : Grand cylindre d'échantillonnage en inox.

Cette méthode permet de prélever des échantillons non remaniés et de limiter l'exposition à l'air. Par contre, il n'est pas possible de visualiser la zone échantillonnée lors du remplissage du cylindre *in situ* ce qui limite la prise d'informations sur la typologie du sol, les indices de pollution et ne permet pas de procéder à des mesures PID.

Ce cylindre en acier inoxydable est assez résistant mais son utilisation est à privilégier dans des sols cohésifs (sable fin, limon, argile) et possible dans certains types de sols peu ou pas cohésifs (sables plus ou moins grossiers). Ce dispositif d'échantillonnage peut être difficile à mettre en œuvre dans les sols riches en matériaux grossiers (cailloux, pierres, déchets de construction, etc.) ou dans les sols indurés (grès, granite, etc.).

Compte tenu du volume de sol prélevé, le laboratoire doit procéder à un sous-échantillonnage des sols dans le cylindre pour l'analyse spécifique des COV (20 g de prise d'essai pour environ 300 g de sol prélevé) avec un risque de perte des composés volatils lors de cette étape.

Cette méthode n'a pas fait l'objet d'essais d'inter-comparaison dans le cadre du GT « échantillonnage » en 2018. Néanmoins, cette méthode est couramment utilisée aux Pays-Bas et des études bibliographiques permettant d'évaluer ses performances sont disponibles (cf. §13 [47]).

7.3.2.2. Méthode d'échantillonnage pour la recherche des COSV.

Les méthodes d'échantillonnage décrites ci-après conviennent bien à la recherche de composés organiques semi-volatils (types hydrocarbures C_{10} - C_{16} , HAP, PCB, etc.). Elles consistent à prélever et à conditionner un grand volume de sol dans : a) un flacon en verre brut ou b) un grand cylindre d'échantillonnage en inox réutilisable.

Ces méthodes d'échantillonnage dites « grand volume » (400-600 g de sol prélevés) permettent la recherche d'une large gamme de composés sur le même échantillon (par ex : taux de matière sèche, composés organiques et inorganiques).

Les protocoles de ces méthodes d'échantillonnage sont présentés en Annexe 2.

a. Flacon en verre brut

En France, le flacon en verre brut reste la méthode d'échantillonnage la plus couramment utilisée lors des campagnes d'investigations sur les sols. En routine, le flacon présente moins de contraintes (facilité d'utilisation, adapté à différentes typologies de sols) et ne génère pas de surcoût lors de la commande d'analyses.

Comme illustré sur la Figure 16, cette méthode d'échantillonnage consiste à collecter les sols avec l'aide d'une truelle, d'une spatule, ou avec des gants en nitrile, et à les conditionner dans un flacon en verre brut rempli au maximum, bouché hermétiquement et envoyé au laboratoire. Selon les laboratoires, le volume du flacon varie de 250 à 375 mL, soit environ 400 à 600 g de sol échantillonné selon sa densité.

Cette méthode ne permet pas formellement de réaliser un échantillon de sol non remanié (déstructuration plus ou moins importante du sol lors de la manipulation et du remplissage du flacon). Par contre, elle permet de prélever un plus grand volume de sol avec différentes granulométries représentatives des sols en place si elles présentent un intérêt pour l'étude. Pour les COSV, l'échantillon étant généralement homogénéisé dans la phase de prétraitement au laboratoire, la concentration résultante est représentative de l'ensemble du volume de l'échantillon reçu.



Figure 16 : Échantillonnage réalisé avec un flacon en verre brut.

Sur le terrain, compte tenu de la présence de composés organiques semi-volatils susceptibles d'être perdus lors de l'échantillonnage, du stockage et du transport, l'opérateur doit suivre un protocole adapté (cf. § 7.3.4 et Annexe 2 - Fiche 5) permettant de limiter les pertes par volatilisation et biodégradation lors de la manipulation des sols (en limitant la déstructuration du sol, en évitant autant que possible la présence d'air dans le flacon,) et en constituant l'échantillon le plus rapidement possible.

Pour les mêmes raisons, l'échantillon de sol doit être placé au frais, à l'abri de la lumière et envoyé rapidement au laboratoire (cf. § 8).

b. Grand cylindre d'échantillonnage en inox « grand volume »

Ce dispositif d'échantillonnage grand volume (226 mL) est présenté dans la partie concernant l'échantillonnage des COV, car il a été conçu pour rechercher ce type de composés, dans le cadre d'un échantillonnage qui est réalisé *in situ*.

Cette méthode permet néanmoins de collecter un échantillon de sol non remanié et l'analyse en laboratoire d'une large gamme de composés (composés organiques et inorganiques, taux de matière sèche, ...).

Le protocole d'échantillonnage décrit en en Annexe 2 reste le même pour l'analyse des COSV.

7.3.3. Applicabilité des méthodes d'échantillonnage

Les tableaux suivants présentent une synthèse des méthodes d'échantillonnage présentées dans le chapitre précédent. Ils intègrent notamment pour chaque méthode :

- une description synthétique de la méthode ;
- les avantages et inconvénients liés à son utilisation au regard de différents items (utilisation des outils de prélèvement, type d'échantillon, volume de sol prélevé, type d'analyses, contraintes liées à la logistique ou la sécurité, ...) ;
- son applicabilité selon le contexte de l'étude et les objectifs visés, ainsi que l'impact financier sur le projet.

Avantages/inconvénients et applicabilité des méthodes d'échantillonnage pour la recherche des COV				
	Description de la méthode	Avantages (**)	Inconvénients	Applicabilité de la méthode
Flacon pré-rempli de méthanol	Echantillonnage des sols ex situ à l'aide d'une seringue calibrée coupée en son extrémité (10-15 mL), puis introduction de l'échantillon de sol dans un flacon pré-rempli de méthanol envoyé au laboratoire.	Facilité de mise en œuvre dans des sols cohésifs (sable fin, limon, argile) et dans certains types de sols peu ou pas cohésifs (sables moyens à grossiers). Echantillon ponctuel et non remanié. Echantillonnage rapide dans les sols cohésifs. Préservation dans le méthanol dès la phase d'échantillonnage. Contrôle qualité de la phase d'échantillonnage et de conditionnement du site au laboratoire (ajout d'un traceur). Contrôle qualité (blancs de terrain et de transport). Aucune préparation physique au laboratoire. Possibilité d'analyser plusieurs fois les COV à partir de l'extrait méthanolique.	Seringue (ou emporte-pièce) difficile, voire impossible à utiliser en présence de remblais, matériaux grossiers ou dans un sol induré. Présence de méthanol sur site (exposition des opérateurs). Risques d'éclaboussures lors de l'introduction du sol dans le flacon. Besoin d'un flacon spécifique pour la matière sèche (MS). Risque de perte de méthanol par volatilisation en cas de fortes chaleur (lors de l'ouverture du flacon). Production de déchets (seringues à usage unique).	Permet uniquement la recherche de COV Utilisée en général dans le cadre d'investigation approfondie. Nécessite une formation spécifique des opérateurs. Transport du méthanol réglementé voire interdit (transport aérien). Surcoût demandé par le laboratoire pour la préparation et la livraison du kit méthanol. Surcoût à prévoir pour la constitution d'échantillons complémentaires, ainsi que pour les blancs de terrain et de transport.
Petit cylindre d'échantillonnage en inox réutilisable	Echantillonnage de sol ex situ à l'aide d'un emporte-pièce en inox (16 mL), bouché hermétiquement aux extrémités et envoyé au laboratoire.	Facilité de mise en œuvre dans des sols cohésifs (sable fin, limon, argile) et dans certains types de sols peu ou pas cohésifs (sables moyens à grossiers). Echantillon ponctuel et non remanié. Résistant : cylindre en inox. Réutilisable (pas de déchet produit). Bouchons hermétiques (limite la volatilisation). Aucune utilisation de méthanol sur le terrain (réduction des risques d'exposition pour les personnes en charge de l'échantillonnage). Echantillonneur réutilisable (pas de déchet produit).	Dispositif d'échantillonnage difficile, voire impossible à utiliser en présence de remblais, matériaux grossiers, ou dans un sol induré. Difficulté à introduire ou retirer le cylindre du marteau carottier. Marteau-carottier pas toujours facile à utiliser (maîtrise du remplissage, encombrement dans les gaines des carottages, nettoyage du marteau). Difficultés pour fermer le cylindre avec les bouchons hermétiques (compression d'air/d'eau ou des sols). Besoin d'un flacon spécifique pour la matière sèche (MS). Etape de démoulage de l'échantillon de sol au laboratoire. Contrainte de nettoyage et de logistique avec le laboratoire.	Permet uniquement la recherche de COV. Utilisée en général dans le cadre d'investigation approfondie. Possibilité de réaliser d'autres campagnes d'échantillonnage une fois que le cylindre a été correctement nettoyé. Surcoût à prévoir pour l'achat d'un lot d'échantillonneurs réutilisables (pas de fourniture par les laboratoires). Surcoût à prévoir pour la constitution d'échantillons complémentaires
Echantillonneur à usage unique (*)	Échantillonnage de sol ex situ à l'aide d'un échantillonneur hermétique à usage unique (3 à 15mL), bouché hermétiquement aux extrémités et envoyée au laboratoire.	Facilité de mise en œuvre dans des sols cohésifs (sable fin, limon, argile) et dans certains types de sols peu ou pas cohésifs (sables moyens à grossiers). Echantillon ponctuel et non remanié. Echantillonnage rapide dans les sols cohésifs. Fermeture hermétique (limite la volatilisation). Aucune utilisation de méthanol sur le terrain (réduction des risques d'exposition pour les personnes en charge de l'échantillonnage). Aucune contrainte de nettoyage et de logistique avec le laboratoire.	Dispositif d'échantillonnage difficile, voire impossible à utiliser en présence de remblais, matériaux grossiers ou dans un sol induré. Besoin d'un flacon spécifique pour la matière sèche (MS). Etape de démoulage de l'échantillon de sol au laboratoire. Production de déchets (capsules à usage unique).	Permet uniquement la recherche de COV. Utilisée en général dans le cadre d'investigation approfondie. Surcoût à prévoir pour l'achat d'un lot d'échantillonneurs à usage unique (pas de fourniture par les laboratoires). Surcoût à prévoir pour la constitution d'échantillons complémentaires.
Grand cylindre d'échantillonnage en inox (*)	Échantillonnage de sol <i>in situ</i> à l'aide d'un grand cylindre en inox (226 mL), bouché hermétiquement aux extrémités et envoyé au laboratoire.	Facilité de mise en œuvre dans des sols cohésifs (sable fin, limon, argile) et dans certains types de sols peu ou pas cohésifs (sables moyens à grossiers). Echantillon ponctuel et non remanié Échantillonnage <i>in situ</i> (pas d'exposition des sols à l'air). Résistant : cylindre en inox. Réutilisable (pas de déchet produit). Bouchons hermétiques (limite la volatilisation). Détermination du taux de MS sur le même échantillon.	Dispositif d'échantillonnage parfois difficile à utiliser en présence de remblais, matériaux grossiers ou de sols indurés. Aucune visibilité des sols et des indices de pollution lorsque le cylindre est enfoncé dans le sol et rempli in situ. Etape de sous-échantillonnage au laboratoire. Contrainte de nettoyage et de logistique avec le laboratoire.	Permet également de mutualiser l'échantillonnage pour d'autres composés (organiques, inorganiques, ...). Outil de prélèvement in situ utilisé pour caractériser les sols de surface. L'utilisation d'un avant trou avec une tarière manuelle permet de prélever les sols avec le cylindre à plus grande profondeur. Surcoût à prévoir pour l'achat d'un lot d'échantillonneurs réutilisables (pas de fourniture par les laboratoires).

Avantages/inconvénients et applicabilité des méthodes d'échantillonnage pour la recherche des COSV:				
	Description de la méthode	Avantages (**)	Inconvénients	Applicabilité de la méthode (contexte d'étude, impact financier)
Flacon en verre brut	Echantillonnage de sol à l'aide d'une truelle, d'une spatule ou avec des gants, puis conditionnement dans un flacon en verre (250-375 mL) brut (sans l'ajout de méthanol sur le terrain), bouché hermétiquement et transmis au laboratoire.	Applicable à différents types de sol. Outil de prélèvement simple d'utilisation (truelle, spatule). Permet d'échantillonner des sols de différentes granulométries (boulettes d'argile, graviers fins à moyens...). Fermeture hermétique (limite la volatilisation). Détermination du taux de MS sur le même échantillon.	Difficultés parfois à remplir la totalité du flacon dans selon le type de sol ou le volume de sol disponible sur l'outil de forage. Ne permet pas formellement la réalisation d'un échantillon non remanié (déstructuration du sol induite par la manipulation des sols lors du remplissage du flacon). Prend généralement un peu plus de temps que les autres méthodes lors de la collecte de l'échantillon (temps de remplissage du flacon). Nettoyage nécessaire des outils de prélèvement (truelle, ...). Production de déchets (flacons et bouchons jetés après usage).	Permet également de mutualiser l'échantillonnage pour d'autres composés (organiques, inorganiques, ...). Pratique bien connue des opérateurs sur le terrain. Convient bien pour la recherche de COSV et d'autres composés (organiques non volatils, inorganiques, ...) Pas de surcoût demandé par le laboratoire pour le flaconnage.
Grand cylindre d'échantillonnage en inox (*)	Cf. Description dans la partie COV	Cf. Avantages de la méthode dans la partie spécifique aux COV	Cf. Inconvénients de la méthode dans la partie spécifique aux COV	Cf. applicabilité dans la partie spécifique aux COV

(*) : Méthodes non testées dans le cadre de l'essai d'inter-comparaison du GT échantillonnage mais études de performance disponibles dans la bibliographie

(**) Le texte présenté dans la colonne avantages n'est valable que dans des conditions d'échantillonnage appropriées

Tableau 4 : Avantages, inconvénients et applicabilité des méthodes d'échantillonnage présentées dans ce guide.

7.3.4. Protocoles des méthodes d'échantillonnage

Des protocoles d'échantillonnage sont proposés en Annexe 2 de ce guide [Fiche n°5] pour les 5 méthodes d'échantillonnage présentées dans ce guide :

- Méthode 1 - Échantillonnage des sols avec un kit méthanol
- Méthode 2 - Échantillonnage des sols avec un échantillonneur à usage unique
- Méthode 3 - Échantillonnage des sols avec un petit cylindre d'échantillonnage en inox
- Méthode 4 - Échantillonnage des sols avec un grand cylindre d'échantillonnage en inox
- Méthode 5 - Échantillonnage des sols avec un flacon en verre brut

Pour chacune des méthodes, ces protocoles décrivent les différentes étapes d'échantillonnage qui leur sont propre pour permettre de préserver au maximum la structure du sol (lors de la manipulation de l'échantillon), limiter l'exposition à l'air (durant l'échantillonnage sur site et lors du conditionnement en flacon ou cylindre) et ralentir le processus de dégradation biologique (stockage en glacière au froid sur site et pendant le transport).

Points importants à retenir des protocoles présentés dans la Fiche n° 5 de l'Annexe 2 :

Précautions à prendre par l'opérateur pour collecter les échantillons de sols :

- limiter la durée d'exposition du sol à l'air et **prélever le plus rapidement possible** ;
- introduire l'échantillon de sol dans son contenant sans trop le compacter ;
- **remplir les récipients jusqu'à ras bord** pour minimiser l'espace d'air ambiant ;
- nettoyer les bords du flacon ou du cylindre afin de le **fermer hermétiquement** ;
- placer les **échantillons au frais et à l'obscurité** (glacière avec pains de glace congelés) ;
- **expédier rapidement l'échantillon de sol vers le laboratoire**, afin que le délai entre la réalisation du prélèvement et son traitement au laboratoire soit respecté (voir § 8).

Pour chacune des méthodes, **l'application de ces protocoles permet** de limiter la perte de composés par volatilisation ou biodégradation, et donc de tendre vers **une meilleure représentativité des résultats**. **Il est donc indispensable que l'ensemble de ces étapes soit parfaitement tracé**, notamment dans le cas où des difficultés seraient rencontrées (par ex : délai plus important que prévu entre la date de prélèvement et celle de l'analyse) ce qui permettra d'introduire une notion de pondération sur l'interprétation des résultats le cas échéant.

Lors des campagnes d'investigations sur les sols, le programme analytique peut porter non seulement sur les composés organiques volatils (COV), mais aussi sur les composés organiques semi-volatils (COSV) et non volatils. Dans ce cas, les protocoles permettant de préserver au maximum l'échantillon de sol sont à mettre en œuvre pour l'ensemble des composés recherchés.

7.3.5. Tutoriel des méthodes d'échantillonnage

Un tutoriel a été élaboré par le BRGM pour exposer les grands principes d'échantillonnage et décrire les bonnes pratiques à chaque étape. Il s'adresse aux opérateurs en charge de

l'échantillonnage des sols lors des diagnostics de sites et sols (potentiellement) pollués. Il présente trois méthodes d'échantillonnage des sols (petit cylindre, le kit méthanol et le flacon brut) pour la recherche de composés organiques (notamment les volatils), et décrit les principales causes de perte de ces composés.



Figure 17 : Photographie du tournage du film sur les méthodes d'échantillonnage des sols (19/10/2018).

Ce tutoriel a pour objectif d'améliorer les pratiques d'échantillonnage de sols, en apportant les informations essentielles pour la mise en œuvre de bonnes pratiques sur le terrain. Il ne porte pas sur la stratégie d'échantillonnage en tant que telle, qui doit être définie préalablement selon le contexte et les objectifs visés, et ne préjuge pas non plus de l'adéquation entre les différentes méthodes et les objectifs des investigations.

⇒ Ce tutoriel est diffusé dans la rubrique consacrée aux sites et sols pollués du site internet ssp-Infoterre du BRGM : <http://ssp-infoterre.brgm.fr/actualites/animation-prelevements-sols-composes-organiques>.

Il existe aussi des tutoriels spécifiques à l'utilisation des échantillonneurs hermétiques utilisés à l'international (par ex : EnCore®). Ils sont disponibles via les liens suivants :

- <https://www.youtube.com/watch?v=pCcNP7DVQ0>
- <https://www.ennovativetech.com/interactive-media/movies>

7.4. NETTOYAGE DES OUTILS DE FORAGE ET DE PRÉLÈVEMENT

La collecte des échantillons de sols doit être réalisée uniquement avec des outils de composition chimique inerte (par ex : truelle en acier inoxydable pour la recherche de composés organiques). Pour plus de détail, des recommandations concernant les outils de prélèvement sont données dans la norme ISO 18400-102 (§ 7.3) [3].

Les outils de forage (tarière, gouge) et de prélèvement (truelle, couteau, porte cylindre) sont nettoyés avant le début du chantier et au cours des investigations (a minima entre deux sondages) pour éviter toute contamination croisée, en particulier lors de passage dans des zones fortement impactées ou si des traces sont recherchées.

Les gants sont changés régulièrement, *a minima* à chaque changement de faciès ou en cas d'indice de pollution, et systématiquement à chaque nouveau point de sondage.

Cette opération de nettoyage peut être réalisée dans trois bacs différents (cf. illustration d'un dispositif de nettoyage sur la Figure 18) :

- un bac contenant de l'eau propre avec un agent nettoyant : bac n° 1 sur la photo ;
- deux bacs de rinçage à l'eau claire : bacs n° 2 et n° 3 sur les photographies suivantes.



Figure 18 : Illustration d'un dispositif de nettoyage des outils de prélèvement (à gauche) et de forage (à droite).

Dans le cadre de l'essai du BRGM en 2018, les outils ont été nettoyés à l'aide d'une solution de 2-5 % de DECON 90® (agent tensio-actif de nettoyage et/ou de décontamination radioactive). Ce produit est efficace pour nettoyer les outils mais rend plus difficile le traitement des eaux sur charbon actif.

Les eaux de nettoyage ont ensuite été stockées, décantées et traitées sur charbon actif (cf. illustration du dispositif de traitement sur la Figure 19).

