



**RÉPUBLIQUE
FRANÇAISE**

*Liberté
Égalité
Fraternité*



Géosciences pour une Terre durable

brgm

Document à accès immédiat

Sites et sols pollués – REX sur la mise en place de l'avis du 30 décembre 2020

Rapport final

BRGM/RP-71818-FR

Version 0 du 21 avril 2022

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

Moreau Pauline, Amalric Laurence

Vérificateur :

Nom : Favereaux Sophie

Fonction : Chef de Projet

Date : 16/05/2022

Signature :

Approbateur :

Nom : Claret Francis

Fonction : Directeur adjoint

Date : 06/07/2022

Signature :

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

Contact : qualite@brgm.fr

Avertissement

Ce rapport est adressé en communication exclusive au demandeur, au nombre d'exemplaires prévu.

Le demandeur assure lui-même la diffusion des exemplaires de ce tirage initial.

La communicabilité et la réutilisation de ce rapport sont régies selon la réglementation en vigueur et/ou les termes de la convention.

Le BRGM ne saurait être tenu comme responsable de la divulgation du contenu de ce rapport à un tiers qui ne soit pas de son fait et des éventuelles conséquences pouvant en résulter.

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 : Analyse, sites et sols pollués, laboratoires, avis du 30 décembre 2020, ICPE

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

Moreau Pauline, Amalric Laurence (2022) – Sites et sols pollués – REX sur la mise en place de l'avis du 30 décembre 2020. Rapport final V0. BRGM/RP-71818-FR, 18 p.

© BRGM, 2022, ce document ne peut être reproduit en totalité ou en partie sans l'autorisation expresse du BRGM.
IM003-MT008-P2-20/01/2022

Synthèse

Les exigences réglementaires relatives à la surveillance des émissions dans les installations classées pour la protection de l’environnement ont été mises à jour fin 2020, avec notamment la parution de l’avis sur les méthodes normalisées de référence pour les mesures dans l’air, l’eau et les sols dans les ICPE publié le 30 décembre 2020.

Dans le cadre du groupe de travail national « GT Laboratoires » piloté par le BRGM pour le compte de la DGPR, un retour d’expérience a été réalisé un an après la mise en place de cet avis afin de partager des difficultés et des points de vigilance liées à l’application de ce texte.

Ce retour d’expérience a essentiellement porté sur la matrice sol, nouvellement mise à jour dans l’avis.

Cet avis a été accueilli favorablement par les laboratoires du fait qu’il instaure un cadre réglementaire pour ce type d’analyses. Les chapitres 2 et 3 de l’avis, portant respectivement sur les mesurages dans l’air et dans l’eau n’ont pas posé de difficulté particulière aux laboratoires. Les laboratoires ne mentionnent pas de difficultés concernant les limites de quantification pour la matrice sol. Les échanges entre les laboratoires et les clients concernant la fraction à analyser sont clairs.

Certaines difficultés d’application ont été relevées. Elles portent sur

- le manque de connaissance du contexte réglementaire de la part des laboratoires qui n’en sont pas informés par les bureaux d’études,
- la nature des eaux relevant de l’avis du 30 décembre 2020 ; les eaux souterraines n’en faisant pas partie,
- les protocoles d’échantillonnage des sols pour l’analyse des composés organiques volatils puisque les laboratoires reçoivent essentiellement des pots de sol brut, et non des kits méthanol ou cylindres d’échantillonnage,
- la préparation physique des sols avant analyse puisque certaines dispositions mentionnées dans l’avis du 30 décembre 2020 ne sont pas systématiquement appliquées afin de répondre aux besoins de délais d’analyse courts mentionnés par les clients.
- l’application de certaines normes pour les sols, concernant des paramètres qui représentent un volume d’analyse faible (par exemple tributyl étain, dioxines ou CrVI). Les laboratoires ont également soulevé des difficultés d’application de certaines dispositions dans des normes transversales,
- l’analyse du naphthalène dans les sols, qui n’est pas systématiquement réalisée avec les composés organiques volatils mais peut encore être réalisée avec les HAP,
- la mention des incertitudes sur les bulletins d’analyse, qui n’est pas systématique,
- la validation de la limite de quantification pour la matrice sol selon la norme XP X31-131, car elle est contraignante.

Les laboratoires se posent également la question de l’évolution du panel des composés à analyser dans le cadre de l’avis.

Cet avis a été mis à jour en février 2022.