1. Bacs de rinçage
2. Tuyau de remplissage
3. Citerne de stockage et de décantation
4. Bidon de charbon actif



Figure 19 : Illustration d'un dispositif de traitement des eaux de nettoyage sur charbon actif.

À noter : le coefficient de charge du charbon actif étant compris entre 25 et 30 %, il convient de s'assurer d'un volume de charbon actif adapté au volume d'eau de nettoyage et de la charge en polluants. Par ailleurs, le charbon actif devra avoir une surface spécifique minimale de 750 à 1 000 m²/gr et une granulométrie comprise entre 1 et 3 mm.

Les eaux traitées doivent faire l'objet d'une gestion selon la réglementation et les règles de l'art. Selon le contexte, elles peuvent être rejetées au réseau d'assainissement (eaux usées ou eaux pluviales avec une convention d'autorisation de rejet établie entre le maître d'ouvrage, l'exploitant du réseau et le prestataire), dans une station de traitement présente sur site ou dans le milieu naturel (avec une autorisation au titre de la loi sur l'eau). Dans d'autres cas, en l'absence de convention spécifique et de point de rejet, ces eaux peuvent être éliminées en centres agréés.

Quel que soit le volume ou la quantité mis en jeu, dès lors qu'un rejet est opéré, celui-ci doit être contrôlé et sa modalité de gestion précisée. Pour le cas des ICPE, se référer à l'arrêté du 02/02/1998 « relatif aux prélèvements et à la consommation d'eau ainsi qu'aux émissions de toute nature des installations classées pour la protection de l'environnement soumises à autorisation ».

7.5. MESURES SEMI-QUANTITATIVES DES COMPOSÉS VOLATILS SUR SITE

7.5.1. Les principaux types d'appareils et d'outils pour la mesure des composés volatils et semi-volatils sur site dans les sols, les gaz du sol et l'air ambiant

Les appareils de mesure des composés volatils sur site peuvent être utilisés selon deux objectifs :

- pour protéger les travailleurs sur le terrain (cf. § 4.1.3) ;
- pour adapter la stratégie d'échantillonnage sur le site, en fonction des valeurs mesurées par l'appareil.

Les appareils, ou outils de mesures sur site, dites de « screening », permettent de détecter de nombreuses familles de composés volatils et leur gamme de concentrations. Certains sont spécifiques à une famille de composés, d'autres détectent un ensemble de composés volatils, sans distinction. Ils peuvent ainsi être utilisés pour réduire le nombre d'échantillons de sol à analyser en laboratoire, orienter une campagne d'investigations et/ou donner une première idée de l'étendue d'une pollution. L'information fournie par ces outils est, de manière générale, semi-quantitative.

Les **analyseurs de gaz** (type FID ou PID) sont des appareils non spécifiques. L'appareil de mesure le plus classiquement utilisé est le détecteur à photo-ionisation (PID) (présenté en § 0). Le FID (« Flame Ionisation Detector ») prélève les gaz à l'aide d'une pompe. Les gaz sont alors acheminés vers une cellule de combustion comprenant un brûleur (méthode destructive). Les composés organiques, s'ionisent en présence d'oxygène. La mesure est basée sur la proportionnalité du courant d'ionisation à la concentration en carbone total du gaz à mesurer.

D'autres **analyseurs multi-gaz** tels que l'O₂, le CH₄, le CO₂, l'H₂S, etc., sont également souvent utilisés sur les chantiers. Outre les aspects en lien avec la sécurité des travailleurs, ces composés peuvent apporter des éléments de compréhension sur les pollutions présentes (présence, migration, dégradation de polluants, etc.).

Pour des substances telles que le mercure gazeux, le benzène ou le formaldéhyde, des appareils de mesures spécifiques existent. Ces appareils permettent de procéder à des mesures en continu. Néanmoins, ils sont préférentiellement utilisés pour des mesures de la qualité de l'air intérieur (et extérieur).

Les **appareils à infrarouge** (RemScan™) peuvent également être utilisés pour la semi-quantification des hydrocarbures, sur des fractions C₁₀-C₃₆. La limite de quantification sur ce type d'appareils est de l'ordre de 100 à 300 mg/kg.

Les **kits de dosage rapide** sont des techniques semi-quantitatives. Ils sont spécifiques à un composé ou une famille de composés et pour certains à une gamme de valeurs. Ils peuvent détecter différents types de composés : HAP, BTEX, PCB, COHV, etc. Il existe deux types de dosage :

- **kit colorimétrique** (ex : type Dräger®, kit Petroflag) : ces tubes permettent une lecture immédiate du résultat sur le terrain. Ils sont constitués d'un réactif chimique absorbé sur un support interne. La présence d'un polluant se traduit par un changement de couleur, avec une corrélation entre intensité colorimétrique et concentration, qui peut s'interpréter soit visuellement avec des chartes standards, soit instrumentalement par spectrophotométrie. Ces tubes couvrent des gammes de concentration allant de 0.1 ppm à plusieurs milliers de ppm ;

- **kit immuno-enzymatique** (*moins courant*) : ce kit utilise le dosage immunologique, c'est-à-dire qu'il utilise des anticorps fixés sur un support solide, spécifiques à l'analyte recherché (ici le polluant) pour lier et enlever sélectivement l'analyte recherché d'une matrice. Ainsi, l'analyte recherché est mélangé à un réactif (avec une enzyme) et à l'anticorps, puis à un indicateur coloré. La teneur du complexe analyte-anticorps est ensuite déterminée par comparaison d'intensité de couleur par rapport à des étalons ou par spectrophotométrie. Ce kit permet avec une lecture du résultat sur le terrain, après quelques minutes d'attente.

Point d'attention sur la prise de connaissance des conditions et limites d'utilisation :

- les appareils de mesure sur site ne sont pas adaptés à tous les composés volatils et peuvent nécessiter un **étalonnage, une maintenance et un contrôle régulier** ;
- la plupart de ces appareils reste sensible aux conditions de terrain et notamment à l'humidité des sols et l'humidité ambiante, ainsi qu'aux variations de température ;
- la bonne utilisation de certains appareils peut nécessiter des formations spécifiques.

Pour plus de détail, se référer au document suivant :

- « Outils de mesure sur site : quel besoin et quelles mesures pour quelle utilisation ? »[28] ;
- « Guide diagnostics des sites et sols pollués [30].



Selon la norme NFX 31-620-1, « *Qualité du sol – Prestations de services relatives aux sites et sols pollués – Partie 1 : Exigences générales (Annexe B)* », l'appareil de mesure sur site pour les gaz type PID ou équivalent fait partie de la liste des matériels et équipements que tout prestataire intervenant dans les domaines A, B et C doit au minimum détenir en propre dans chacun de ses établissements. »

Conformément à la norme NFX 31-620 [1] partie 1, les différents types d'appareil de mesure doivent faire l'objet d'un entretien régulier. Les procédures ou instructions écrites d'entretien, de maintenance, de vérification/de contrôle de bon fonctionnement et d'étalonnage des matériels et équipements (et si besoin de calibration) sont à mettre en œuvre par les prestataires propriétaires de ces appareils. Les éléments de preuve doivent être conservés. Pour exemple, la fiche d'entretien précise *a minima* le n° d'identification de l'appareil testé, ses caractéristiques, la procédure d'étalonnage ou de maintenance appliquée, le lieu, la date et les problèmes éventuellement rencontrés.

Dans la suite de ce chapitre, il a été fait le choix de décrire plus en détail le PID, qui est le principal appareil de détection de composés volatils des opérateurs sur le terrain, lors de l'échantillonnage des sols.

7.5.2. Les détecteurs à photo ionisation (PID)

a. Présentation de l'appareil

Le détecteur prélève les gaz à l'aide d'une pompe intégrée à un analyseur. Ces gaz sont acheminés vers une cellule d'analyse comprenant une lampe. Plusieurs puissances de lampes sont disponibles (9.8, 10.6 et 11.7 eV). Différents gaz pourront être détectés en fonction de la puissance de la lampe et des potentiels d'ionisation des composés recherchés. La puissance de la lampe à ionisation utilisée doit donc être adaptée à la (aux) substance(s) recherchée(s).

La lampe 10,6 eV est la plus utilisée en contexte sites et sols pollués, car elle détecte de nombreux composés classiquement rencontrés sur des sites pollués. Elle peut ioniser toutes les substances dont l'énergie d'ionisation est inférieure à 10.6 eV. La lampe 11.7 eV permet de détecter d'autres composés spécifiques (i.e. chloroéthane, chloroforme, chlorométhane, dichlorométhane, dichloropropane, éthane, méthanol, propane, non détectables avec les autres lampes) mais elle a une durée de vie de 1 mois. La lampe à 9.8 eV est notamment dédiée à la détection de composés aromatiques. La liste complète des composés pouvant être ionisés par les différentes lampes, ainsi que leur potentiel d'ionisation, sont fournis par les constructeurs.

Les PID ne sont pas spécifiques à un composé, ils donnent une réponse globale (mesure semi-quantitative). Le résultat est exprimé en ppmV (partie par million volumique), en équivalent isobutylène (gaz étalon majoritairement utilisé). Il existe des modèles d'analyseur de terrain de type PID offrant une sensibilité de l'ordre du ppbV (partie par milliard volumique). En cas de pollution mono-substance, des facteurs de correction (ou facteur de réponse) peuvent alors être appliqués au résultat de l'appareil pour obtenir la concentration du polluant.

Un opérateur doit être formé à la bonne utilisation du PID (formations dispensées par le constructeur ou par des formations internes).

Comme tout appareil de terrain, un PID doit être étalonné, régulièrement contrôlé (suivi et remplacement de la lampe si besoin), et nettoyé sur le terrain.

Avant chaque utilisation sur le terrain, l'opérateur doit vérifier le bon état de marche du PID, notamment à l'aide de différents tests, recommandés par les constructeurs.

Afin d'avoir des mesures fiables, et dans le cas de fortes concentrations mesurées par le PID, il est recommandé de purger l'appareil à l'air ambiant le temps que le PID revienne sur des concentrations mesurées égales à « 0 » entre deux mesures.

L'étalonnage n'est pas systématique à chaque utilisation de l'appareil. L'icône apparaît lorsque le détecteur doit être étalonné, et notamment si :

- le type de lampe a été changé, par exemple, de 10.6 à 9.8 eV ;
- le capteur a été remplacé ;
- 30 jours ou plus se sont écoulés depuis le dernier étalonnage du détecteur ;
- le type de gaz d'étalonnage a été changé sans étalonnage du détecteur.

Par ailleurs, un nettoyage des différents éléments contenus dans le PID est aussi à réaliser régulièrement (nettoyage des filtres, de la pompe, de la lampe, etc.). Le détenteur de ce type d'appareils doit se rapprocher du constructeur pour obtenir ses recommandations en termes d'entretien.

Des calibrations régulières doivent aussi être réalisées par le constructeur selon une fréquence à vérifier auprès du constructeur (de l'ordre de deux fois par an).

La mesure est sensible :

- aux variations de pression et de température des gaz ;
- aux composés présents dans la matrice gazeuse (autres composés, humidité) ;
- à la poussière (un filtre est proposé pour l'analyse des gaz).

Par ailleurs, le protocole de mesure et la nature des terrains (perméables ou peu perméables à l'air) vont influencer la représentativité du résultat.

De même, la température ambiante va favoriser la volatilisation des gaz. Si les résultats de campagnes de mesures PID réalisées en hiver et en été doivent être comparés, il convient de tenir compte de l'effet « Constante de Henry »¹⁹ (cf. Éléments de validation de la mesure sur site avec un PID, par Olivier ATTEIA, Fondation Innovasol, Université de Bordeaux, Environnement et Techniques, 2012).

b. Présentation des protocoles de mesures sur site au PID

Les protocoles recommandés reposent sur des pratiques déjà existantes, et pour certaines testées lors de l'essai collaboratif réalisé dans le cadre du GT sur les pratiques d'échantillonnage.

Deux protocoles de mesures au PID peuvent être utilisés (notamment en fonction de l'objectif visé et/ou de la technique de forage employée) : soit une mesure ponctuelle sur l'outil de forage, soit une mesure globale dans un contenant (sac étanche de qualité alimentaire). Dans des contextes particuliers, ou si des protocoles différents sont appliqués, ceux-ci devront être précisés et justifiés dans les livrables.

Les protocoles de mesure au PID, présentés dans ce chapitre, vont donner deux types d'information:

- la mesure ponctuelle des composés volatils à différents endroits de la carotte peut mettre en évidence une variabilité des concentrations en composés volatils sur la carotte, et orienter rapidement le choix des échantillons de sol à prélever et à analyser en laboratoire (en complément des observations et mesures de terrain) ;
- la mesure en sac sur sol malaxé peut permettre d'identifier plus facilement la présence ou l'absence de composés volatils sur l'horizon de sol échantillonné (le malaxage favorise le dégazage et permet de mesurer des valeurs plus élevées et représentatives d'un plus grand volume de sol). Ce protocole permet d'orienter le choix des échantillons de sol à prélever et analyser en laboratoire (en complément des observations et mesures de terrain).

Ces protocoles peuvent être appliqués aux quatre outils de forage présentés en § 0, dont les recommandations du GT sont décrites ci-après.

¹⁹ La constante de Henry régit l'équilibre entre le sol humide pollué et l'air extérieur. Elle augmente avec la température. Elle est différente pour chaque gaz, de même que sa variation avec la température.

Pour le **carottier sous gaine**, une à plusieurs mesures pourront être réalisées sur un mètre linéaire, en fonction du contexte du site et des observations organoleptiques. Dans certains cas, il peut être difficile de visualiser les changements de faciès sur une carotte sous gaine (impliquant l'humidité qui se dépose sur la paroi de la gaine, empêchant toute visibilité). Il est alors recommandé de répartir les points de mesure au PID de façon homogène sur le mètre linéaire. La gaine sera pour cela percée préalablement à l'aide d'une perceuse, en différents endroits. Une première mesure au PID sera effectuée avant la découpe de la gaine et avant échantillonnage, au centre et au cœur d'un tronçon. Une fois l'échantillonnage effectué, une 2^{ème} mesure au PID peut être effectuée sur chaque tronçon, selon le protocole de la mesure en sac, si la quantité de sol et le contexte de réalisation du chantier le permettent.

Pour le **carottier sonique**, les sols étant protégés par une gaine, le protocole sera comparable.

En cas d'utilisation d'un **carottier à gouges**, la mesure au PID est effectuée avant échantillonnage, dans un trou formé dans le sol avec le doigt « ganté » ou avec un outil propre de type tournevis. Plusieurs mesures peuvent être réparties sur le mètre linéaire, en fonction des observations organoleptiques et notamment en fonction des changements de faciès.

Pour la tarière, étant donné la forte exposition à l'air des sols, leur échantillonnage est prioritaire avant la mesure. Une fois l'échantillonnage réalisé, la mesure au PID est réalisée. Pour cela, le protocole de la mesure en sac sera appliqué. Les sols sont mis dans un contenant plastique (si possible dans un sac congélation type « zip-lock »), en respectant une proportion dans le sac, d'1/3 de sol et de 2/3 d'air. Le sac une fois fermé et étiqueté, les sols sont malaxés systématiquement. La mesure au PID est effectuée après stabilisation de la valeur ou à défaut, en cas de variabilité, en se fixant le même temps d'attente sur tous les échantillons pour retenir la valeur au PID. De la même manière que pour les autres outils, une ou plusieurs mesures au PID peuvent être réalisées sur le mètre linéaire. Le nombre et la répartition des mesures seront adaptés en fonction de la lithologie, des observations organoleptiques et du volume disponible pour les mesures après échantillonnage. Pour rappel, il est recommandé de purger le PID à l'air ambiant, entre deux mesures, afin de s'assurer que le PID n'est pas resté influencé par les mesures précédentes (notamment en cas de fortes concentrations).

Les protocoles de mesures au PID sont présentés en Annexe 3 et illustrés sur la Figure 20.



Perçage de la gaine pour effectuer la mesure PID



Mesure PID sous gaine



Mesure PID sur une gouge



Mesure PID en sac (sols prélevés à la tarière)

Figure 20 : Protocoles de mesure des composés volatils au PID.

Points d'attention sur les protocoles de mesures au PID :

- sélectionner le (ou les) protocole(s) adapté(s) à l'objectif de l'étude, utiliser le même protocole sur chaque zone investiguée et être transparent dans les livrables sur la méthode appliquée ;
- garder le même protocole de mesure au PID lors d'une même campagne d'investigations, et lorsque plusieurs campagnes sont effectuées sur une même zone d'étude ;
- si possible, réaliser une mesure au PID à chaque changement de faciès de terrain ;
- si possible, doubler les mesures PID (sur l'outil et en sac). Cette pratique nécessite toutefois une quantité suffisante de sols et davantage de temps de l'opérateur pour faire ces mesures.

c. Remarques sur la représentativité de la mesure

Du fait de sa non-sélectivité et de sa sensibilité variable selon les composés analysés, l'analyseur de gaz PID ne permet pas de déterminer précisément des concentrations dans l'air du sol. Pour autant, les valeurs mesurées au PID peuvent être utilisées pour localiser les zones plus ou moins polluées, et ensuite permettre la mise en place d'ouvrages spécifiques (ex : piézairs) destinés à l'analyse des gaz du sol.

Les mesures au PID sur site correspondent à la fraction du polluant qui est volatile, à température ambiante et à l'équilibre entre le sol et l'air. Cet appareil donne ainsi des mesures semi-quantitatives, voire une valeur globale en cas de multi-polluants.

Le PID est essentiel lors de l'échantillonnage mais ne permet pas de prédire une concentration dans les sols. Le PID mesure un phénomène (dégazage de la matrice sol) qui dépend de la nature du sol, de sa perméabilité, de la fraction de carbone organique et des polluants présents. Les résultats ne s'avèrent donc pas comparables et cohérents entre les analyses de laboratoire et l'appareil de mesure (PID). L'absence de corrélation entre les mesures au PID et les analyses en laboratoire pour le PCE a d'ailleurs été mise en évidence dans le rapport de l'essai collaboratif (§ 6.5 du rapport BRGM [19]).

Pour un même échantillon de sol, les valeurs mesurées au PID sont plus élevées lors de la mesure en sac, le malaxage des sols favorisant la volatilisation des composés volatils. Les mesures ponctuelles effectuées sur une carotte de sol (carottier à gouges ou carottier sous gaine) donnent en général des valeurs plus faibles.

Selon les objectifs recherchés, il est recommandé d'orienter le choix des prélèvements avec les observations de terrain et les mesures PID, de multiplier le prélèvement d'échantillons de sol et de demander des analyses en laboratoire sur des échantillons de sol présentant des réponses faibles, moyennes et fortes, lors des mesures sur le terrain.

Point d'attention sur certaines pratiques inadaptées :

- *mesure PID réalisée dans le flacon ouvert et dédié à l'analyse ;*
- *mesure PID réalisée le long de la tarière.*

Ce type de pratiques est à éviter car elles ne permettent pas d'avoir une mesure fiable des composés volatils présents sous forme gazeuse lors de l'échantillonnage des sols sur site.

7.6. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS DE SOL SUR LE TERRAIN ET AU LABORATOIRE

7.6.1. Généralités

La préparation des échantillons de sol se déroule en général en deux phases : 1) La préparation « physique » dont l'objectif est de sélectionner une fraction représentative de l'échantillon et 2) La préparation « analytique » dont l'objectif est de transférer les éléments d'intérêt dans une matrice propre à être analysée.

Notons que l'utilisation de la méthode d'échantillonnage par le flacon pré-rempli de méthanol pour la recherche des COV ne nécessite pas de phase de préparation « analytique » au laboratoire.

Dans ce chapitre, seule la première étape de préparation est abordée.

La préparation physique à réaliser (sur le terrain ou au laboratoire) dépend des paramètres à analyser. Elle **concerne uniquement les sols prélevés dans un flacon brut en verre ou un cylindre d'échantillonnage (grand volume) pour la recherche de composés semi-volatils et non-volatils**, et peut être réalisée sur l'ensemble de l'échantillon reçu, ou sur un sous-échantillon. Lors de cette opération, les sols peuvent passer par des étapes de séchage, quartage, homogénéisation, broyage. Ainsi, les sous-échantillons préparés sont physiquement différents de l'échantillon initial (granulométrie, teneur en eau, ...).