Sommaire

1. Introduction	6
2. Les avancées	7
3. Les difficultés d’application	8
3.1. Connaissance du contexte réglementaire.....	8
3.2. Nature des eaux relevant de l’avis du 30 décembre 2020	8
3.3. Protocoles d’échantillonnage des sols pour l’analyse des composés organiques volatils 8	
3.4. Préparation physique des sols avant analyse.....	9
3.5. Application de certaines normes pour les sols.....	9
3.6. Analyse du naphthalène dans les sols	10
3.7. Mention des incertitudes sur les bulletins d’analyse	11
3.8. Validation de la limite de quantification pour la matrice sol	12
4. Les points de vigilance	13
4.1. Pack ISDI lorsque la fraction demandée est < 2mm	13
4.2. Coupes aliphatiques et aromatiques des hydrocarbures dans les eaux.....	13
5. Conclusion	14
6. Bibliographie	16

1. Introduction

Les exigences réglementaires relatives à la surveillance des émissions dans les installations classées pour la protection de l'environnement ont été mises à jour fin 2020 avec la parution de

- l'arrêté du 17 décembre 2020 qui abroge l'arrêté du 7 juillet 2009 relatif aux modalités d'analyse dans l'air et dans l'eau dans les ICPE et aux normes de référence [1]
- l'avis sur les méthodes normalisées de référence pour les mesures dans l'air, l'eau et les sols dans les installations classées pour la protection de l'environnement a été publié le 30 décembre 2020 [2].

De ce fait, l'arrêté du 7 juillet 2009 est remplacé par l'avis du 30 décembre 2020 qui met à jour les exigences pour l'eau et l'air et ajoute des exigences pour le sol.

Dans le cadre du groupe de travail « laboratoires », qui regroupe depuis 2013 les laboratoires d'analyses et des bureaux d'étude dans le cadre de la structuration des études concernant les sites et sols pollués sous l'animation du BRGM pour le compte de la DGPR, une réunion a été consacrée au retour d'expérience des différents acteurs (laboratoires, bureaux d'études, donneurs d'ordre), après 1 an de mise en place de l'avis du 30 décembre 2020. L'objectif était notamment la mise en commun des difficultés d'identifiées et des points de vigilance liées à l'application de ce texte.

Les éléments recueillis par les participants (Agrolab, Eurofins, Micropolluants Technologie, SGS, Wessling, Mérieux, UPDS, ADEME, INERIS, Cofrac, Grand paris Aménagement), sont présentés en 3 chapitres : les avancées, les difficultés d'application et les points de vigilance.

2. Les avancées

L'avis du 30 décembre 2020 précise les méthodes normalisées de référence à mettre en œuvre pour la réalisation des mesures de suivi des substances rejetées dans 3 matrices, l'air, l'eau et les sols, dans les installations classées pour la protection de l'environnement.

Les matrices eau et air figuraient dans l'arrêté du 7 juillet 2009 (maintenant abrogé). De plus, ces matrices bénéficient d'un agrément ministériel dans le domaine de l'environnement (Arrêté du 27 octobre 2011 [3] ; Arrêté du 11 mars 2010 [4]) et d'un agrément ministériel dans le domaine de la santé [5] depuis de nombreuses années. Les pratiques des laboratoires pour l'analyse des polluants dans ces matrices, eaux naturelles (surface, souterraine), eau de consommation, eaux résiduaires sont donc déjà bien maîtrisées et cadrées par la nécessité de l'accréditation selon le référentiel ISO 17025 [6] (Cofrac pour les laboratoires français) et par les exigences formulées dans les agréments correspondants. Les chapitres portant sur les mesurages dans l'air et dans l'eau de l'avis du 30 décembre 2020 n'ont donc pas posé de difficulté particulière aux laboratoires.

Le retour d'expérience des laboratoires porte essentiellement sur la matrice sol.

Les laboratoires d'analyse ont accueilli favorablement l'avis du 30 décembre 2020 car il apporte un cadre réglementaire pour échanger avec les clients du domaine des sites et sols pollués.

Les laboratoires mentionnent que les travaux du GT Laboratoires depuis 2013 ont permis d'homogénéiser les pratiques entre laboratoires, et ont facilité et encouragé les échanges entre laboratoires et bureaux d'études. De ce fait, ils ont moins de questions de la part de leurs clients.

Les demandes des clients concernant les fractions à analyser sont claires. Elles concernent la totalité de l'échantillon pour l'analyse des composés organiques. Il n'y a pas, ou très peu, de demande d'analyse spécifique sur les fractions grossières, sauf pour des projets particuliers. Les laboratoires ont bien intégré dans leur routine le broyage systématique de la totalité de l'échantillon. Un laboratoire mentionne qu'une sensibilisation des équipes a été faite concernant la préparation des échantillons afin de s'assurer que l'intégralité de l'échantillon est broyée et qu'il n'y a pas de refus aux tamis. Si le client ne veut pas une analyse sur la totalité de l'échantillon, il a le réflexe de faire une demande spécifique ; cela est bien identifié au moment de l'offre et il spécifie la fraction sur laquelle il souhaite que les analyses soient réalisées.