Dans le cas de l'analyse des composés organiques volatils (COHV, BTEX, naphthalène, ...), l'échantillon ne peut être soumis à aucun prétraitement (quartage, tamisage, broyage), car cela entraînerait une perte de composés. L'analyse demandée au laboratoire doit donc porter sur l'ensemble de l'échantillon (sans tamisage, ou prétraitement), conformément à la norme sur la préparation des échantillons (ISO 16179 [14]). Ainsi, lorsque le sol est réceptionné en flacon, la prise d'essai dédiée à la recherche de composés volatils est réalisée rapidement, afin d'éviter les pertes de composés (par volatilisation notamment), à l'aide d'une carotteuse en prélevant les sols en différents points dans le récipient.

Pour plus de détails sur ces étapes de préparation physique et leurs conséquences, se reporter au guide d'analyses en contexte SSP [20].

7.6.2. Rôle et responsabilités des opérateurs et laboratoires

L'opérateur qui réalise l'échantillonnage, sur la base de la stratégie définie au préalable avec le chef de projet, **est responsable de la représentativité de l'échantillon prélevé sur site**. C'est lui qui doit décider sur site d'écarter (ou non) les fractions grossières (blocs, galets, débris, etc.) si elles sont non représentatives de l'échantillon et sans objet pour l'étude, afin de limiter les choix ultérieurs à faire par le laboratoire. **L'opérateur doit noter sur sa fiche de prélèvement la proportion de matériaux qu'il a écarté sur le terrain** lors de l'échantillonnage (estimation visuelle sur les sols extraits par la technique de forage).

Conformément à la norme NF EN 16179 [14], le laboratoire procède si nécessaire à l'élimination et à la pesée des matériaux étrangers (notamment cailloux, plastique, verre, débris végétaux). Ainsi, **les informations concernant la masse des matériaux étrangers éliminés figurent dans le rapport d'essai**. Toutes ces informations sont d'intérêt majeur dans les bilans massiques et doivent être prises en compte dans l'interprétation des résultats.

Conformément aux recommandations du GT « laboratoire » [23], **le commanditaire de l'analyse est responsable de la définition de la fraction granulométrique à analyser.**

Lors de l'envoi des échantillons prélevés au laboratoire, il a la possibilité de demander une analyse sur la fraction fine (tamisage à 2 mm), sur l'ensemble de l'échantillon (ensemble des fractions granulométriques du sol prélevé) ou bien sur différentes fractions granulométriques du sol bien spécifiques (cf. Figure 21). **Ce choix doit être établi en cohérence avec le contexte d'étude et les objectifs associés (cf. 7.6.4).** Le commanditaire doit explicitement préciser cette information au laboratoire lors de l'envoi des échantillons et le mentionner dans le livrable en justifiant son choix.

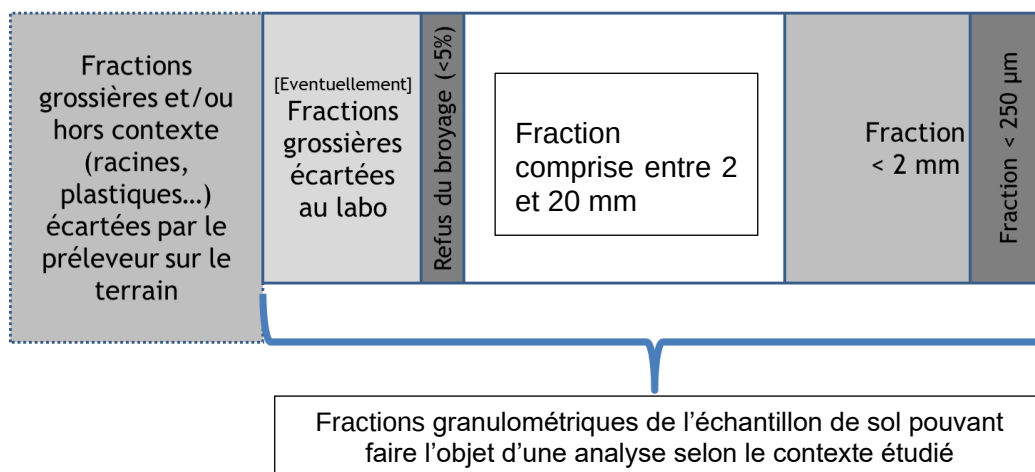


Figure 21 : Les différentes fractions granulométriques du sol.

Selon le contexte de l'étude, la mesure faite par le laboratoire peut donc concerner la totalité ou seulement une partie (par exemple dans le cas d'une demande de tamisage à 2 mm ou à 250 µm) de l'échantillon reçu. Le résultat de la mesure, exprimé en mg/kg, se rapporte donc à la masse de la fraction de l'échantillon qui a été analysée. Elle n'est donc pas toujours représentative de la totalité de la matrice sol. Il est donc primordial de s'assurer que les résultats d'analyses sont bien représentatifs du contexte étudié.

Actuellement, il n'y pas de mention particulière sur les plateformes de demandes d'analyses des laboratoires pour préciser la fraction de sol à analyser. En attendant une évolution des pratiques, les commanditaires doivent transmettre explicitement cette information au laboratoire, notamment lors de l'enregistrement de l'échantillon.



Si le laboratoire n'a pas d'information sur la fraction de sol à analyser de la part du commanditaire, l'analyse se fait systématiquement sur la totalité de l'échantillon prélevé sur site. Le laboratoire peut aussi ainsi être amené à concasser l'échantillon de sol pour réduire la fraction granulométrique de l'ensemble de l'échantillon pour analyse.

Points importants à retenir :

- **les informations échangées entre le commanditaire et le laboratoire sont essentielles** pour vérifier la représentativité de l'échantillon par rapport à la zone échantillonnée ;
- **l'information concernant la fraction analysée** (responsabilité du commanditaire) et la méthode de préparation de l'échantillon (responsabilité du laboratoire) **doit figurer dans le bordereau d'analyses** ;
- **l'interprétation du résultat d'analyse ne se limite pas à l'exploitation de la concentration mesurée en laboratoire. Le résultat est à confronter, *a minima*, aux observations de terrain, à la granulométrie du sol et à la proportion de matériaux écartés sur le terrain.**

7.6.3. Problèmes rencontrés par les laboratoires lors de la préparation des échantillons

Le problème majeur rencontré par les laboratoires est lié à la présence de matériaux grossiers dans l'échantillon de sol réceptionné. Le commanditaire de l'analyse doit préciser au laboratoire s'il faut conserver ou non les matériaux grossiers constituant l'échantillon (si ces derniers présentent un intérêt pour l'étude).

Les éléments non broyables doivent être enlevés avant analyse. Il peut s'agir notamment de morceaux de verre, matériaux métalliques, caoutchouc, plastiques, polymères etc. (matériaux étrangers au sol). Cette opération doit être réalisée sur le terrain par l'opérateur en charge du prélèvement et notifiée dans le rapport d'étude.

Techniquement, les laboratoires sont capables de broyer les graviers, cailloux, et galets, mais cette opération peut biaiser le résultat (par exemple si les éléments grossiers ne sont pas pollués, il peut y avoir un effet de « dilution »).

Le laboratoire a la possibilité de prendre en compte une demande spécifique d'un commanditaire dès lors qu'elle sera discutée en amont pour permettre au laboratoire de s'adapter. Cependant, certaines demandes spécifiques pourraient ne pas être couvertes par l'accréditation si elles ne répondent pas complètement aux normes d'analyse.

7.6.4. Choix de la fraction de l'échantillon à analyser par le laboratoire

Ce chapitre ne concerne pas les composés volatils pour lesquels il n'y a aucun prétraitement de l'échantillon (quartage, tamisage, broyage). Pour ces composés, le laboratoire procède à une phase d'extraction méthanolique des COV et d'analyse à partir de la prise d'essai effectuée par le laboratoire sur l'ensemble de l'échantillon reçu.

Pour les autres composés organiques (hors COV), le commanditaire doit indiquer sur quelle partie (ou fraction) de l'échantillon adressé au laboratoire d'analyse doit porter l'analyse. En effet, les fractions de sol à analyser sont spécifiques aux contextes d'étude.

Classiquement, la mesure faite par le laboratoire peut concerner :

- soit la totalité de l'échantillon reçu. Dans ce cas, le laboratoire procède à une analyse de la totalité de l'échantillon sans tamisage, et en broyant / concassant si nécessaire les fractions grossières, ... ;
- soit seulement une partie de l'échantillon. Dans le cas, le laboratoire procède à un tamisage de l'échantillon (classiquement tamisage à 2 mm) au fin de l'analyse. Dans ce cas, le laboratoire doit exprimer la partie pondérale de l'échantillon écartée de l'analyse dans son rapport d'analyse.



Pour plus de détail sur la préparation et l'analyse en laboratoire, se référer au guide analyses chimiques SSP [20].

Le tableau suivant indique les fractions granulométriques de sol pertinentes pour l'analyse des composés organiques (hors volatils) selon les contextes étudiés en sites et sols pollués, avec une référence aux guides et norme en vigueur, lorsque ces documents existent.

Ce tableau est issu des recommandations du GT « laboratoires » sur les sols. Il a été mis à jour et complété au regard des nouvelles normes en vigueur et des résultats de groupes de travail.

Contexte SSP	Commentaires	Documents de référence
Calculs de risques sanitaires (Inhalation de poussières et ingestion de sol)	Dans le cas d'études sanitaires, seules les particules fines susceptibles d'être inhalées ou ingérées sont analysées. L'analyse de la fraction granulométrique du sol fine (< 2 mm) peut avoir un intérêt vis-à-vis de l'évaluation des risques sanitaires par inhalation de poussières et ingestion de sol (fraction fine principalement à l'origine de cette exposition).	-
Calculs de risques sanitaires (Bioaccessibilité)	Conformément à la norme citée, la fraction granulométrique de sol < 250 µm est retenue pour les tests de bioaccessibilité. Il s'agit de la fraction la plus à même d'être en contact avec les mains et d'être portée à la bouche.	Norme NF ISO 17924 de mars 2019 pour le test UBM
Élaboration des valeurs de fond pédo-géochimiques	Dans ce contexte, l'important est de pouvoir faire une comparaison des résultats sur les mêmes fractions granulométriques (ELT et échantillon prélevé sur site). Par ex, l'analyse de la fraction < 2 mm permet d'être cohérent avec les pratiques retenues pour la constitution de valeurs de fond dans les bases de données existantes.	ADEME. 2018. Méthodologie de détermination des valeurs de fonds dans les sols : Echelle d'un site. Groupe de travail sur les valeurs de fonds. 107 p
Calcul / Estimation d'un bilan masse	S'agissant de réaliser un calcul de cubature ou une évaluation du tonnage de sols pollués, toutes les fractions granulométriques sont à prendre en compte.	Projet CAFRAGES (Caractérisation et Analyse des FRActions Granulométriques en sites et sols pollués)
Caractérisation terres excavées (hors matériaux grossiers > 20 mm)	L'objectif est d'apprécier la qualité globale des terres prélevées qui seront ensuite gérées. Dans le guide Valorisation TEX, la comparaison aux valeurs seuils est faite sur les teneurs mesurées en contenu total (analyse sur l'échantillon brut) . L'appréciation de la répartition des teneurs en fonction des classes granulométriques peut aussi permettre d'optimiser les modalités de gestion (réutilisation / traitement / élimination).	Rapport final BRGM/RP-69581-FR, 2020 §2.1.1 Modalités générales de prélèvement

Tableau 5 : Fractions granulométriques de sol pertinentes en contextes sites et sols pollués (hors composés volatils).

Remarques complémentaires à ce tableau :

En contexte d'évacuation en installation de stockage de déchets, si les parties grossières sont broyées, cela peut favoriser ou biaiser les conditions d'acceptation. Le broyage va conduire à une homogénéisation et à une sur, ou sous-estimation, des concentrations selon le contexte.

Dans un contexte de valorisation des terres excavées, le broyage des parties grossières ne permettra pas d'anticiper un criblage pour optimiser la gestion des terres. Dans le cas où des indices de pollutions sont relevés au niveau de la fraction grossière, des étapes spécifiques de pré-traitement (lavage et/ou broyage des particules grossières) et d'analyse de cette fraction doivent être mises en œuvre au laboratoire.

Le projet de R&D CAFRAGES²⁰ [24] s'est intéressé aux métaux et aux composés organiques non volatils. Il a étudié la caractérisation des fractions >2 mm des sols de sites pollués. Plus précisément il prévoit l'échantillonnage et l'analyse, en complément de la fraction <2 mm, des fractions semi-grossières (2-20 mm) et grossières (>20 mm) des sols. Seule la fraction >63 mm est exclue, n'étant plus considérée comme du sol. Ce projet a permis d'apporter des éléments de comparaison sur les concentrations en polluant dans les différentes fractions, selon les composés recherchés. Ainsi, la prise en compte des fractions grossières dans les analyses peut conduire à une majoration ou une minoration des résultats. Les résultats du projet démontrent que le postulat selon lequel la fraction fine piège l'essentiel de la pollution des sols doit être nuancé. **Une des principales conclusions est que dans le cadre d'un calcul de cubature ou une évaluation du tonnage de sols pollués, toutes les fractions granulométriques sont à prendre en compte.**

Le projet CAFRAGES a permis d'élaborer un protocole opérationnel, de le confronter à la réalité du terrain et de l'analyse au laboratoire. Le protocole est en accès libre via la vidéo (<https://www.youtube.com/watch?v=-yxuqMyiTw4> et le guide méthodologique (<https://librairie.ademe.fr/>).

7.6.5. Formalisation des fractions analysées dans les livrables

L'opérateur en charge des prélèvements rend compte des opérations menées sur le terrain pour réaliser l'échantillonnage des sols [description des fractions grossières écartées – blocs, galets, débris ... / évaluation semi quantitative de leur proportion dans la matrice / ...]. Ces informations sont à reporter sur les fiches de prélèvement (cf. Annexe 4).

Dans les cas où le laboratoire aurait à agir sur l'échantillon de sol (ex : écarter des fractions grossières qui auraient dû l'être par l'opérateur au moment de l'échantillonnage sur le terrain), cette information (y compris la pesée de ces éléments écartés et de l'échantillon initial) doit figurer dans le bordereau d'analyse et être reportée dans le rapport d'étude de façon explicite pour le client.

Cette formalisation dans un rapport d'étude au client est d'autant plus importante que les résultats en termes de concentration d'un composé n'auront de légitimité que sur la fraction analysée, celle-ci pouvant ne pas être représentative de l'ensemble du sol (par exemple si une forte proportion d'éléments grossiers constituant ce sol a été écartée).

²⁰ Projet CAFRAGES (Caractérisation et Analyse des FRActions Granulométriques en sites et sols pollués), initié en juin 2017 et financé par l'ADEME

Ainsi, un résultat exprimé en concentration (mg/kg-MS) répondant à un contexte donné ne devrait pas être utilisé dans le cadre d'un autre contexte. Dans le cas de résultats obtenus sur une fraction de sol ne correspondant pas au contexte d'étude, une justification et une discussion argumentée doivent être apportées par le commanditaire en appui des interprétations de ces données hors contexte.

8. Stockage et transport des échantillons de sol

8.1. RECOMMANDATIONS

Une fois le prélèvement effectué, les échantillons de sol doivent être étiquetés correctement, avec un code lisible et dépourvu d'ambiguïté, permettant ainsi de les identifier clairement (nom de l'échantillon, zone d'échantillonnage, nom de l'opérateur, date, profondeur de prélèvement, ...).

Les **échantillons de sol** sont ensuite placés, pendant toute la durée de l'acheminement jusqu'au laboratoire d'analyse, **à l'obscurité**, dans une enceinte isotherme (glacière) **propre, fermée** (à l'abri de l'air) et **refroidie**.



Contrairement à un réfrigérateur, la glacière ne permet pas d'abaisser la température d'un échantillon, mais uniquement de le conserver à la température à laquelle il a été introduit dans celle-ci.

Les échantillons sont donc refroidis dans la mesure du possible **avant** leur introduction dans la glacière (via une glacière réfrigérante branchée sur un allume-cigare ou via un stockage dans un réfrigérateur avant envoi).

Dans le cas de l'emploi de blocs eutectiques (pains de glace), il est nécessaire que ceux-ci soient introduits complètement congelés dans la glacière, afin de maintenir la température pendant toute la durée du transport. Pour cela, et dans le cas d'une réception des glacières très en amont du moment du prélèvement, les blocs eutectiques doivent être maintenus au congélateur jusqu'au jour du prélèvement (ou recongelés la veille).

Dans l'idéal, les échantillons de sol sont expédiés vers le laboratoire à la fin de chaque journée de chantier : passage d'une navette sur site (possible uniquement dans les grandes métropoles), dépôt des glacières dans les annexes des laboratoires, ... À défaut, les échantillons de sol peuvent être stockés au froid pendant toute la nuit, puis expédiés vers le laboratoire le lendemain de l'échantillonnage.



L'expédition des échantillons de sol est déconseillée la veille de week-end, jours fériés, (...) sauf si le laboratoire peut les réceptionner et les conserver au froid à cette période. Le commanditaire en charge de l'analyse doit se rapprocher du laboratoire et s'assurer des conditions de réception des échantillons de sol avant tout envoi.

Il est rappelé que la conception des contenants (glacières) a été établie par le laboratoire. La responsabilité du laboratoire est de fournir des glacières adaptées et un nombre suffisant de pains de glace pour maintenir au frais des échantillons déjà refroidis. En retour, l'opérateur doit placer dans la glacière le même nombre de pains de glace congelés lors de l'envoi de ces échantillons. Ceci est valable également pour le matériel de conditionnement du laboratoire.

À titre d'exemple, certaines glacières sont conformes aux recommandations du guide d'échantillonnage NF EN ISO 5667-3 dans les conditions suivantes d'utilisation :

- blocs eutectiques congelés pendant 20 heures ;
- échantillons préalablement réfrigérés à la température de 4 °C.

Lors du stockage des échantillons, il est recommandé de séparer les flacons, les cylindres et les flacons remplis de méthanol (pour éviter les contaminations croisées en cas de fuite du méthanol ou de casse).

Lors du transport, pour éviter les risques de casse, les systèmes de calage des flacons (fournis par le laboratoire) doivent être utilisés. Les cylindres peuvent être déposés en vrac dans la glacière. Le nombre d'échantillons déposés dans la glacière dépend de son dimensionnement et des recommandations du laboratoire.

Les glacières contenant les échantillons de sol doivent être renvoyées au laboratoire propres et exemptes de tout déchet de chantier (en particulier pour la sécurité des opérateurs en charge de la réception des échantillons).

Pour préserver au maximum l'intégrité des échantillons de sol destinés à l'analyse de composés organiques volatils et semi-volatils :

- les échantillons doivent être **stockés à basse température** afin d'abaisser la pression de vapeur et limiter les pertes de composés par volatilisation ;
- les échantillons doivent être **envoyés le plus rapidement possible au laboratoire**, en particulier si le maintien de la température dans la glacière ne peut être assuré..

Des informations complémentaires sont disponibles dans les normes :

Norme 18400-105 [6] - Tableau 2 « Circonstances nécessitant une conservation (+) et mesures applicables à différents types de composés chimiques et de sols réducteurs ».

Norme 18400-105 [6] - Chapitre 6.1 : « *La réduction de la durée entre la fin de l'échantillonnage et l'analyse est particulièrement importante dans le cas d'échantillons susceptibles de subir une dégradation biologique ou dans lesquels des composés organiques volatils ou semi-volatils doivent être déterminés.* ».