Les travaux du GT Laboratoires ont permis d'établir des limites de quantification en cohérence avec les besoins des bureaux d'études et les performances des laboratoires. De ce fait, les laboratoires n'ont fait retour d'aucune difficulté particulière par rapport aux limites de quantification de l'avis sur la matrice sol.

3. Les difficultés d'application

3.1. CONNAISSANCE DU CONTEXTE REGLEMENTAIRE

Les laboratoires ne connaissent généralement pas les contextes dans lesquels doivent être réalisées les analyses ; ils ne sont donc pas forcément au courant du besoin de conformité par rapport à l'avis du 30 décembre 2020. De plus, ce texte ne se rapporte qu'aux installations classées pour l'environnement (ICPE), il a donc une portée plus restreinte que la norme NFX 31-620-1 [7], norme qui concerne l'ensemble des sites et sols pollués (ICPE ou non). Enfin, sa parution est récente (moins d'un an), tous les bureaux d'études ne le connaissent pas encore. Cela explique que l'essentiel des demandes d'analyses qui sont faites actuellement aux laboratoires le sont sous couvert de la norme NF X 31-620.

3.2. NATURE DES EAUX RELEVANT DE L'AVIS DU 30 DECEMBRE 2020

L'UPDS rapporte qu'il y a eu une confusion sur la présence des eaux souterraines dans l'avis du 30 décembre 2020 car le titre comporte le terme générique « eau », alors que dans le terme « effluents » est utilisé dans le corps du document. L'UPDS a adressé une demande de précision au ministère.

En réponse, les eaux souterraines ne relèvent pas de l'avis du 30 décembre 2020. Les textes réglementaires qui concernent les eaux souterraines sont l'arrêté du 27 octobre 2011 [3] et l'avis du 19 octobre 2019 [8]. Le ministère a également précisé de se référer au guide BRGM « eau en contexte SSP » [9].

3.3. PROTOCOLES D'ECHANTILLONNAGE DES SOLS POUR L'ANALYSE DES COMPOSES ORGANIQUES VOLATILS

Pour l'analyse des composés organiques volatils (BTEX, COV) dans les sols, l'avis du 30 décembre 2020 recommande notamment l'échantillonnage par la méthode de flacons pré-remplis de méthanol (kit méthanol) ou par la méthode du tube de carottage (cylindres d'échantillonnage) afin d'éviter les pertes par volatilisation, et précise que pour ces composés, le quartage de l'échantillon au laboratoire n'est pas recommandé.

Le constat est que les kits méthanol sont peu utilisés par les laboratoires car les clients sont réticents à l'utilisation du méthanol sur le terrain. Un seul des laboratoires du GT pratique ce protocole en routine. Les kits méthanol sont, en France, essentiellement utilisés pour des diagnostics approfondis sur des sites où il y a une problématique COV. Ils ne sont pas utilisés en routine pour une question de coût et de sécurité liée notamment à la manipulation de méthanol.

Les cylindres d'échantillonnage ne sont pas utilisés sur le territoire français, apparemment du fait des contraintes logistiques (réutilisation, nettoyage).

L'analyse des composés organiques volatils est donc très majoritairement réalisée à partir d'un pot de sol brut dédié (environ 300 g). Le laboratoire réalise un sous échantillonnage pour prélever 25 g de sol pour l'analyse. Tous les laboratoires appliquent un protocole similaire : plusieurs prélèvements sont réalisés directement dans flacon d'échantillonnage, en différents points et sur toute la hauteur.

Lors de la réunion il est rappelé que cette méthode d'échantillonnage constitue un risque de perte des composés, tandis que le kit méthanol et le cylindre d'échantillonnage (petit volume) permettent de les préserver.

En effet, dans le cas de l'utilisation de kit méthanol, l'opérateur d'échantillonnage prélève sur site un échantillon de 25 g, représentatif du point à échantillonner, avec une seringue coupée, et l'introduit directement dans le méthanol (contenu dans un flacon de laboratoire) pour le préserver. Il n'y a pas de manipulation supplémentaire au laboratoire.