*Pour certains composés organiques, on considère en général que la **durée maximale de stockage entre la fin de l'échantillonnage et l'analyse doit être inférieure à 4 jours** pour les composés volatils et de 4 jours pour les composés semi-volatils. Cette durée inclut le stockage sur site, le transport et le stockage au laboratoire.*

Selon l'ISO 18512:2007, § 11.3.5 : « *L'immersion des échantillons dans un solvant, du méthanol par exemple (voir l'ISO 22155), réduira les pertes de composés volatils de manière à pouvoir stocker les échantillons dans des flacons hermétiques, placés dans l'obscurité pendant environ dix jours, même à température ambiante. Dans le cas contraire, des pertes se produiront au bout de quelques jours. Cette immersion éliminera également l'activité biologique.* »

8.2. CONTRÔLE DE LA TEMPÉRATURE

À noter qu'à réception des échantillons, un contrôle de la température est systématiquement réalisé par le laboratoire. La mesure est réalisée manuellement, sans protocole précis. Selon les laboratoires, elle peut s'effectuer soit sur un échantillon de la glacière, soit dans l'enceinte de la glacière.

Dans des contextes sensibles, l'évolution de la température dans les glacières peut être également suivie pendant le stockage sur site et le transport, avec un dispositif de tracking.



Exemple de tracker de température : pile thermo-bouton avec un enregistrement de la température en continu.

Les piles sont réglées pour enregistrer la température à une fréquence définie par le service logistique du laboratoire (normalement toutes les 12 mn). Les piles sont placées dans une glacière à chaque envoi pour enregistrer la température jusqu'à réception par le laboratoire. Ces trackers de température peuvent être fournis par les laboratoires pour un coût compris entre 10 et 20 euros par tracker.

8.3. TRAÇABILITÉ ET ENREGISTREMENT DES ÉCHANTILLONS

Toutes les informations relatives au contrôle de la température, à la durée de stockage des échantillons de sol, ainsi que d'éventuelles casses de flacons ou imprévus, doivent apparaître clairement dans les bordereaux d'analyses, mais également dans le rapport d'étude. L'objectif est d'alerter sur d'éventuels dépassements de délais analytiques, ou sur une température élevée des échantillons de sol lors du prélèvement et/ou du transport.

Afin de ne pas retarder les délais d'analyses, une commande analytique est transmise le jour de l'expédition des échantillons ou au plus tard, le lendemain avant réception des échantillons de sol par le laboratoire.

8.4. CAS PARTICULIER DU TRANSPORT DES FLACONS REMPLIS DE MÉTHANOL

Le transport de méthanol est concerné par la réglementation sur le transport de matières dangereuses et l'ADR²¹, ce qui peut être problématique dans certains contextes d'intervention (par exemple sur zone insulaire nécessitant un transport des échantillons par voie aérienne, ...).

- *Il convient de se référer à la réglementation applicable notamment les contraintes dans le cadre du transport aérien (transports très réglementés voire interdits).*

En Europe, il est possible d'être exempté de la majorité des prescriptions de l'ADR en respectant certains seuils en volume total (exemptions liées aux quantités dites limitées) ou en volume par conditionnement et par emballage (exemptions liées aux quantités dites exceptées).

Le méthanol est concerné par la classe 3 de la classification ADR, qui correspond aux liquides inflammables et toxiques ; il est donc possible de bénéficier de l'exemption liée aux quantités limitées **si le véhicule de transport contient moins de 333 L en conditionnement unitaires de moins de 1L**. De même, il est possible de bénéficier de l'exemption liée aux quantités exceptées **si le méthanol est transporté en conditionnement de 30 mL max, avec une limitation à 500 mL dans un même emballage**.

²¹ Accord européen relatif au transport international de marchandises dangereuses par route : <https://www.unece.org/fr/trans/danger/publi/adr/adr2017/17contentsf.html>



*Concrètement, **un véhicule peut donc transporter plusieurs glacières (« emballage ») contenant chacune jusqu'à 25 flacons (« conditionnement ») de 20 mL de méthanol** (soit <500 mL dans un même emballage), et ce, dans une limite de 333 L dans un même véhicule.*

Le détail de ces exemptions se trouve aux paragraphes 1.1.3.6 et 3.5 de l'ADR, respectivement. Certaines prescriptions d'étiquetage demeurent néanmoins : cf. §3.5.4.2 et ligne 1230 du tableau A §3.2 de l'ADR."

L'ADR peut prévoir certaines prescriptions d'étiquetage lors du transport des flacons remplis de méthanol. Pour bénéficier du régime des quantités exceptées, il faut apposer le marquage décrit au § 3.5.4.2 et dans le tableau A § 3.2 de l'ADR.

Ces dispositions concernent l'opérateur en charge des prélèvements, s'il transporte lui-même ses échantillons, ou bien le laboratoire.

9. Recueil des données de terrain

9.1. GÉNÉRALITÉS

À l'issue de la phase d'investigation, toutes les opérations d'échantillonnage des sols sont consignées dans un rapport d'investigation (cf. Norme NF X31 620-2, prestation A200, contenu des livrables).

Ce rapport intègre des fiches de sondage et de prélèvement qui doivent décrire avec précision tous les horizons ou couches de sol rencontrés pendant l'opération d'échantillonnage, les profondeurs de prélèvement, les indices organoleptiques, les conditions météorologiques, les procédures de prélèvements, les résultats des mesures de terrain (détection de composés volatils, etc.), la proportion estimée d'éléments grossiers écartés, etc. Ces fiches peuvent également comporter d'autres informations, telles que les éventuelles venues d'eau rencontrées à la foration. Une liste (non exhaustive) d'informations à renseigner sur la fiche de prélèvement de sol est proposée en Annexe 4.

Les photos et les notes prises sur le terrain sont primordiales pour éviter la perte d'informations. Le profil lithologique des terrains rencontrés, noté sur les fiches de prélèvement, est un élément à corréliser avec les constats de terrain, car il permet parfois d'approcher l'étendue possible des pollutions (présence de couches peu perméables pouvant limiter la migration des pollutions, identification de zones de remblais).

Notons également que l'absence de constat relatif à la présence de pollution sur le terrain (par le ressenti d'odeur ou la couleur du sol) n'implique pas forcément l'absence de pollution. Cette information doit être consignée dans le rapport d'étude et mise en perspective avec les autres informations.

Il est recommandé de limiter la durée d'exposition des sols à l'air pendant cette phase d'observation. La description des sols (échantillons) est à réaliser en même temps que l'échantillonnage.



Les **différents éléments permettant de décrire le sol** (texture, granulométrie, humidité, couleur(s), indices organoleptiques de pollution) sont abordés dans ce chapitre.

Des **outils graphiques permettant de décrire les sols sur le terrain** (diagramme, figures, chartes) sont également proposés en Annexe 5 (référence du document : *Geotechnical Gauge - Forestry suppliers*).

Les normes NF EN ISO 25177 [13] et NF EN ISO 11074 [15] fournissent également des informations sur la description du sol sur le terrain.

9.2. TYPOLOGIE DES SOLS

La typologie des sols est définie par des termes très précis, figurant dans le guide de la FAO : « *Système international de classification des sols pour nommer les sols et élaborer des légendes de cartes pédologiques* »²². Mise à jour 2015.

Dans un contexte de SSP, l'intitulé d'une typologie de sol contient des informations nécessaires à son identification sur le terrain (notamment sol ou remblai).

Les définitions suivantes sont issues du guide valeur de fond de l'ADEME [22] :

Sol : « ..., le terme « sol » inclut l'horizon superficiel et le sous-sol ; les dépôts tels que les argiles, limons, sables, graviers, gravillons, pierres, ainsi que la matière organique et les dépôts tels que la tourbe ; les matériaux d'origine anthropique tels que les déchets ; les gaz et l'humidité du sol ; et les organismes vivants ».

Remblais : « Le concept de remblai englobe un volume de matériaux, d'origine anthropique ou non, mis en place par apport ou dépôt. »

Dans un profil de sol, les remblais se différencient par un changement brutal de couleur, de texture, de charge en éléments grossiers, ou la présence de matière organique en teneur inhabituelle. Ils se distinguent souvent par leur profil qui présente une succession de couches sans cohérence naturelle. On considère deux types de remblais :

- les remblais d'origine naturelle sont des matériaux d'origine pédologique ou géologique déplacés et utilisés dans le but de combler ou de rehausser une zone (ex : sables de Loire sur l'Île de Nantes). Ils ne contiennent pas de débris anthropiques ;
- les remblais anthropisés contiennent des matériaux allochtones issus des activités humaines (boues de dragage, scories, débris de construction, charbon, verre, mâchefer, etc.) ou qui résultent d'activités historiques : chantiers de déconstruction, aménagements, guerres, mines, fonderies, décharges, etc.

9.3. TEXTURE DU SOL

Selon la norme NF EN ISO 11074 [15], la texture du sol correspond aux proportions relatives des différentes fractions granulométriques d'un sol, répondant à un système de classification des sols.

Il n'y a pas d'harmonisation des triangles de texture, ces derniers étant adaptés au contexte pédologique de la région pour laquelle il a été conçu²³. Néanmoins, la FAO²⁴ recommande d'utiliser le triangle de texture de l'USDA (représenté sur la Figure 22). **La classe texturale d'un sol est définie selon les proportions de sable, de limon et d'argile.**

Sur le terrain, la texture du sol est déterminée au toucher.

²² <http://www.fao.org/3/i3794fr/i3794FR.pdf>.

²³ cf. article : http://www.afes.fr/wp-content/uploads/2017/10/EGS_15_2_richerdeforges.pdf

²⁴ http://www.fao.org/tempref/FI/CDrom/FAO_Training/FAO_Training/General/x6706f/x6706f06.htm

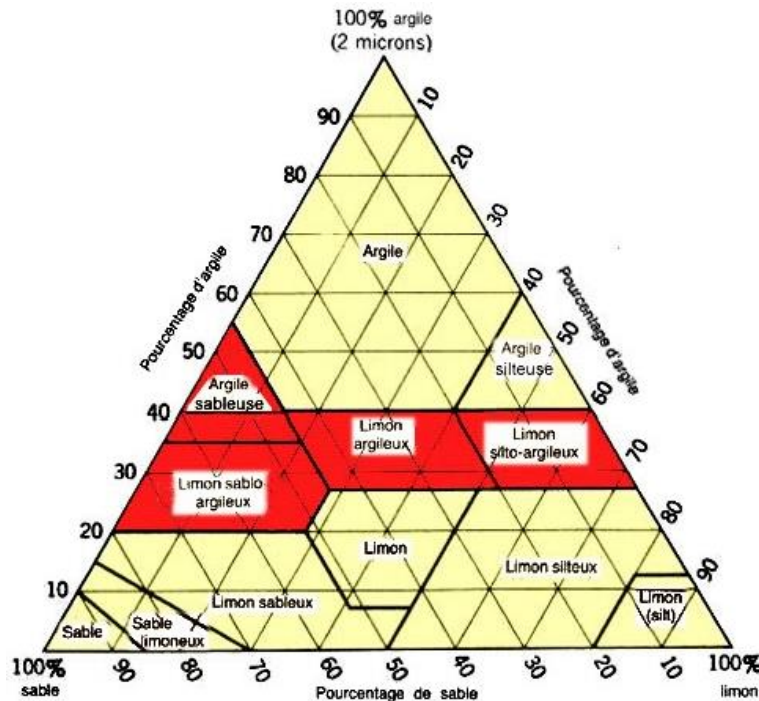


Figure 22 : Triangle de texture d'un sol tiré de l'USDA.

9.4. HUMIDITÉ DU SOL

En contexte de sites et sols pollués, l'humidité du sol est évaluée sur le terrain par appréciation visuelle :

- sol sec : absence d'eau observable et couleurs possiblement plus claires de l'échantillon qui foncent lorsque de l'eau y est ajoutée. Matériau peu cohésif en l'absence d'argile ;
- sol humide : absence d'eau libre, l'échantillon ne fonce pas si de l'eau est ajoutée, présence d'humidité sur les doigts qui manipulent l'échantillon ;
- sol saturé en eau : de l'eau sature tous les pores du sol, l'échantillon rejette de l'eau s'il est manipulé.

Pour plus de détails, se référer à la norme NF ISO 25177 (§ 9.7) [13].

L'humidité des échantillons de sol transmis au laboratoire doit être mesurée, et donc faire partie de la liste des paramètres de la demande d'analyse.

9.5. COULEUR DU SOL

La détermination de la couleur d'un sol se fait toujours sur un matériau humide. Si le sol est sec, il faut donc l'humidifier préalablement à la description.

La couleur d'un sol peut être décrite selon l'une des deux méthodes suivantes :

1. en utilisant un référentiel de couleur standardisé de type "Munsell® (plus couramment utilisé), Soil Color Charts" ou équivalent. Ce type d'outil renseigne un code spécifique pour chaque nuance de couleur et est considéré comme optimal pour la description des couleurs du sol ;

2. en décrivant la couleur le plus précisément possible en combinant une couleur principale et une couleur secondaire assorties de qualificatifs (foncé, clair, ...). cf. norme ISO 14 688 et l'utilisation de deux systèmes de couleur (principale et secondaire).

Pour plus de détails, se référer aussi à la norme NF ISO 25177 (§ 9.8) [13].

9.6. INDICES ORGANOLEPTIQUES DE POLLUTION

Les indices organoleptiques de pollution sont tous les indices qui pourraient laisser penser que le sol décrit est pollué. Il peut s'agir d'odeurs particulières (hydrocarbures, ...), d'éléments exogènes (mâchefers, scories, débris de charbon, ...), d'indices visuels (irisation, goudron, couleur anormale...) ou encore de résultats de tests rapides sur le terrain (mesure PID, ...).

Une odeur est parfois ressentie lors des opérations d'échantillonnage (remontée des outils, ouverture d'une gaine, déstructuration d'un échantillon, ...). **Pour des raisons évidentes de sécurité, il ne faut pas inhaler l'air au-dessus d'un échantillon de sol prélevé au droit d'un site pollué ou potentiellement pollué.**

La mise en évidence d'indices organoleptiques de pollution repose directement sur l'expérience et l'expertise de la personne en charge de la description.

9.7. MESURE DES COMPOSÉS VOLATILS SUR SITE

Les mesures de composés volatils effectuées sur site (cf. § 7.5) sont à reporter dans le rapport de terrain et les fiches de prélèvement, et notamment :

- le type d'appareil utilisé et sa référence en interne ;
- le protocole utilisé dans le cadre des investigations, et sa justification ;
- les résultats obtenus selon le ou les protocole(s) appliqué(s).

9.8. MATÉRIAUX GROSSIERS OU ÉTRANGERS

Dans le cadre de la description d'un sol, il y a lieu de faire un inventaire aussi précis que possible de la nature de tous les éléments grossiers ainsi que de leurs caractéristiques (taille, couleur, ...). Il est également important **d'estimer la proportion totale d'éléments grossiers par rapport à l'échantillon pris dans sa globalité**. Une attention particulière doit être donnée aux éléments susceptibles d'influencer la composition chimique du matériau (scories, charbons, goudrons, ...).

Une liste de choix possible pour décrire les matériaux rencontrés dans un sol est proposée dans le guide de l'ADEME sur les valeurs de fond (§ 8.4) [22].

La notion de fraction grossière a été également définie dans le cadre du projet VALTEX²⁵ : *« Toute fraction granulométrique de diamètre supérieur à 20 mm. Par extension, toute fraction extraite d'une terre au cours du processus d'élaboration et comportant plus de 95 % en masse d'éléments de dimension supérieure à 20 mm. »*

Pour plus de détails, se référer à la norme NF ISO 25177 (cf. § 9.12 de la norme) [13].

²⁵<https://bibrairie.ademe.fr/sols-pollues/293-projet-valtex-developpement-et-experimentations-des-modalites-de-gestion-et-de-valorisation-des-terres-excavees-dans-le-contexte-des-sites-et-sols-pollues.html>

10. Échanges avec le laboratoire

10.1. GÉNÉRALITÉS

Une étroite collaboration avec le laboratoire responsable des analyses des échantillons de sol est indispensable pour avoir une bonne traçabilité des méthodes de préparation et d'analyse des échantillons.

À ce titre, les échanges entre le GT laboratoire et le GT échantillonnage ont eu pour objectif de préciser le rôle et les responsabilités de chacun, et de sensibiliser les laboratoires pour apporter plus de transparence dans leurs pratiques et dans les informations à fournir dans le bordereau d'analyses.

Le commanditaire a besoin notamment de retrouver les informations suivantes sur le bordereau d'analyses du laboratoire :

- la mention des récipients utilisés pour conditionner l'échantillon de sol,
- les méthodes de prétraitement et d'analyses,
- les masses de refus,
- les incertitudes analytiques.

Le guide sur les analyses en SSP [20] élaboré dans le cadre du GT « laboratoires » apporte des éléments de réponses aux questions fréquemment posées aux laboratoires par les professionnels du domaine des sites et sols pollués.

Lors de la campagne d'échantillonnage des sols, le laboratoire est consulté :

Pour préparer l'intervention sur le terrain :

- choix du flaconnage et mode de livraison ;
- mise au point de la logistique concernant l'expédition des échantillons ;
- durée maximale pour l'expédition des échantillons (selon les composés recherchés) ;
- méthodes de préparation physique des échantillons ;
- méthodes d'analyses employées, limites de quantification ;
- protocole d'échantillonnage (ex : Kit « méthanol ») ;
- ...

Lors de la réception des échantillons de sol :

- fraction granulométrique de sol analysée : fraction tamisée (< 2 mm) / ensemble de l'échantillon reçu, fractions grossières > 20 mm, autres fractions ;
- masse de matériaux étrangers éliminés ou le refus au tamis de 2 mm ;
- mode de calcul et l'interprétation des incertitudes sur les résultats ;
- ...



Une check-list à destination des opérateurs en charge des prélèvements et des laboratoires d'analyses est proposée en Annexe 6 (taches et contrôles à effectuer ; informations à transmettre).

10.2. MÉTHODES D'ANALYSES

Les analyses sont réalisées par un laboratoire accrédité selon le référentiel ISO/IEC 17025 (le Cofrac²⁶ pour la France). **À ce titre, il est rappelé que les méthodes normalisées sont à privilégier aux méthodes internes.**

Dans le contexte de la gestion des sites et sols pollués, le groupe de travail « laboratoires » a permis d'harmoniser les pratiques des laboratoires d'analyses et de clarifier les rôles et responsabilités entre laboratoires et commanditaires, dans le but d'améliorer la qualité des données et leur inter-comparabilité. Les méthodes d'analyses les plus appropriées pour les composés à doser dans les sols ont été identifiées et recensées parmi celles que propose la normalisation française ou internationale.



Les normes analytiques de référence et les performances minimales exigées pour la gestion des sites et sols pollués sont disponibles en annexe C de la norme NF X 31-620-1

En contexte réglementaire, les méthodes normalisées de référence pour l'échantillonnage et les mesures dans les sols sont listées dans l'avis ministériel [NOR : TREP2027860V / JORF n° 0315/ Texte n° 134] en date du 22 février 2022. Ces méthodes sont réputées satisfaire aux exigences réglementaires relatives à la surveillance des milieux dans le domaine des installations classées pour la protection de l'environnement.

Des essais inter-laboratoires ont été menés dans le cadre du GT Laboratoires afin que les laboratoires puissent évaluer leurs méthodes et leur aptitude, et que les donneurs d'ordre puissent estimer la variabilité des résultats entre laboratoires, en raison de l'absence d'essai disponible auprès des organismes de comparaisons inter-laboratoires (OCIL).

Pour plus de détails :

- essai sur l'analyse des composés volatils dans les sols [25] selon la norme NF EN ISO 22155 ;
- essai sur l'analyse des fractions aliphatiques et aromatiques d'hydrocarbures légères, entre C₅ et C₁₀ [26] selon la norme NF EN ISO 16558-1 [11].

²⁶ Comité français d'accréditation

- essai sur l'analyse des hydrocarbures (C₁₀-C₄₀) et des fractions aromatiques et aliphatiques dans les sols [27] en application de la norme XP CEN ISO/TS 16558-2 [12] ;

10.3. INCERTITUDES SUR LES RÉSULTATS D'ANALYSES

Comme pour la limite de quantification, pour chaque paramètre, chaque méthode et chaque matrice, le laboratoire évalue ses incertitudes de mesures (notamment dans le cadre d'essai inter laboratoires).



L'incertitude déterminée par le laboratoire se limite au protocole analytique appliqué sur l'échantillon. Elle prend en compte la phase d'extraction ou de minéralisation et l'analyse. Pour les sols, elle est, en général, déterminée sur l'échantillon déjà préparé, c'est-à-dire séché et broyé. L'incertitude liée à la préparation physique des sols (sous-échantillonnage, quartage, séchage, broyage, homogénéisation...) n'est donc pas prise en compte dans l'incertitude du laboratoire communiquée au client. C'est un point important qui a été discuté dans le cadre du GT « laboratoires » afin que les donneurs d'ordre puissent avoir accès à cette information.

Dans le cas d'une analyse des COV à partir d'un grand volume d'échantillon de sol (grand cylindre ou flacon dans certains cas), des opérations supplémentaires sont nécessaires au laboratoire, avec une étape de sous-échantillonnage de l'ordre de 20 g de sol. Pour garantir au maximum la représentativité du sous-échantillon par rapport à l'échantillon reçu, les sols prélevés sur toute la hauteur du cylindre ou du flacon à l'aide de mini-carottiers, gouges ou vide-pommes, et versés ensuite dans un flacon pré-rempli de méthanol. Cette manipulation peut conduire à la perte de composés volatils.

Quelle que soit l'approche employée (le laboratoire dispose de plusieurs méthodes pour calculer son incertitude de mesure), l'incertitude transmise par le laboratoire est exprimée sous la forme d'une incertitude élargie (U) qui est un multiple k de l'incertitude déterminée (u). Ce facteur k, appelé facteur d'élargissement, est de 2. Avec une valeur de k de 2, la probabilité que la valeur vraie du résultat se trouve dans l'intervalle « résultat $\pm$ U » est de 95 %.

L'incertitude associée à un résultat peut être exprimée sous la forme d'un intervalle, d'un écart-type exprimé en valeur absolue, ou bien d'un coefficient de variation. Pour l'exemple d'une incertitude de 25 % sur les hydrocarbures C₁₀-C₄₀ à la concentration de 500 mg/kg, on peut exprimer le résultat en (375-625 mg/kg-MS, 500 $\pm$ 125 mg/kg-MS ou 500 mg/kg-MS $\pm$ 25 %).

Le laboratoire doit être en mesure de fournir au commanditaire, dans le bordereau d'analyses :

- ***une valeur d'incertitude (k = 2) associée au résultat d'analyse ;***
- ***tout facteur susceptible d'avoir eu une incidence sur les résultats.***

Par retour d'expérience, ces informations ne sont pas toujours transmises par les laboratoires, mais sont disponibles sur demande.

10.4. COHÉRENCE DES RÉSULTATS ANALYTIQUES

À la réception des résultats, le commanditaire doit examiner la cohérence des résultats analytiques, et notamment vérifier si les valeurs obtenues divergent notablement des valeurs attendues, des mesures sur site, des observations de terrain, ...

Quelques exemples :

- réponses positives des mesures sur site (composés volatils détectés sur les sols avec le PID) et concentrations faibles ou < LQ mesurées par le laboratoire d'analyses pour ces mêmes composés ;
- écarts significatifs entre la concentration d'un ensemble de composés et les concentrations des composés spécifiques (cela peut être le cas lorsqu'on compare l'indice global des hydrocarbures C₁₀-C₄₀ et la somme des fractions aliphatiques et aromatiques C₁₀-C₄₀) ; ces écarts peuvent s'expliquer par la mise en œuvre de méthodes d'analyses différentes, mais aussi par une erreur du laboratoire lors du traitement des résultats d'analyses ;
- interférences analytiques (i.e. PCE sur les hydrocarbures aliphatiques C5-C10) : les composés chlorés en forte concentration interfèrent sur la fraction aliphatiques C5-C10. Les ions sont communs entre ces hydrocarbures et le PCE et il n'est donc pas possible de retrancher et de s'affranchir du PCE. La dilution est possible mais cela peut impacter la limite de quantification. Dans ce cas, une remarque est faite dans le bordereau d'analyses sur la présence de composés chlorés en grande quantité dans l'échantillon.



Ces exemples d'incohérences ou de doute sur les résultats doivent conduire à suivre un processus de vérification / qualification des résultats d'analyse :

- demander au laboratoire de faire un contrôle qualité (traçabilité et vérification des étapes) ;
- demander les blancs du laboratoire ;
- demander une contre-analyse si celle-ci est possible (suivant la typologie des composés) ;
- prévoir de refaire le prélèvement de sol, notamment en cas d'impact sur l'étude et dans le cas de dossiers à enjeux.

11. Bilan sur les méthodes d'échantillonnage des sols

Ce tableau suivant fait une synthèse des informations disponibles sur les méthodes d'échantillonnage des sols présentées dans ce guide.

Il reprend différents items (contextes de terrain, type d'échantillon, volume de sol, contraintes, coût, ...) permettant de sélectionner une méthode d'échantillonnage adaptée à un contexte de terrain et d'étude, dans le cas de la recherche de composés organiques volatils (COV) et semi-volatils (COSV).

Note : Les ronds dans les cases signifient que la méthode est applicable pour cet item.

			Méthodes d'échantillonnage des sols adaptées à la recherche des COV				Méthodes d'échantillonnage des sols adaptées à la recherche des COSV	
			 Prélèvement de sol avec une seringue calibrée et un flacon pré-rempli de méthanol	 Prélèvement de sol avec un petit échantillonneur	 Prélèvement de sol avec un petit cylindre en inox	 Prélèvement de sol avec un grand cylindre en inox	 Prélèvement de sol en flacon brut	 Prélèvement de sol avec un grand cylindre en inox
Items		Référence § de ce guide	Flacon pré-rempli de méthanol § 7.3.2.1.a	Echantillonneur à usage unique § 7.3.2.1.b	Petit cylindre d'échantillonnage en inox § 7.3.2.1.c	Grand cylindre d'échantillonnage en inox § 7.3.2.1.d	Flacon brut en verre § 7.3.2.2.a	Grand cylindre d'échantillonnage en inox § 7.3.2.2.b
Type d'échantillonnage	indirecte (ex-situ)	§ 7.1	○	○	○		○	
	directe (in situ)					○		○
Technique de forage adaptée pour l'échantillonnage ex situ	carottier sous gaine	§ 7.2.2 et 7.2.3 Tableau 3	○	○	○		○	
	gouge		○	○	○		○	
	sonic		○	○	○		○	
	tarière						○	
Volume de sol prélevé	> 200 ml	§ 7.3.2 et 7.3.3 Tableau 4				○	○	○
	16 ml				○			
	3-15 ml		○	○				
Facilité d'échantillonnage selon le type de sol (utilisation de l'outil de prélèvement)	sol cohésif (sable fin, limon, argile)	§ 7.3.2 et 7.3.3 Tableau 4	○	○	○	○	○	○
	sol peu ou pas cohésif (sables plus ou moins grossiers)		○	○	○	○	○	○
	présence de remblais, matériaux grossiers ou dans un sol induré						○	
Préservation de la structure du sol	Oui	§ 7.3.2 et 7.3.3 Tableau 4	○	○	○	○		○
	Non						○	
Préparation de l'échantillon au laboratoire	méthode nécessitant un sous-échantillonnage des sols pour l'analyse des COV	§ 7.3.2 et 7.3.3 Tableau 4				○	○	○
Mutualisation possible avec d'autres analyses	détermination de MS, analyses composés organiques, inorganiques	§ 7.3.2 et 7.3.3 Tableau 4				○	○	○
Dispositif d'échantillonnage réutilisable après nettoyage	Oui	§ 7.3.2 et 7.3.3 Tableau 4			○	○		○
	Non		○	○			○	
Contrainte liée à la méthode	consignes de sécurité particulières	§ 4.1.3 et § 7.3.2.1.a	○					
	logistique (nettoyage, ré-expédition)	§ 7.3.3 - Tableau 4			○	○		○
	transport réglementé	§ 8.4	○					
Surcoût de la méthode (*) à l'unité en euros	0	§ 7.3.3 - Tableau 4					○	
	0 - 10		○	○	○			
	10 - 20					○		○

Légende :
(*) : surcoût par rapport à un flacon brut en verre correspondant selon les cas à l'achat d'un cylindre en inox (en complément du set d'accessoires à 2 900 euros pour le grand cylindre 226 mL ou à 700 euros pour le petit cylindre 16 mL), à l'achat d'un échantillonneur à usage unique (en complément du set d'accessoires à 270 euros) ou surcoût analytique demandé par le laboratoire (préparation et fourniture du kit méthanol ; blancs de terrain et de transport).

Tableau 6 : Tableau de synthèse des informations disponibles sur les méthodes d'échantillonnage présentées dans ce guide et leur applicabilité selon différents items.

12. Lexique

Définition de la volatilité des composés organiques dans la littérature :

Selon la directive IED (article 3) et l'ancienne directive relative à la réduction des émissions de composés organiques volatils :

- **composés organiques volatils (COV)** : « Tout composé organique [...] ayant une pression de vapeur de 0,01 kPa ou plus à une température de 293,15 K ou ayant une volatilité correspondante dans les conditions d'utilisation particulières ».

Selon Guide SSP Analyses chimiques :

Hydrocarbures volatils et semi-volatils : on distingue ces deux types d'hydrocarbures en fonction de **leurs températures d'ébullition minimale et maximale**, dont les valeurs seuils ne sont pas absolues mais varient selon les référentiels normatifs.

Dans le domaine des sols pollués, on utilise généralement les seuils définis dans les normes ISO 16558 (« TPH » sols) pour différencier les composés volatils et semi-volatils :

- hydrocarbures de pétrole **volatils** (NF EN ISO 16558-1) : hydrocarbures aliphatiques et aromatiques dont la température d'ébullition est comprise entre 36°C et 184°C. Les substances répondant à cette définition sont les n-alcanes de C₅H₁₂ à C₁₀H₂₂, les isoalcanes, les cycloalcanes, les BTEX et les composés de di- et trialkylbenzène (illustration 27) ;
- hydrocarbures **semi-volatils** (XP CEN ISO/TS 16558-2) : hydrocarbures aliphatiques et aromatiques dont la température d'ébullition est comprise entre 174 °C et 525 °C. Les substances répondant à cette définition sont les n-alcanes entre le n-décane (C₁₀H₂₂) et le n-tétracontane (C₄₀H₈₂), les isoalcanes, les cycloalcanes, les alkylbenzènes, les alkylnaphtalènes et les composés aromatiques polycycliques.

Selon la Norme « ISO 11074 Qualité du sol - Vocabulaire » :

[6.1.24] composé organique volatil – COV : Composé liquide à température ambiante (20 °C) et dont le point d'ébullition se situe généralement en dessous de 180 °C.

- exemple : Hydrocarbures aromatiques monocycliques et autres hydrocarbures halogénés à **bas point d'ébullition**, utilisés comme solvants ou carburants, ainsi que certains produits de dégradation.

Selon norme NF EN ISO-22155 sur l'analyse des composés volatils :

- hydrocarbures aromatiques volatils (BTEX, naphtalène) ;
- hydrocarbures halogénés volatils (COHV) ;
- éthers aliphatiques (MTBE).

Selon le Guide sur le comportement des polluants dans le sol et les nappes de 2008²⁷ (pages 23 et 28) :

Composés organiques volatils à très volatils (COV) :

- composés aromatiques volatils : CAV/BTEX, chlorobenzène, triméthylbenzène, ... ;
- composés organiques volatils halogénés : COHV (tétra ou tri-chloroéthylène, tétrachlorure de carbone, ...) ;
- composés organiques volatils non halogénés (solvants polaires) : alcools, aldéhydes, esters, cétones, ...

Composés organiques semi-volatils (COSV) :

- composés organiques semi-volatils non halogénés et halogénés (HAP, PCB, ...).

Définition des termes relatifs à l'échantillonnage et au prétraitement de l'échantillon :

- se référer à la Norme « ISO 11074 Qualité du sol — Vocabulaire ».

²⁷ <http://ssp-infoterre.brgm.fr/sites/default/files/upload/documents/doc300comportementpolluants.pdf>

13. Bibliographie

Documents de référence sur l'échantillonnage des sols (en vigueur à la date d'édition de ce document).

Normes :

- [1] NF X31-620 - Qualité du sol — Prestations de services relatives aux sites et sols pollués.
- [2] NF ISO 18400-101 Qualité du sol - Échantillonnage : cadre pour la préparation et l'application du plan d'échantillonnage.
- [3] NF ISO 18400-102 Qualité du sol - Échantillonnage : choix et application des techniques d'échantillonnage.
- [4] NF ISO 18400-103 Qualité du sol - Échantillonnage : Sécurité.
- [5] NF ISO 18400-104 Qualité du sol - Échantillonnage : stratégies - Qualité du sol - Échantillonnage - Partie 104: Stratégies et évaluations statistiques.
- [6] NF ISO 18400-105 Qualité du sol - Échantillonnage : conditionnement, transport, stockage et préservation des échantillons.
- [7] NF ISO 18400-106 Qualité du sol – Échantillonnage : Contrôle de la qualité et assurance de la qualité.
- [8] NF ISO 18400-107 Qualité du sol - Echantillonnage - Partie 107 : Enregistrement et notification.
- [9] NF ISO 18400-203, Qualité du sol - Echantillonnage - Partie 203 : Investigation des sites potentiellement contaminés.
- [10] NF EN ISO 22155 : « Qualité du sol – Dosage des hydrocarbures aromatiques et halogénés volatils et de certains éthers par chromatographie en phase gazeuse - Méthode par espace de tête statique ».
- [11] NF EN ISO 16558-1 Qualité du sol — Hydrocarbures de pétrole à risque — Partie 1: Détermination des fractions aliphatiques et aromatiques des hydrocarbures de pétrole volatils par chromatographie en phase gazeuse (méthode par espace de tête statique).
- [12] XP CEN ISO/TS 16558-2 - Qualité du sol - Hydrocarbures de pétrole à risque - Partie 2: détermination des fractions aliphatiques et aromatiques des hydrocarbures de pétrole semi-volatils par chromatographie en phase gazeuse avec détection à ionisation de flamme (GC-FID).
- [13] NF EN ISO 25177 - Qualité du sol - Description du sol sur le terrain.
- [14] NF EN 16179 - Boues, bio-déchets traités et sols - Lignes directrices pour le prétraitement des échantillons.
- [15] ISO 11074 Qualité du sol — Vocabulaire.

Littérature française :

- [16] Méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués - Avril 2017 - Direction Générale de la prévention des Risques - Bureau du Sol et du Sous-Sol.
- [17] Côme, J.-M., Kaskassian, S., Ropars, M., Razakarisoa, O., Quintard, M., Schäfer, G., Haeseler, F. (2007). Organo-chlorés aliphatiques. Caractérisation d'une zone source dans les aquifères. Programme R&D MACAOH (Modélisation, Atténuation, Caractérisation dans les Aquifères des Organo-Halogénés). ADEME.
- [18] Kaskassian S., Gleize T., Côme J.-M., 2015. Comparaison de protocoles de prélèvement des sols pour l'analyse des COV - Etude de comparaison de protocoles de prélèvement, d'échantillonnage et de préparation des échantillons pour l'analyse des COV dans les sols, recommandations pour une homogénéisation des (bonnes) pratiques, Résumé public, 31 p.
- [19] Favéreaux, S., Belbeze, S., Balon, P. (2019) – Essai d'inter-comparaison des méthodes d'échantillonnage des sols en sites et sols pollués – Exploitation des résultats. Rapport final. BRGM/RP- 69237-FR, 127 p., 45 fig., 14 tabl., 6 ann., 0 CD.
- [20] BRGM-UPDS, novembre 2021, « Guide des analyses en laboratoire en contexte Sites et Sols Pollués.
- [21] Rapport BRGM RP 69581-FR : « Guide de caractérisation des terres excavées dans le cadre de leur valorisation hors site dans des projets d'aménagement et en technique routière pour infrastructure linéaire de transport. Cas des terres excavées issues de sites et sols potentiellement pollués » (2020).
- [22] ADEME. 2018. Méthodologie de détermination des valeurs de fonds dans les sols : Echelle d'un site. Groupe de travail sur les valeurs de fonds. 107 p. Cet ouvrage est disponible en ligne www.ademe.fr/mediatheque.
- [23] Amalric L. (2015) - « Analyse des sols dans le domaine des sites et sols pollués – Synthèse des réunions du groupe de travail sur les Laboratoires » Rapport final. BRGM/RP-64749-FR, 46 p., 1 tab., 1 ann.
- [24] Projet CAFRAGES (Caractérisation et Analyse des FRActions Granulométriques en sites et sols pollués), initié en juin 2017 et financé par l'ADEME.
- [25] Moreau P., Amalric L. (2015) - Essai inter-laboratoires pour l'analyse des composés volatils dans les sols dans le domaine des sites et sols pollués. Rapport final. BRGM/RP-64857-FR, 63 p., 7 fig., 16 tab., 5 ann.
- [26] Moreau P., Amalric L. (2019) - Essai inter-laboratoires pour l'analyse des hydrocarbures volatils (C5-C10) dans les sols en contexte sites et sols pollués. Rapport final. BRGM/RP-69191-FR, 49 p., 3 fig., 21 tab., 1 ann.
- [27] Moreau P., Amalric L. (2018) - Essai inter-laboratoires pour l'analyse des hydrocarbures (C10-C40) dans les sols en contexte sites et sols pollués. Rapport final. BRGM/RP-67826-FR, 70 p., 2 fig., 8 tab., 4 ann.

- [28] Valérie LAPERCHÉ, Daniel HUBE, Valérie GUERIN et Nicolas AUBERT. 2014. Outils de mesure sur site : quel besoin et quelles mesures pour quelle utilisation ? Rapport final. ADEME. 22p.
- [29] INRS ED 6053 détecteurs portables à photo-ionisation pour la sécurité et l'hygiène des lieux de travail (2009).
- [30] Guide diagnostics des sites et sols pollués (en cours de mise à jour, à *paraître*, 2022) - Direction Générale de la prévention des Risques - Bureau du Sol et du Sous-Sol.

Littérature belge :

- [31] Code de bonnes pratiques pour la prise d'échantillon de sol, d'eau souterraine, de sédiment et d'air du sol, ainsi que la préservation (conservation et récipients) des échantillons prélevés – Version du 20/04/2021 de Bruxelles Environnement.

Littérature suisse :

- [32] Investigation des sites pollués par des hydrocarbures chlorés – Rapport expert Chloronet octobre 2016.
- [33] Méthodes d'analyse dans le domaine des déchets et des sites pollués – État 2017.

Littérature américaine :

- [34] ASTM. Method D4547 – 15, « Standard Guide for Sampling Waste and Soils for Volatile Organic Compounds ».
- [35] 5035A, Test Methods for Evaluating Solid Wastes – Physical/Chemical Methods, SW-846, Method 5035A, Closed System Purge and Trap Extraction for Volatile Organics in Soil and Waste Samples, Revision 1, July 2002. United States Environmental Protection Agency, Washington, D.C.
- [36] ASTM D6418-09, Standard Practice for Using the Disposable En Core Sampler for Sampling and Storing Soil for Volatile Organic Analysis
- [37] ASTM D8170:2020 Edition, June 1, 2020 — Standard Guide for Using Disposable Handheld Soil Core Samplers for the Collection and Storage of Soil for Volatile Organic Analysis.
- [38] Alan D. Hewitt and Nicole J.E. Lukash (1996). Obtaining and transferring soils for in-vial analysis of volatile organic compounds.
- [39] Alan D. Hewitt (1999). Storage and Preservation of soil samples for volatile compound analysis.
- [40] David Turriff, PhD. Chris Reitmeyer (1998). Validation of holding times for the En Core™ sampler.
- [41] Report WRI-02-R010 (June 2002) - Validation of a new soil VOC sampler: precision of the performance of the En Core® sampler to store low VOC concentrations - DE-FC26-98FT40323 Task 5.