Pour les cylindres d'échantillonnage, le carottage directement dans le tube permet de préserver les composés. Il existe aussi des petits cylindres à usage unique, ce qui élimine les contraintes logistiques des laboratoires. Le laboratoire doit réaliser un sous carottage (grand cylindre) ou bien transférer l'ensemble de la carotte de sol (petit cylindre) dans un flacon de méthanol pour réaliser l'analyse.

Une question portant sur la représentativité des différentes méthodes d'échantillonnage a également été soulevée : l'Ademe se demande si un échantillon de 25 g de sol dans un kit méthanol et un échantillon de 300 g dans un pot de sol brut qui est ensuite sous-échantillonné à 25 g au laboratoire ont la même représentativité. Cette question ne peut pas être traitée dans le cadre du GT Laboratoires. Elle est abordée dans le cadre l'élaboration d'une future norme 18400-301 [10] sur l'échantillonnage des sols pour la recherche de composés volatils.

3.4. PREPARATION PHYSIQUE DES SOLS AVANT ANALYSE

Pour l'analyse des composés organiques modérément volatils, l'avis du 30 décembre 2020 mentionne la norme NF EN 16179 [11] pour la préparation physique de l'échantillon de sol. Cette norme décrit soit un séchage de l'échantillon par voie chimique et concassage à basse température soit une lyophilisation. Les laboratoires indiquent que ces méthodes sont plus longues et plus contraignantes à mettre en œuvre par rapport à un séchage à l'étuve suivi d'un broyage au mortier, et qu'elles ne permettent pas de répondre au besoin de délais d'analyse courts exprimés par leurs clients.

Un laboratoire a réalisé des essais portant sur la comparaison des protocoles mis en œuvre pour la préparation physique des sols. Deux protocoles ont été comparés : le broyage au mortier avec séchage <40°C et le broyage cryogénique avec séchage chimique ou séchage à l'air. Les écarts entre ces protocoles étant très faibles (dispersions $CV_R < 10\%$), le laboratoire a fait le choix du séchage à l'étuve à 40°C pour assurer des délais d'analyse courts. Le laboratoire précise que ce point est clairement indiqué au client sur les rapports d'analyse. De plus, la mise sur le marché récente d'essais d'intercomparaison sur sol brut (2 circuits AGLAE: HAP / PCB / indice hydrocarbure et chimie de base / métaux) permet au laboratoire de contrôler son protocole en routine.

3.5. APPLICATION DE CERTAINES NORMES POUR LES SOLS

Certains laboratoires ont signalé des difficultés pour appliquer certaines normes mentionnées dans l'avis du 30 décembre 2020.

En raison des demandes d'analyses très faibles pour le **tributyl étain**, l'analyse n'est pas réalisée selon la norme NF EN ISO 23161 [12] par l'ensemble des laboratoires. Certains appliquent une norme dédiée à la matrice sédiment (XP T90-250 [13]), pour laquelle ils sont accrédités, car elle est moins contraignante techniquement. Ils indiquent que le volume d'échantillons reçus ne justifie pas l'investissement financier nécessaire pour déployer et valider la norme NF EN ISO

23161. Un laboratoire sous traite cette analyse au sein du même groupe pour respecter la norme NF EN ISO 23161.

L'analyse des **dioxines** ne semble pas réalisée selon la norme NF EN 16190 [14] par l'ensemble des laboratoires. Ils appliquent la méthode EPA 1613 B multimatrices ou bien une méthode interne basée sur la norme EN-1948 dédiée aux émissions de sources fixes. Un laboratoire réalise actuellement une étude pour évaluer les différences entre sa méthode et la norme NF EN 16190.

Deux normes sont mentionnées dans l'avis pour l'analyse du **CrVI** : NF ISO 15192 (portant sur la matrice sol) ou NF EN 15192 (portant sur la matrice déchets). Ces 2 normes ont été regroupées dans la norme NF EN ISO 15192 de juillet 2021 [15]. Cette mise à jour normative sera prise en compte dans la révision de l'avis.

Les laboratoires n'ont pas de difficulté pour appliquer la norme NF EN ISO 15192, à l'exception d'un laboratoire qui mentionne que la mise en œuvre de la norme NF EN ISO 15192 est plus chère que celle qu'il applique actuellement, une norme allemande (DIN 19734) du fait de l'analyse par détection spectrophotométrique qui est plus coûteuse. Il ne peut donc pas convaincre ses clients qui préfèrent continuer à demander la norme DIN.