- [42] Report WRI-06-R018 (June 2006) - *New soil VOC samplers: En Core® and Accu Core™ sampling/storage devices for VOC analysis* -DE-FC26-98FT40323 Task 5.
- [43] Report WRI-09-R030 (June 2009) - *Soil samplers: new techniques for subsurface sampling for volatile organic compounds* - DE-FC26-98FT40323 Task 5.

Littérature canadienne :

- [44] Ministère du développement durable, de l'environnement et des parcs du Québec, Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales : Cahier 5 – Échantillonnage des sols, Québec, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, Édition courante, <http://wceaeq/documents/publications/echantillonnage.htm>.
- [45] Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. Modes de conservation pour l'échantillonnage des sols, DR-09-02, Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Faune et des Parcs, 2013, 6 p.
- [46] Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales Cahier 5 – Échantillonnage des sols - Mise à jour de la section 5.3.3 - Échantillon pour l'analyse des composés organiques volatils.

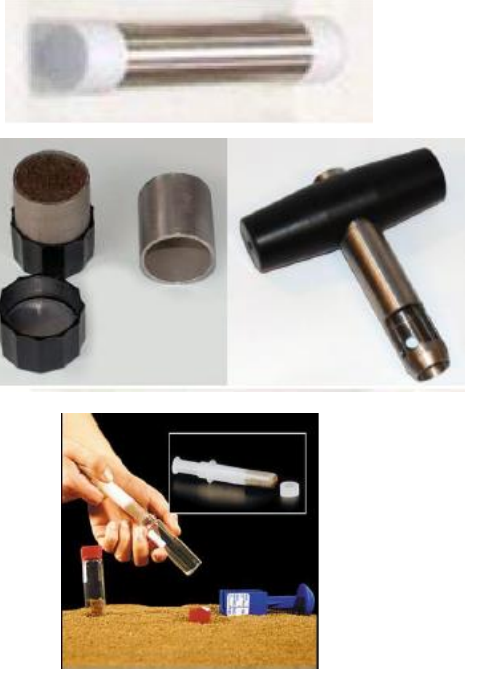
Littérature hollandaise :

- [47] NEN 5743-1995 « Soil - Sampling of soil and sediments for the determination of volatile compounds.
- [48] ETV PROMOTE Contract No: 518074 - Efficiency control and performance verification of improved approaches for soil-groundwater protection and rehabilitation - Specific Targeted Research Project Thematic priority: Global Change and Ecosystems 04.16 Soil coring kit, Eijkelpamp- Verification report.

Annexe 1

Étude bibliographique sur les pratiques d'échantillonnage des sols à l'international (mai 2018)

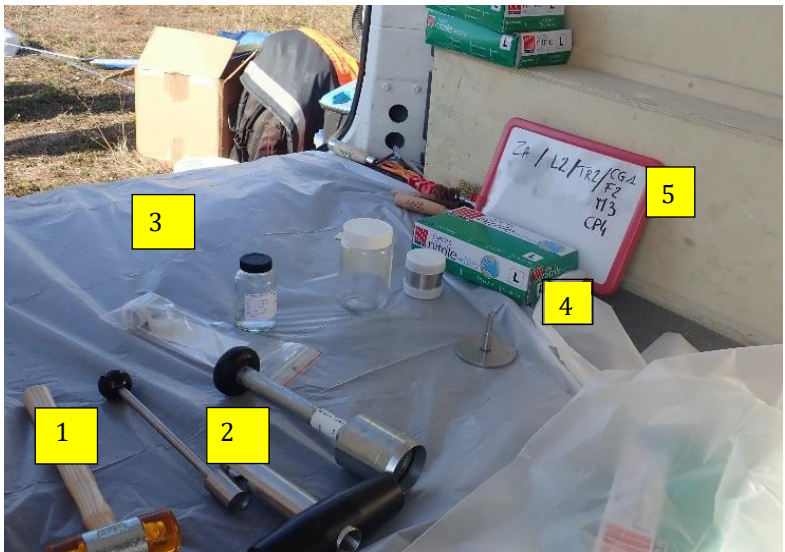
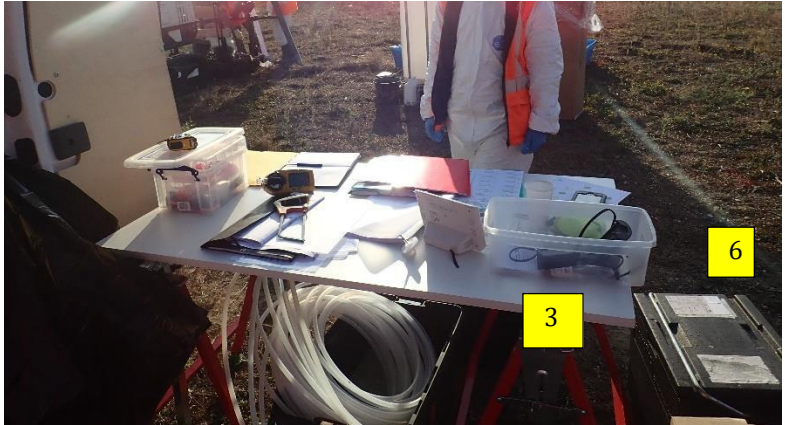
Comparaison des méthodes d'échantillonnage des sols pour l'analyse de COV dans différents pays (recherche bibliographique du Brgm - mai 2018)

Pays	Référence Normes / Guides/Etudes consultées (en vigueur en mai 2018)	Méthodes d'échantillonnage des sols pour l'analyse de COV	Remarques / constats	Illustration du matériel d'échantillonnage
Belgique (Bruxelles)	Code de bonnes pratiques pour la prise d'échantillon de sol, d'eau souterraine, de sédiment et d'air du sol, ainsi que la préservation (conservation et récipients) des échantillons prélevés – 12/09/2016 REX codes de bonnes pratiques (09/12/2014) de Bruxelles Environnement.	La méthode la plus appropriée pour le forage manuel est l'utilisation d'un carottier (insertion d'un steekbus dans le trou de forage). Lorsque l'on enlève le carottier de l'appareil d'échantillonnage, il est complété par des rondelles inertes et fermés avec des bouchons placés à ses extrémités de sorte à éviter toute volatilisation des polluants. <u>Forage manuel :</u> Sols graveleux/ très cohérent : - Remonter l'échantillon avec la tarière Edelman + prélever au cœur de la carotte avec un mini-steekbus. Optionnel : vider le contenu du mini-steekbus dans des flacons remplis de méthanol (prolongation du délai de conservation). - Impossible d'utiliser le mini-steekbus (pierres, etc.) : pot en verre. <u>Forage mécanique :</u> Utilisation de liners : on n'ouvre pas l'intervalle à analyser et on obture le liner à ses deux extrémités pour l'envoyer au laboratoire.	Méthode d'échantillonnage obligatoire si un forage est réalisé dans une zone à risque avec des composés volatils comme paramètres suspects ou si lors de la réalisation d'un forage les observations organoleptiques ou tests de terrain indiquent la présence de composés volatils. Méthode recommandée dans tous les autres cas si les échantillons de sol sont analysés sur des composés volatils. 	
Suisse	Méthodes d'analyse dans le domaine des déchets et des sites pollués – Etat 2017 Investigation des sites pollués par des hydrocarbures chlorés – Rapport expert Chloronet octobre 2016	Récipients en verre à verrouillage étanche (Flacons Headspace) - Remplir les récipients jusqu'à ras bord pour minimiser l'espace d'air ambiant. Les échantillons de matière solide pourraient aussi être fixés, par exemple avec du méthanol , pour limiter les pertes par dégazage. Cette fixation nécessite la manipulation problématique du dangereux méthanol et n'est possible que pour de petites quantités d'échantillons (par ex. 20-30 g). Un échantillon de matière solide remaniée ne fournit généralement qu'une valeur minimale des teneurs en HCC.	Comme il n'est pas aisé de prélever un échantillon partiel représentatif pour l'analyse de substances volatiles (BTEX, HCCV, hydrocarbures aliphatiques C5–C10) présentes dans des matériaux solides, il est recommandé d'effectuer la détermination de ces substances dans l'air interstitiel . Comme les exigences en matière de coordination et d'échantillonnage sont en plus très élevées, il est rare de pouvoir appliquer cette méthode (méthanol) à large échelle dans la pratique .	 
États-Unis	ASTM. Méthode D4547 – 15, « Standard Guide for Sampling Waste and Soils for Volatile Organic Compounds » ASTM. Méthode D6418 – 09, « Standard Practice for Using the Disposable En Core Sampler for Sampling and Storing Soil for Volatile Organic Analysis ». U.S. EPA. 2002. "Method 5035A (SW-846): Closed-System Purge-and-Trap and Extraction for Volatile Organics in Soil and Waste Samples," Draft Revision 1. Washington, DC. Guide US EPA Region 9 technical Guidelines for accurately determining volatile organic compound (VOC).	En-core sampler : Échantillonnage avec une capsule hermétique (5 à 20 g de sol prélevés), bouchée et envoyée au laboratoire. Terra core : Échantillonnage avec une seringue coupée et échantillon de sol transvasé dans le head space pré-rempli de méthanol	Liens vers les vidéos illustrant ces méthodes : https://www.youtube.com/watch?v=QUHiyHXzCn0 https://www.youtube.com/watch?v=Kvavd43hNw8 https://www.youtube.com/watch?v=PJqq8zFWEmk	 EnCore ^{MD}

Canada (Québec)	MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DES PARCS DU QUÉBEC, Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales : Cahier 5 – Échantillonnage des sols, Québec, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, Édition courante : http://wceaeq/documents/publications/echantillonnage.htm CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. Modes de conservation pour l'échantillonnage des sols, DR-09-02, Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Faune et des Parcs, 2013, 6 p.	Échantillonnage avec une seringue (non hermétique) permettant la conservation de l'échantillon de sol dans le méthanol pour l'analyse des COV. Échantillonneurs à capsule hermétique permettant l'envoi au laboratoire de l'échantillon de sol scellé pour l'analyse des COV.	Ces échantillonneurs ne peuvent être utilisés que si le sol est cohésif. Si un échantillonnage de sol doit être réalisé sans avoir été planifié et que les méthodes décrites précédemment ne peuvent être utilisées, l'échantillonnage dans un contenant de verre est possible. Dans ce cas, une note doit être inscrite sur le certificat analytique et une justification du choix de cette méthode doit être présentée dans les rapports décrivant les travaux.	 Terra Core^{MD}
Pays-Bas	Méthode NEN 5743-1995	Échantillonnage avec un cylindre métallique de 226 ml retiré et bouché avec un matériau non perméable. Utilisé pour échantillonner directement les sols à l'aide d'une tarière manuelle. Développement du tube de prélèvement 16 ml : Tube plus petit. Il refroidit plus vite. Il est moins lourd, moins coûteux. Il génère moins de déchets. Utilisé pour sous-échantillonner les sols sur l'outil de sondage.	<u>Constats de l'institut de normalisation néerlandais (NEN) en 2009 :</u> Utilisation trop limitée du cylindre de coupe pourtant obligatoire. Fragilité des tubes (présence de pierres et gravats) Coûts trop important pour un usage quotidien Contraintes liées à la logistique des tubes entre préleveurs et laboratoires (nettoyage/réexpédition)	

Annexe 2

Fiches techniques des opérations d'échantillonnage des sols

FICHE 1 - Liste (non exhaustive) du matériel de prélèvement	Case à cocher	Commentaires / Illustrations
Matériel fourni par le Laboratoire Flaconnage : flacons vides en verre, Kit méthanol, blancs de prélèvement, ... Matériel nécessaire pour les cylindres d'échantillonnage : Sacs alimentaires avec système de double code barre (sur cylindre et sac) Kit pour cylindres d'échantillonnage (marteau [1], porte cylindre [2]) Goupillon pour le nettoyage des outils (porte cylindre) Matériel du préleveur pour l'échantillonnage : Atelier de travail pour échantillonnage : table ou bâche [3] Station Météo (relevé T°/HR...) Parasol ou barnum (protection soleil ou pluie) Appareils de mesures (PID + sacs alimentaires à zip (pour mesures PID) Gants de prélèvement [4], papier en rouleau, eau (bidon) Produit de nettoyage des outils de prélèvements (ex : agent tensio-actif de nettoyage et/ou de décontamination) Brosse rigide pour nettoyer la zone de travail, chiffons pour le nettoyage du matériel. Prévoir un dispositif de traitement des eaux de nettoyage (bac et charbon actif) Spatule, pelle inox, couteau en matériau inerte (pour araser la surface du cylindre/du flacon, décrire les sols, enlever les matériaux grossiers) Sacs poubelle, bacs de nettoyage des outils (forage/prélèvement) Perceuse électrique de poche (pour percer la gaine et réaliser les mesures PID) Scie à métaux (pour la découpe des carottes de sol sous gaine en tronçons) Règle graduée, décamètre (mesure longueur zone échantillonnée) Tableau pour visualiser la référence des échantillons lors de la prise de photos [5]. Appareil photo, échelle colorimétrique et charte granulométrique (relevé des observations et des fractions granulométriques sur le terrain). Conservation des échantillons au froid : Glacières et pains de glace à réfrigérer (2 à 4 pains de glace par glacière) [6] : placer un maximum de pains de glace congelés dans les glacières, afin que celles-ci soient déjà refroidies avant remplissage avec les échantillons Congélateur, frigo, glacière réfrigérée branchée sur site ou sur allume cigare.		 

Fiche 2 - Zone de travail et d'échantillonnage	Commentaires / Illustrations
<u>Sur site, avant de réaliser les sondages et les prélèvements, préparer la zone de travail :</u> Baliser la zone (zone de sondages et atelier d'échantillonnage) [1]. Prévoir une glacière spécifique à chaque conteneur (flacon/cylindres) [2] : sortir les conteneurs au dernier moment juste avant échantillonnage. Mettre les glacières avec pains de glace réfrigérés à l'abri du soleil. Placer la station météo à proximité de l'atelier de travail. Calibrer tous les appareils de mesures : appareils de protection individuels et appareils de mesures sur site. Vérifier si les valeurs sont à 0 dans l'air ambiant. La calibration du PID avec la cartouche de charbon actif doit être faite loin de toute potentielle source de pollution. Préparer les fiches de prélèvement et les étiquettes. Prévoir des bacs pour nettoyer les outils de forage (tarière, gouge) et de prélèvement (truelle, couteau, porte cylindre) [3]. Faire un point avec les foreurs sur les objectifs des investigations et les procédures d'échantillonnage.	 3 bacs de nettoyage des outils de prélèvement 

Fiche 3 - Matériel de sécurité pour l'opérateur en charge des prélèvements	Commentaires / Illustrations
<u>Pour le matériel de sécurité, se référer à la norme NF X31 620-1 - Tableau B.2 - Liste des matériels et équipements présents pour chaque opération sur site pour le domaine A.</u> Pour toute intervention sur site pollué ou potentiellement pollué, l'opérateur en charge des prélèvements doit notamment disposer (<i>liste non exhaustive</i>) : - du matériel de sécurité (explosimètre, détecteurs de gaz dans sa zone de travail, ...), - de mesures de protection adaptées pour éviter le contact avec les polluants déjà présents dans le sol et d'éventuels agents de conservation utilisés pour stabiliser les échantillons de sol sur le terrain, - d'un masque à cartouches lors des phases de prélèvement ou a minima lorsque des indices organoleptiques sont observés ou des mesures significatives détectées au PID, - des FDS des produits utilisés, - d'une trousse de secours, - ... Les informations relatives aux substances potentiellement présentes permettent d'identifier les Equipements de Protection Collective (EPC) et Individuelle (EPI) qu'il convient d'utiliser pour se prémunir des risques identifiés (notamment les gants et les appareils de protection respiratoire pour les risques chimiques). L'opérateur doit posséder les habilitations nécessaires dans le cadre de son intervention (SST, AIPR, ...). L'opérateur doit pouvoir vérifier bon fonctionnement des appareils de mesures et des équipements de protection.	 

Fiche 4 – Préparation de la zone à échantillonner pour chaque technique de forage (collaboration foreur – préleveur)	
Forage au carottier sous gaine	Commentaires / Illustrations
Descendre l'outil de forage jusqu'à la profondeur à échantillonner. Remonter et ouvrir le tube en acier pour extraire de la carotte de sol sous gaine. Boucher la carotte de sol aux extrémités. Bien repérer le haut et le bas de la carotte. Déposer la carotte sous gaine sur l'atelier d'échantillonnage, mesurer la longueur de la carotte. Percer la carotte et procéder aux mesures de composés volatils à l'aide d'un PID. Déposer la gaine découpée déposée sur l'atelier d'échantillonnage Ouvrir la gaine au dernier moment juste avant l'échantillonnage. Retirer les sols aux extrémités de la carotte et gratter la surface de la carotte pour écarter les sols potentiellement remaniés. • <i>Procéder rapidement à l'échantillonnage des sols selon la méthode retenue (fiche 5).</i> Prendre une photographie générale de la carotte ou de chaque niveau à échantillonner (noter la référence des photos sur les fiches de prélèvement). Décrire les sols contenus dans la carotte (indices organoleptiques, typologie de sols, cohésion des sols). En présence de de remblais : préciser la constitution de ces matériaux (type et pourcentage de matrice) et indiquer la présence éventuelle de résidus d'origine anthropique. <u>Consignes à donner aux foreurs :</u> Attendre la fin de l'échantillonnage avant d'extraire une autre carotte de sol pour limiter l'exposition des sols à l'air (et la perte de COV).	 

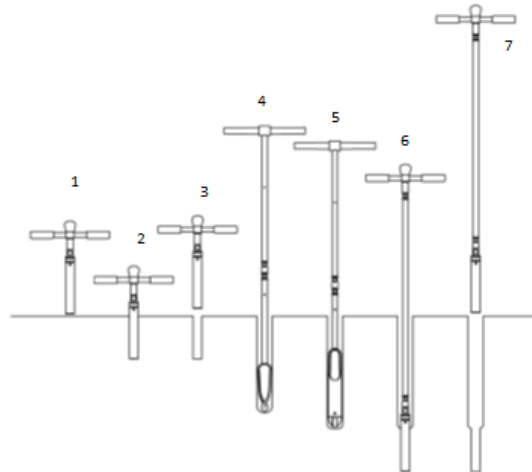
Forage au carottier à gouges	Commentaires / Illustrations
Descendre l'outil de forage jusqu'à la profondeur à échantillonner. Remonter la gouge et déposer la gouge sur l'atelier d'échantillonnage. Bien repérer le haut et le bas de la gouge. Retirer les sols aux extrémités de la gouge et gratter la surface de la gouge pour écarter les sols potentiellement remaniés • <i>Procéder rapidement à l'échantillonnage des sols selon la méthode retenue (fiche 5).</i> Faire un trou dans le sol avec la truelle ou au doigt « ganté » et procéder aux mesures de composés volatils à l'aide d'un PID. Prendre une photographie générale de la gouge ou de chaque niveau à échantillonner (noter la référence des photos sur les fiches de prélèvement). Décrire les sols contenus dans la carotte (indices organoleptiques, typologie de sols, cohésion des sols). En présence de de remblais : préciser la constitution de ces matériaux (type et pourcentage de matrice) et indiquer la présence éventuelle de résidus d'origine anthropique. <u>Consignes à donner aux foreurs :</u> Attendre la fin de l'échantillonnage avant de remonter une autre gouge pour limiter l'exposition des sols à l'air (et la perte de COV).	 

Forage à la tarière mécanique	Commentaires / Illustrations
Mettre en place la cage de protection (en cas de risque lié à la rotation de l'outil). Descendre l'outil de sondage jusqu'à la profondeur à échantillonner. Remonter l'outil sans activer la rotation (réduit le remaniement des terres). Une fois la tarière remontée, mesurer la tige et la proportion de matériaux remontés ; procéder à une phase de « tri » des matériaux avant l'échantillonnage. Gratter les sols à la surface de la tarière afin de retirer au maximum les sols remaniés. • <i>Procéder rapidement à l'échantillonnage des sols selon la méthode retenue (fiche 5).</i> Décrire les sols contenus dans la carotte (indices organoleptiques, type de sols, cohésion des sols). En présence de de remblais : préciser la constitution de ces matériaux (type et pourcentage de matrice) et indiquer la présence éventuelle de résidus d'origine anthropique. Prélever les sols en sac (quantité de sol environ 1/3 du sac et 2/3 d'air) pour les mesures PID à réaliser après l'échantillonnage (mesures des composés volatils en sac avec malaxage des sols). <u>Consignes à donner aux foreurs :</u> Attendre la fin de l'échantillonnage avant de remonter une autre tarière pour limiter l'exposition des sols à l'air (et la perte de COV).	 

Fiche 5 – Protocole proposé pour chaque méthode d'échantillonnage			Commentaires / Illustrations	
Méthode 1 - Échantillonnage des sols avec un kit méthanol (seringue pré calibrée et flacon pré-rempli de méthanol par le laboratoire)				
Recherche des composés organiques volatils.				
Techniques de forage adaptée	Carottier sous gaine	Carottier à gouges	Tarière mécanique	Carottier sonique
Avant échantillonnage, comparer les flacons et vérifier que les quantités de méthanol sont identiques entre elles : écarter tous les flacons qui ne présenteraient pas la bonne quantité de méthanol. Le rapport masse de sol / volume de méthanol doit rester proche de 1 pour une extraction satisfaisante des COV. Prélever le sol à l'aide d'un outil de carottage approprié de volume connu, par exemple une seringue calibrée jetable en plastique modifiée par découpage de sa pointe. Prélever le sol en une seule fois si possible (selon la dureté du sol ou la présence d'éléments grossiers). Introduire le sol avec précaution (en évitant les éclaboussures) dans le flacon en verre contenant un volume défini de méthanol. Nettoyer le haut du flacon (col et pas de vis) avant de le boucher pour éviter les fuites. Vérifier que le méthanol recouvre complètement le sol et agiter le flacon pour obtenir un mélange homogène. Faire un blanc de terrain à chaque série d'échantillonnage : le blanc est réalisé sur site en ouvrant le flacon pendant le même intervalle de temps que celui utilisé pour l'échantillon de sol. Placer les flacons au frais et à l'obscurité dans une glacière dédiée (ne pas le mélanger à d'autres type de contenant : risque de contamination en cas de fuite du méthanol). Noter dans la fiche de prélèvement les caractéristiques et références de l'échantillon prélevé. Jeter la seringue usagée dans un sac poubelle (usage unique). Changer de gants et nettoyer son matériel entre deux prélèvements. Remarques : Le flaconnage utilisé pour le blanc de prélèvement et l'échantillon doivent être de la même série (même date de préparation indiquée sur le flacon). Le laboratoire demande la réalisation d'un échantillon de sol supplémentaire en flacon pour la matière sèche (résultats exprimés en mg/kg MS). Tutoriel du BRGM : http://ssp-infoterre.brgm.fr/actualites/animation-prelevements-sols-composes-organiques.			 Point sécurité : Le méthanol peut présenter des risques pour la santé et la sécurité de l'opérateur. Une formation spécifique est nécessaire pour l'utilisation du kit méthanol. L'échantillonnage avec des kits méthanol doit se faire de manière sécurisée, à l'écart des sources de contamination extérieures, et à l'abri de la chaleur. Le transport des échantillons conservés dans le méthanol est réglementé.	

Méthode 2 – Échantillonnage des sols avec un échantillonneur à usage unique		Commentaires / Illustrations		
Recherche des composés organiques volatils.				
Techniques de forage adaptée	Carottier sous gaine	Carottier à gouges	Tarière mécanique	Carottier sonique
Placer l'échantillonneur sur la poignée en T. Pousser l'échantillonneur dans le sol jusqu'à ce qu'il soit complètement rempli pour éviter autant que possible la présence d'air. Araser les extrémités de l'échantillonneur à l'aide d'une spatule (ou un couteau). Utilisez un chiffon pour essuyer rapidement la tête de l'échantillonneur afin qu'il puisse être hermétiquement fermé avec le bouchon. Pousser le bouchon avec une action de torsion. Vérifier que les bouchons sont correctement placés sur le dispositif d'échantillonnage pour une étanchéité optimale (nettoyer / éliminer les résidus de terre entre l'échantillonneur et le capuchon avant de le fermer). Placer l'échantillonneur dans un sachet étiqueté. Entreposer les échantillonneurs au frais dans des glacières. Noter sur la fiche de prélèvement les caractéristiques et références de l'échantillon prélevé. Changer de gants et nettoyer son matériel entre deux prélèvements. <u>Recommandations:</u> Cet échantillonneur doit être utilisé conformément aux instructions du fabricant. <u>Remarque :</u> Le laboratoire demande la réalisation d'un échantillon supplémentaire pour déterminer la matière sèche (flacon spécifique). Tutoriels disponibles : https://www.youtube.com/watch?v=pCcNP7DVQ0 https://www.ennovativetech.com/interactive-media/movies		EnCore^{MD} ESS Core N'One^{MD}		

Méthode 3 - Échantillonnage des sols avec un petit cylindre en inox.			Commentaires / Illustrations	
Recherche de composés organiques volatils.				
Techniques de forage adaptée	Carottier sous gaine	Carottier à gouges	Tarière mécanique	Carottier sonique
Placer le cylindre dans le porte cylindre et enfoncer le dispositif dans le sol à l'aide d'un marteau ou manuellement. Prélever le sol avec le cylindre (en une seule prise si possible). L'ensemble du volume du cylindre doit être rempli au maximum pour éviter autant que possible la présence d'air. Araser et nettoyer les extrémités du cylindre à l'aide d'une spatule (ou un couteau). Vérifier que les bouchons sont correctement placés sur le cylindre pour une étanchéité optimale (nettoyer/enlever résidus de terres entre cylindre et bouchons). Placer le cylindre dans un sachet alimentaire étiqueté. Entreposer les cylindres au frais dans des glacières. Noter dans la fiche de prélèvement les caractéristiques et références de l'échantillon prélevé. Changer de gants et nettoyer son matériel entre deux prélèvements. <u>Remarques :</u> Selon la taille du cylindre (ex : 16 mL), le laboratoire demande la réalisation d'un échantillon supplémentaire pour déterminer la matière sèche (flacon spécifique). Il existe différents cylindres d'échantillonnage avec des bouchons hermétiques et compatibles avec la recherche des composés volatils (exemple du cylindre 16 ml sur les photos ci-contre). <u>Attention :</u> certains cylindres proposés dans le commerce (100 ml) sans bouchon hermétique ne conviennent pas pour la recherche des composés volatils <u>Tutoriel du BRGM :</u> http://ssp-infoterre.brgm.fr/actualites/animation-prelevements-sols-composes-organiques.			   	

Méthode 4 - Échantillonnage des sols avec un grand cylindre en inox. Recherche des composés organiques volatils et semi-volatils.			Commentaires / Illustrations	
Techniques de forage adaptée	Carottier-sous-gaine	Carottier à gouges	Tarière mécanique (avant-trou)	Carottier sonique
Si l'échantillon est prélevé en profondeur, réaliser un avant-trou à la profondeur désirée (en général avec une tarière manuelle ou mécanique). Le cylindre et les plaques isolantes dans lesquels les échantillons sont prélevés doivent être entièrement décontaminés avant utilisation ou être neufs. Le cylindre est placé sur l'appareil de carottage et enfoncé directement dans le terrain depuis la surface ou dans le trou de forage. Des tiges d'extension et une poignée peuvent être utilisées pour atteindre le fond du trou de forage. Le cylindre est enfoncé dans le sol à la main ou avec un marteau, en tenant compte de la longueur du cylindre à remplir. Lorsque le cylindre est rempli, faire pivoter de 90 ° pour libérer l'échantillon de sol. Après avoir remonté le cylindre (rempli de sol), le bord extérieur du cylindre doit être nettoyé pour assurer l'étanchéité du dispositif. Placer la plaque isolante et le premier bouchon à l'extrémité du cylindre, déconnecter le cylindre de l'appareil de carottage et placer l'autre bouchon. Placer le cylindre dans un sac étiqueté. Entreposer les cylindres au frais dans une glacière. Noter sur la fiche de prélèvement les caractéristiques et références de l'échantillon prélevé. Changer de gants et nettoyer son matériel entre deux prélèvements.			  Grand cylindre d'échantillonnage en inox (226 mL)	

Méthode 5 - Échantillonnage des sols avec un flacon en verre brut.			Commentaires / Illustrations	
Recherche des composés organiques semi-volatils. Non recommandé pour les COV (méthode pouvant être mise en œuvre sous certaines conditions à justifier).				
Techniques de forage adaptée	Carottier sous gaine	Carottier à gouges	Tarière mécanique	Carottier sonique
Échantillonner avec une spatule, une pelle en inox ou la main gantée sans trop remanier les sols. Ecarter au maximum sur site les matériaux étrangers (plastique, verre, débris végétaux, ...), ainsi que les fractions grossières (cailloux, blocs, galets, ...) si elles sont sans intérêt pour l'étude. Cette étape est effectuée en même temps que l'échantillonnage. Transférer rapidement le sol dans le flacon. Remplir le flacon à ras bord (pour éviter la présence d'air), sans trop compacter le sol (pour ne pas le déstructurer). Nettoyer le haut du flacon (col et pas de vis) avant de le fermer pour assurer son étanchéité. Conserver les échantillons à l'obscurité et au frais dans des glacières juste après l'échantillonnage et pendant tout le transport. Noter sur la fiche de prélèvement les caractéristiques de l'échantillon prélevé. Noter en particulier la proportion d'éléments grossiers écartés de l'échantillon prélevé (estimation visuelle). Changer de gants et nettoyer son matériel entre deux prélèvements. Tutoriel du BRGM : http://ssp-infoterre.brgm.fr/actualites/animation-prelevements-sols-composes-organiques.			 	

Fiche 6 – Étiquetage, stockage et transport	
Étiquetage	Commentaires / Illustrations
Reporter la référence du cylindre ou des flacons sur la fiche de prélèvement (+ code barre éventuel). La référence de l'échantillon prélevé doit permettre de l'identifier sans ambiguïté. Utiliser le système de double code-barres fourni par le laboratoire (sur la fiche et le flacon ou le sac pour cylindre). Une fois le prélèvement effectué, placer les échantillons clairement étiquetés dans la glacière, au fur et à mesure de la réalisation des prélèvements.	Pour contrôler la chaîne du froid, un tracker de température peut être placé dans la glacière.
Stockage	Commentaires / Illustrations
Stocker les échantillons de sol à l'obscurité dans une enceinte isotherme (glacière) propre, fermée (à l'abri de l'air) et déjà refroidie avec des blocs eutectiques (pains de glace). Conditionner séparément les flacons, les cylindres et les kits méthanol. Déposer les flacons dans les emplacements dédiés dans les glacières. Les cylindres peuvent être déposés en vrac. Placer un formulaire d'accompagnement des échantillons dans la glacière. Refroidir si possible les échantillons de sol avant de les expédier vers le laboratoire. Pour cela, stocker les échantillons : -en chambre froide au bureau -dans un frigo sur site -dans une glacière branchée sur allume cigare de la voiture.	
Transport	Commentaires / Illustrations
Transporter les échantillons de sol au laboratoire aussi rapidement que possible, afin de réduire autant que possible l'éventualité d'une modification chimique ou biologique avant analyse. Dans l'idéal, prévoir un envoi journalier des échantillons au laboratoire. Enregistrer les échantillons sur la plateforme internet du laboratoire (si disponible) et passer commande au plus tard juste avant réception des échantillons au laboratoire. Pour que les analyses soient lancées au plus vite, le laboratoire doit impérativement disposer d'une commande analytique. Sinon, les échantillons sont mis en réserve et analysés plus tard.	Pour transporter les échantillons au froid : -Véhicules équipées d'une unité de réfrigération -Véhicule mixte (bi-zone) Pour des chantiers de longue durée, prévoir le passage journalier d'une navette sur site (possible dans les grandes métropoles). Dépôt possible des échantillons dans les annexes ou les entrepôts logistiques associés aux laboratoires.

Annexe 3

Exemple de protocole d'utilisation du PID

Protocole d'utilisation d'un Détecteur à Photolionisation (PID)

1) Principe de l'appareil PID

Les PID permettent la mesure sur site de la concentration globale en composés organiques photoionisables. Ces détecteurs font passer un flux d'air dans une chambre d'ionisation équipée d'une lampe ultra-violet et de 2 électrodes soumises à une forte différence de potentiel. Plusieurs puissances de lampes sont disponibles (9,8 ; 10,6 et 11,7 eV) en fonction des potentiels d'ionisation des composés à identifier (exemple de composés sur la Figure 1 ; pour plus de détails se référer au site internet des fournisseurs).

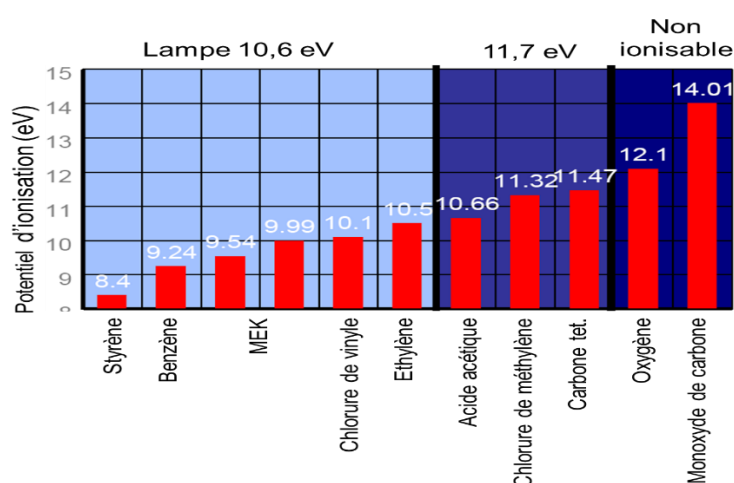


Figure 1 : Exemple de composés pouvant être détectés en fonction des lampes utilisées.

Un détecteur à photo-ionisation (PID) permet la détection de toutes molécules gazeuses dont le potentiel d'ionisation (exprimé en eV) est inférieur à l'énergie des photons émis par la lampe UV de l'appareil. La lampe la plus couramment utilisée est celle de 10,6 eV. Cette lampe ne permet pas de détecter les alcanes contrairement à la lampe de 11,7 eV. Néanmoins, cette dernière a une courte durée de vie (1 mois) et son coût (~500 €) ne justifie pas son emploi de façon systématique. Sans réglage spécifique, les PID sont des appareils non sélectifs, c'est-à-dire incapables de discriminer les molécules présentes ; ils donnent donc une réponse globale de la somme des molécules détectées.

Ces détecteurs sont les plus couramment utilisés pour la détection de COV dans les gaz du sol ou l'air ambiant. Cependant, ces détecteurs fournissent uniquement des résultats semi-quantitatifs pour l'ensemble des COV ionisables. Si un seul composé est présent dans les gaz analysés, il peut être appliqué des facteurs de correction (propres à chaque molécule) afin d'avoir des résultats plus précis. Si au contraire, le gaz analysé est un mélange de plusieurs composés, les résultats ne peuvent plus être exploités en semi-quantitatif mais fournissent plutôt un indice général.

La gamme des molécules est assez large et comprend des composés aromatiques, des cétones, des aldéhydes, des amides, des amines, des composés chlorés, des composés soufrés et certains composés inorganiques. La liste de ces composés est donnée par les fabricants ainsi que leur potentiel d'ionisation (ex. : Technical Note TN-106 de chez RAE systems).

2) Caractéristiques et calibration du PID

Note : l'appareil présenté ici est celui qui a été retenu pour l'essai d'inter-comparaison de 2018 mené dans le cadre du GT échantillonnage. Les COHV détectés sur ce site sont principalement du PCE, du cis-DCE et du TCE. La lampe 10,6 eV permet donc d'identifier les principaux traceurs de COHV sur ce site.

a) Généralités

Le PID (cf. Figure 2) est un appareil à lecture directe, rapide et facile à mettre en œuvre. Pour autant, il est nécessaire de vérifier l'état de l'appareil et sa calibration avant de l'utiliser.

La précision offerte par les PID dépend de la précision de la calibration : une précision relative d'environ +/- 3% peut être atteinte avec un gaz sec.

Gamme de mesure : 0 à 15 000 ppm avec une résolution de 0,1 ppm (pour un appareil muni de la lampe à 10,6 eV).

La mesure est sensible :

- aux variations de pression et de température des gaz,
- aux composés présents dans la matrice gazeuse,
- à l'humidité (filtre recommandé).



Figure 2 : Exemple de PID

Note : Les filtres sont très sensibles à l'humidité. Ce filtre doit être changé régulièrement, dès observation visuelle d'un colmatage.

La batterie se recharge en moins de 8 h et peut tenir 16 h en fonctionnement continu. La pompe de l'appareil a un débit entre 0,45 et 0,55 L/min.

b) Calibration

Une calibration annuelle est à réaliser par le fournisseur. La calibration de l'appareil est réalisée également sur site (généralement au démarrage de chaque journée de chantier). Elle est le plus souvent proposée sur l'iso butylène (à 100 ppmv). L'expression des résultats est donc en équivalents ppmv d'iso butylène si une utilisation de facteur de conversion n'est pas réalisée (ex. : Technical Note TN-106 de chez RAE systems).

La vérification de la calibration se fait en deux temps :

- Vérifier le 0 à l'air ambiant. En cas de pollution de l'air (impossibilité d'atteindre 0), utiliser une bouteille d'air pour l'étalonnage ou une cartouche de charbon actif.
- Vérifier que l'appareil mesure 100 ppm avec l'étalon d'isobutylène.

Se reporter à la notice de l'appareil pour la calibration exacte. A noter, que si l'appareil est utilisé avec un filtre (poussière et humidité) pour les mesures, il est nécessaire de faire la calibration avec le même type de filtre car celui-ci influence le débit et la pression.

L'étalonnage n'est pas obligatoire à chaque utilisation de l'appareil, l'icône apparaît lorsque le détecteur nécessite d'être étalonné (Figure 3). Il est nécessaire de procéder à un étalonnage si :

- Le type de lampe a été changé, par exemple, de 10,6 à 9,8 eV,
- Le capteur a été remplacé,
- 30 jours ou plus se sont écoulés depuis le dernier étalonnage du détecteur,
- Le type de gaz d'étalonnage a été changé sans étalonnage du détecteur.

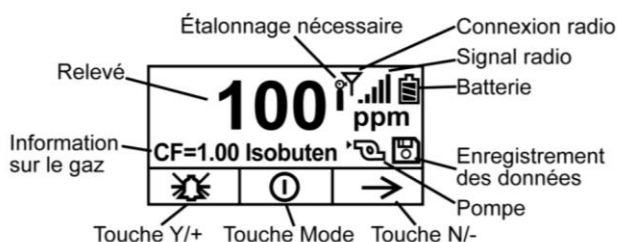


Figure 3 : Exemple d'écran (PID)

3) Mesure sur site

a) Matériels pour la mesure :

L'opérateur a besoin des équipements suivants pour réaliser les mesures au PID :

- Un gaz de calibration,
- Des filtres à poussières et/ou humidité,
- Des sacs à zip d'au moins 1 L,
- Un couteau, ou un tournevis... pour faire un trou dans les sacs,
- En cas de sondage carotté sous gaine, une perceuse pour percer la carotte sous gaine et faire les mesures.
- Une station météorologique (ou relever les conditions météorologiques lors des mesures).

b) Protocole de mesure :

Deux types de mesures au PID peuvent être réalisés : 1) mesure ponctuelle sur l'outil de forage (en réalisant un trou dans le sol sur la gouge ou dans les trous percés dans la gaine de la carotte) ; 2) mesure globale dans un contenant (sol prélevé sur la tarière et placé dans un sac étanche de qualité alimentaire).

Procédure à suivre pour la mesure en sac :

1. Allumer l'appareil en appuyant sur la touche MODE et la maintenir enfoncée jusqu'à ce que l'écran s'allume puis relâcher la touche MODE. Le détecteur fonctionne et effectue des autotests. Une fois ces autotests terminés, un graphique ou une valeur numérique du gaz s'affiche. Cela signifie que le détecteur est opérationnel et prêt à l'emploi ;

2. Prélever l'échantillon de sol et le placer le plus rapidement possible dans le sac ;,
3. La quantité de sol est d'environ 1/3 d'un sac de 1 L ;
4. Fermer hermétiquement le sac en gardant de l'air à l'intérieur du sac. Cette quantité permet de maintenir un débit suffisant pendant le temps de la mesure d'une minute (~0,5 L/min). Il est important de toujours garder la même proportion de sol/air dans les sacs afin de pouvoir comparer les concentrations entre elles sur un même site ;
5. Attendre 1 à 2 min (en malaxant le sol*) pour atteindre l'équilibrage entre les phases solides et gazeuses ;
6. Faire un petit trou dans le haut du sac pour insérer l'embout de l'appareil sans que celui-ci soit en contact avec le sol ;
7. Commencer la mesure et attendre la stabilisation de la valeur pour noter la concentration détectée. Si les valeurs ne se stabilisent pas, il est recommandé de relever la mesure affichée sur l'appareil au bout de 1 à 2 minutes d'attente et respecter le même temps pour l'ensemble des mesures réalisées sur la zone d'échantillonnage ;
8. Avant de recommencer une mesure sur un autre échantillon ou d'éteindre l'appareil, attendre que la valeur revienne à 0. Une tolérance entre 1 et 5 ppm est acceptée si l'appareil ne revient pas à 0. Ces valeurs sont non significatives mais doivent être consignées sur la fiche terrain ;
9. Pour arrêter le détecteur, appuyez sur la touche MODE pendant 3 secondes. Un décompte de 5 secondes s'affiche. Après 5 secondes, le détecteur s'arrête. Relâchez la touche MODE. Quand le message « Unit off... » (Appareil hors tension) apparaît à l'écran, relâchez la touche MODE. Le détecteur est à présent éteint.

(*) : le malaxage des sols force le dégazage du sol, ce qui n'est pas forcément représentatif des conditions naturelles de dégazage du sol, mais permet de détecter plus facilement les composés volatils de manière semi-quantitative et de sélectionner les échantillons destinés à l'analyse quantitative de composés volatils totaux au laboratoire.

Pour les mesures ponctuelles (sur l'outil de forage ; par ex : gouge et carottier sous gaine), les étapes 2 à 6 ne sont pas réalisées.

Annexe 4

Informations à renseigner sur la fiche de prélèvement de sol

INFORMATIONS A RENSEIGNER SUR LA FICHE DE PRELEVEMENTS SOLS				
Nom du Préleveur :	N° Zone			
Nom du superviseur :	N° sondage			
Date d'intervention :	Type sondage (carottier sous gaine, gouge, tarière, pelle mécanique, ...)			
Conditions climatiques :	Diamètre de forage (mm)			
	Coordonnées GPS (X, Y, Z)			
	Système de coordonnées			
Prof. Échantillonnage				
Référence photo du niveau échantillonné				
Description lithologique de l'échantillon prélevé (typologie, texture du sols, matériaux étrangers) Sables, limon, argile, Remblais / sol naturel / sol anthropique				
Observations organoleptiques : odeurs particulières (hydrocarbures, ...), indices visuels (irisation, goudron, couleur anormale...), éléments exogènes (briques, scories, béton, mâchefers, débris de charbon, ...)				
Mesure PID (en sac, sous gaine, sur la carotte de sol...)				
Proportion de matériaux grossiers écartés 0 / <10 / 10-50 / >50%				
Méthode de prélèvement (cylindres, flacon, kit méthanol)				
Heure début échantillonnage :				
Heure fin échantillonnage :				
Réf. Cylindre fournisseur :				
Réf. échantillon :				
Réf. Doublon échantillon (le cas échéant) :				
Problèmes éventuels lors du prélèvement (remplissage partiel du flacon, ou du cylindre,)				
Date d'envoi au laboratoire				
Blanc kit méthanol (le cas échéant)	Réf. blanc :			
Analyse demandées au laboratoire				
Schéma zone / Photo point de sondage / Autres observations				

Annexe 5

Aide à la description d'un sol sur le terrain

SOIL DESCRIPTION TEMPLATE																																																																							
Colour, SOIL TYPE and grain size range, with secondary soil type, additional comments, moisture contents, consistency/density, organoleptics, [geological origin] TYPE DE SOL, granulométrie, second composant, couleur, commentaires, humidité, compaction/densité, Organoleptiques, [origine géologique]																																																																							
les changement dans une même couche sont notés becoming From ... to ou s'il y a des couches ...From ... to ..., de...à... Ou s'il y quelque chose de ponctuel With ... at ..., avec...à...																																																																							
EXEMPLES DE LOGS																																																																							
	Brown and black, fine to coarse silty GRAVEL with fine to coarse sand, gravel is subangular, wet, dense [alluvium] <i>Graviers grossiers silteux brun noir avec sable fin à grossier, les graviers sont subanguleux, noyés, dense [alluvions]</i> becoming clayey from 3.8 to 5.0 m <i>Argileux de 2.8 à 5.0 m</i> dark brown silty clay layer from 4.8 to 5.1 m <i>Passée d'argile silteuse brun foncée de 4.80 m à 5.1 m</i> Grey slightly clayey silty fine SAND with occasional bands and pockets of sandy clay and occasional organic material, dry, dense <i>Sable fin gris légèrement silteux avec quelques bancs et passées d'argile silteuse et matière organique, sec, dense</i>	SOL TYPE – Grain Size																																																																					
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>BOULDERS</th> <th>BLOCS</th> <th colspan="2"></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>COBBLES</td> <td>PIERRES</td> <td colspan="2">plus gros qu'un ballon de basket</td> </tr> <tr> <td>GRAVELS</td> <td>GRAVIERS</td> <td>coarse</td> <td>grossier</td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td>fine</td> <td>fin</td> </tr> <tr> <td>SAND</td> <td>SABLE</td> <td>coarse</td> <td>grossier</td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td>medium</td> <td>moyen</td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td>fine</td> <td>fin</td> </tr> <tr> <td>SILT</td> <td>SILT</td> <td colspan="2">ressemble à l'argile mais s'effrite lorsqu'on le roule</td> </tr> <tr> <td>CLAY</td> <td>ARGILE</td> <td colspan="2">toucher "Patte à modeler", on peut en faire un boudin</td> </tr> <tr> <td>LIMESTONE</td> <td>CALCAIRE</td> <td colspan="2">Pour la région parisienne et le midi</td> </tr> <tr> <td>CHALK</td> <td>CRAIE</td> <td colspan="2">Pour la région parisienne</td> </tr> <tr> <td>BASALT</td> <td>BASALTE</td> <td colspan="2">Pour ceux qui forent vers Clermont Ferrand</td> </tr> <tr> <td>DIABASE</td> <td>DIABASE</td> <td colspan="2">Pour ceux qui forent près d'anciens volcans ou dans le pacifique</td> </tr> <tr> <td>GRANIT</td> <td>GRANITE</td> <td colspan="2">Pour ceux qui forent en Bretagne ou dans les alpes</td> </tr> <tr> <td></td> <td>SCHISTES</td> <td colspan="2">Pour ceux qui forent en Bretagne ou dans les Alpes</td> </tr> <tr> <td>MARL</td> <td>MARNE</td> <td colspan="2">mélange argile calcaire, région parisienne</td> </tr> <tr> <td>SANDSTONE</td> <td>GRES</td> <td colspan="2">mélange calcaire sable</td> </tr> </tbody> </table>	BOULDERS	BLOCS			COBBLES	PIERRES	plus gros qu'un ballon de basket		GRAVELS	GRAVIERS	coarse	grossier			fine	fin	SAND	SABLE	coarse	grossier			medium	moyen			fine	fin	SILT	SILT	ressemble à l'argile mais s'effrite lorsqu'on le roule		CLAY	ARGILE	toucher "Patte à modeler", on peut en faire un boudin		LIMESTONE	CALCAIRE	Pour la région parisienne et le midi		CHALK	CRAIE	Pour la région parisienne		BASALT	BASALTE	Pour ceux qui forent vers Clermont Ferrand		DIABASE	DIABASE	Pour ceux qui forent près d'anciens volcans ou dans le pacifique		GRANIT	GRANITE	Pour ceux qui forent en Bretagne ou dans les alpes			SCHISTES	Pour ceux qui forent en Bretagne ou dans les Alpes		MARL	MARNE	mélange argile calcaire, région parisienne		SANDSTONE	GRES	mélange calcaire sable			
	BOULDERS	BLOCS																																																																					
	COBBLES	PIERRES	plus gros qu'un ballon de basket																																																																				
GRAVELS	GRAVIERS	coarse	grossier																																																																				
		fine	fin																																																																				
SAND	SABLE	coarse	grossier																																																																				
		medium	moyen																																																																				
		fine	fin																																																																				
SILT	SILT	ressemble à l'argile mais s'effrite lorsqu'on le roule																																																																					
CLAY	ARGILE	toucher "Patte à modeler", on peut en faire un boudin																																																																					
LIMESTONE	CALCAIRE	Pour la région parisienne et le midi																																																																					
CHALK	CRAIE	Pour la région parisienne																																																																					
BASALT	BASALTE	Pour ceux qui forent vers Clermont Ferrand																																																																					
DIABASE	DIABASE	Pour ceux qui forent près d'anciens volcans ou dans le pacifique																																																																					
GRANIT	GRANITE	Pour ceux qui forent en Bretagne ou dans les alpes																																																																					
	SCHISTES	Pour ceux qui forent en Bretagne ou dans les Alpes																																																																					
MARL	MARNE	mélange argile calcaire, région parisienne																																																																					
SANDSTONE	GRES	mélange calcaire sable																																																																					
Brun rouge Reddish Brown 10R3/6 Brun Yellowish Red 5YR4/6 Ocre Brownish Yellow 10YR6/8 Brun clair Brown 10YR5/3 Crème Light Brown 10YR8/3 Marron foncé Dark Brown 10YR3/3	STRUCTURE well graded Poorly graded laminated stratified fissured weathered Interbedded bends Lens / pockets thin layers classés, triés le contraire stratifié (< 6 mm) stratifié (> 6 mm) fissuré altéré Alternance de lits bancs lentilles passées ex : sableuse ou graveleuse	ARRONDI - ANGULARITY <table border="1"> <thead> <tr> <th>Angular Anguleux</th> <th>Subangular subanguleux</th> <th>Subrounded arrondis</th> <th>rounded roulés</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Angular Anguleux	Subangular subanguleux	Subrounded arrondis	rounded roulés																																																																
Angular Anguleux	Subangular subanguleux	Subrounded arrondis	rounded roulés																																																																				
Ocre Brownish Yellow 10YR6/8 Brun clair Brown 10YR5/3 Crème Light Brown 10YR8/3 Marron foncé Dark Brown 10YR3/3	COMPACTION - CONSISTANCY Soils argileux soft medium stiff stiff very stiff Soils sableux loose medium dense dense very dense plastique légèrement compacte compacte très compacte lâche légèrement compacte compact très compact on y enfonce facilement le pouce de 1 cm on y enfonce facilement le pouce de 0.5 cm on y enfonce difficilement le pouce de 0.5 cm il est possible d'en découper des copeaux on y enfonce facilement la spatule de 1 cm on y enfonce facilement la spatule de 0.5 cm on y enfonce difficilement la spatule de 0.5 cm il faut un marteau																																																																						
Brun clair Brown 10YR5/3 Crème Light Brown 10YR8/3 Marron foncé Dark Brown 10YR3/3	PROPORTIONS-POURCENTAGES <table border="1"> <thead> <tr> <th>5-12 %</th> <th>SABLE légèrement silteux SAND with some silt</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>12-30 %</td> <td>SABLE silteux Silty SAND</td> </tr> <tr> <td>30-45 %</td> <td>SABLE très silteux Very silty SAND</td> </tr> <tr> <td>45-55 %</td> <td>SABLE et SILT SILT AND SAND</td> </tr> <tr> <td>> 55 %</td> <td>SILT sableux Sandy SILT</td> </tr> </tbody> </table>	5-12 %	SABLE légèrement silteux SAND with some silt	12-30 %	SABLE silteux Silty SAND	30-45 %	SABLE très silteux Very silty SAND	45-55 %	SABLE et SILT SILT AND SAND	> 55 %	SILT sableux Sandy SILT																																																												
5-12 %	SABLE légèrement silteux SAND with some silt																																																																						
12-30 %	SABLE silteux Silty SAND																																																																						
30-45 %	SABLE très silteux Very silty SAND																																																																						
45-55 %	SABLE et SILT SILT AND SAND																																																																						
> 55 %	SILT sableux Sandy SILT																																																																						
Marron foncé Dark Brown 10YR3/3	L'humidité - moisture <table border="1"> <thead> <tr> <th>Description</th> <th>Critère</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Dry</td> <td>Sec</td> </tr> <tr> <td>Damp</td> <td>légèrement humide</td> </tr> <tr> <td>moist</td> <td>humide</td> </tr> <tr> <td>Wet</td> <td>noyé</td> </tr> <tr> <td></td> <td>sec</td> </tr> <tr> <td></td> <td>sensation humide au toucher (comme une éponge que l'on a essoré)</td> </tr> <tr> <td></td> <td>éponge humide</td> </tr> <tr> <td></td> <td>regorge d'eau</td> </tr> </tbody> </table>	Description	Critère	Dry	Sec	Damp	légèrement humide	moist	humide	Wet	noyé		sec		sensation humide au toucher (comme une éponge que l'on a essoré)		éponge humide		regorge d'eau																																																				
Description	Critère																																																																						
Dry	Sec																																																																						
Damp	légèrement humide																																																																						
moist	humide																																																																						
Wet	noyé																																																																						
	sec																																																																						
	sensation humide au toucher (comme une éponge que l'on a essoré)																																																																						
	éponge humide																																																																						
	regorge d'eau																																																																						

Annexe 6

Check-list à destination des opérateurs et des laboratoires

Check-list pour les opérateurs en charge des prélèvements de sol

Taches à effectuer par les opérateurs - Informations à transmettre au laboratoire	
Vérifier les choix de flaconnage avec le laboratoire chargé des analyses. Le choix du volume prélevé dépend de l'objectif recherché, de l'analyse à réaliser et des exigences du laboratoire.	Vérification du Flaconnage
Ecarter au maximum sur site les matériaux étrangers (plastique, verre, débris végétaux, ...), ainsi que les fractions grossières (cailloux, blocs, galets, ...) si sans objet pour l'étude.	Préparation de l'échantillon sur le terrain
Constituer un échantillon représentatif du milieu étudié et informer le laboratoire du choix de la fraction granulométrique à analyser (fraction fine, échantillon brut, autres fractions granulométriques,...) selon l'objectif recherché (détection et caractérisation d'une source, valeurs de fond, terres excavées, bilan massique, calculs de risques,...)	
Bien identifier les échantillons lors de l'envoi aux laboratoires. Emballer les flacons de façon efficace afin de garantir leur intégrité et éviter les vibrations et chocs pour ne pas les casser lors du transport entre le terrain et le laboratoire.	Étiquetage et emballage des échantillons
Placer les échantillons dans la glacière au frais avec des blocs de glace réfrigérés et à l'obscurité , notamment ceux pouvant contenir des substances organiques. Respecter les températures et durées de stockage mentionnées dans les normes en vigueur ou spécifiées par le laboratoire.	Conditionnement des échantillons
Transporter les échantillons de sol au laboratoire aussi rapidement que possible. Se renseigner sur les conditions d'expédition (date/heure/mode de transport) + N° bordereau de transport	Expédition des échantillons
Transmettre la commande analytique au laboratoire (avant réception des échantillons) afin que les analyses puissent démarrer rapidement. Préciser au laboratoire si des échantillons doivent être conservés pour des analyses ultérieures (si oui, lister ces échantillons et les transmettre au laboratoire)	Commande analytique
Transmettre au laboratoire toutes les informations disponibles sur le type de pollution, les concentrations connues ou attendues (notamment les très fortes concentrations) , le risque de présence d'autres composés que ceux recherchés, les mesures significatives à l'aide des appareils de terrain ou les indices organoleptiques particuliers (l'objectif étant de prévenir des risques d'exposition lors de la manipulation, des risques de contamination des appareils analytiques).	Echanges avec le laboratoire
Contacter le laboratoire pour discuter des résultats en cas de doute et/ou d'écart entre observations de terrains, mesures sur site et concentrations mesurées par le laboratoire. Demander au laboratoire les méthodes de préparation et d'analyses, les incertitudes sur les résultats, la masse des matériaux étrangers éventuellement éliminés ou le refus au tamis.	
Consigner dans le rapport d'échantillonnage tous les modes opératoires , les techniques de prélèvement et d'échantillonnage sur le terrain, les observations et mesures sur le terrain, les conditions de conservation et de transport jusqu'à la livraison des échantillons au laboratoire.	Rapport de terrain

Check-list pour les laboratoires d'analyses

Taches à effectuer par les laboratoires - Informations à transmettre au commanditaire	
Transmettre au commanditaire (avant les prélèvements sur le terrain) : -Les informations concernant la méthode de prétraitement et d'analyse, les limites de quantification, la liste des analyses accréditées. -Les recommandations concernant le flaconnage, le conditionnement et les prescriptions de délai et de température pour les composés à analyser.	Lors de la préparation de la campagne d'échantillonnage
S'assurer de la conformité du flaconnage compte tenu des composés recherchés.	
Mettre en place la logistique de conditionnement et de réception des échantillons (envoi des glacières avec pains de glace en nombre suffisant pour garantir la température de prélèvement ; système de calage des flacons pour éviter la casse ; lieu et fréquence d'enlèvement des glacières ; mobilisation d'une navette si besoin).	
Contrôler les échantillons à réception (intégrité des échantillons, état des flacons, température, délai). Relever la température à réception [°C] en précisant la méthode et l'appareil utilisé. Transmettre le cas échéant des observations sur les non conformités relevées. Compléter et renvoyer au commanditaire un bordereau de suivi/réception des échantillons. Informersur la durée de stockage des échantillons conservés en chambre froide.	Pendant la campagne prélèvement
Consigner dans le bulletin d'analyses les informations concernant la méthode de prétraitement, la description de l'échantillon réceptionné, le flaconnage utilisé, la fraction analysée (ensemble de l'échantillon envoyé au laboratoire ou fraction tamisée).	Après la campagne prélèvement
Signaler toutes modifications des méthodes d'analyse ou de leurs performances, les interférences (idéalement), l'emploi d'étalon interne/de traceur, ...	
Respecter les délais de mise en analyse et d'envoi des résultats.	
Respecter les délais de conservation des échantillons et des prises d'essai dans les meilleures conditions pour assurer la stabilité des paramètres afin de pouvoir procéder, le cas échéant, à une analyse complémentaire.	
Dans le rapport d'essai, spécifier le mode opératoire suivi (méthode d'échantillonnage, prétraitement ; analyses) et toutes les informations concernant la masse des matériaux étrangers éliminés et le refus au tamis. Tenir à disposition du commanditaire la justification des méthodes utilisées et du contrôle qualité.	
Transmettre une valeur d'incertitude sur la mesure ($k = 2$) avec le résultat d'analyse. Le laboratoire d'analyse doit s'assurer de la validité des résultats transmis et indiquer les difficultés rencontrées, les éventuelles interférences entre composés ou du fait de concentrations élevées.	



**RÉPUBLIQUE
FRANÇAISE**

*Liberté
Égalité
Fraternité*



Géosciences pour une Terre durable

brgm

**Centre scientifique et technique
Direction Eau, Environnement, Procédés
et Analyses**

3, avenue Claude-Guillemin
BP 36009 - 45060 Orléans Cedex 2 -
France - Tél. : 02 38 64 34 34

www.brgm.fr