L'**analyse du phénol et des crésols** doit se faire selon la méthode ISO/TS 17182 [16] selon l'avis du 30 décembre 2020. Cette norme demande une stabilisation de l'échantillon de sol dans du méthanol lors de l'échantillonnage, donc sur le terrain, pour limiter la biodégradation et la perte des phénols par volatilisation. Un laboratoire mentionne que l'ajout de méthanol sur site n'est pratiquement jamais réalisé, mais qu'il reçoit un pot de sol brut ; les analyses sont ensuite menées conformément à l'ISO/TS 17182.

L'analyse des **PCB de type dioxine** doit être réalisée selon NF EN 16190 selon l'avis du 30 décembre 2020. Un laboratoire mentionne qu'il réalise cette analyse par méthode interne en GC-MSMS et non pas HR-GCMS. Une évaluation doit être réalisée par le laboratoire pour déterminer les différences que cela engendre. Cela devrait être solutionné avec les travaux normatifs européens en cours qui visent à intégrer l'analyse par MSMS à la révision de la norme NF EN 16190.

Des questions plus générales ont été soulevées par les laboratoires concernant le respect de normes horizontales. En effet, par le passé, il y avait certaines tolérances acceptées par le COFRAC, mais cela n'est plus le cas. Pour revendiquer la norme, le laboratoire doit l'appliquer à la lettre. Par exemple, dans le cas de normes applicables à plusieurs matrices décrivant plusieurs protocoles, le laboratoire fait le choix, pour simplifier les flux, d'appliquer le même protocole pour toutes les matrices en choisissant le plus contraignant. En conséquence, des extractions ou purifications compliquées peuvent être réalisées sur des matrices simples ce qui augmente le coût des analyses et engendre des difficultés opérationnelles.

Il semble donc que certaines dispositions des normes transversales ne soient pas facilement applicables par les laboratoires. Ces derniers précisent qu'il est parfois difficile de faire évoluer les normes.

3.6. ANALYSE DU NAPHTALENE DANS LES SOLS

Le naphthalène peut être analysé dans 2 filières analytiques différentes : la filière « volatils » dans laquelle l'extraction est réalisée en ligne avec l'analyse et la filière « HAP » qui requiert une étape d'extraction distincte avant analyse. Lors des précédents travaux [17], le GT Laboratoires a

recommandé une analyse avec les composés organiques volatils selon la norme NF EN ISO 22155 [18] pour limiter les risques de pertes de naphthalène avant analyse, recommandation reprise dans l'avis du 30 décembre 2020 et dans la norme NF X31 620.

En préambule, il est important de préciser que cette disposition conduit à une augmentation du coût d'analyse lorsque le client demande les HAP sans demander aussi les composés organiques volatils. En effet, dans ce cas, le laboratoire doit mettre en œuvre les 2 filières, et en particulier la filière « volatils » uniquement pour l'analyse du naphthalène.

Certains laboratoires communiquent sur l'importance de réaliser l'analyse du naphthalène dans la filière « volatils » et alertent les clients sur les impacts, notamment les risques de pertes lors de l'analyse en filière « HAP ». Ils proposent une offre analytique adaptée, permettant au client d'assumer ses choix s'il maintient une analyse du naphthalène en filière « HAP ».

En revanche dans d'autres laboratoires, l'analyse du naphthalène est réalisée dans la filière « volatils » uniquement si le client en fait la demande. Aucune alerte n'est réalisée auprès de dernier s'il demande l'analyse du naphthalène en filière « HAP ». Cela est justifié par le fait qu'il est difficile pour les laboratoires de savoir dans quel contexte se place l'analyse. L'UPDS souligne l'importance de la communication des laboratoires auprès de leurs clients sur ce sujet car certains bureaux d'études ne savent pas qu'il existe plusieurs méthodes d'analyse du naphthalène et ne connaissent pas les différences entre les filières « volatils » et « HAP ».

Dans le cas d'un suivi historique, la profession (laboratoires et prestataires) s'interroge sur la conséquence du changement de méthode pour l'analyse du naphthalène.

3.7. MENTION DES INCERTITUDES SUR LES BULLETINS D'ANALYSE

Dans l'avis du 30 décembre 2020, il est mentionné que « *Le laboratoire doit fournir dans le bulletin d'analyse le résultat ainsi que la valeur d'incertitude élargie associée ($k=2$).* ».

Les laboratoires ne rendent pas systématiquement les incertitudes sur le bordereau analytique. Plusieurs raisons sont évoquées. D'une part, l'incertitude portant sur les étapes de pré traitement physique de l'échantillon n'est pas prise en compte dans l'incertitude rendue au client sur le bulletin d'analyse. Les laboratoires fournissent à ce jour, une incertitude analytique, c'est-à-dire portant sur les étapes « extraction ou minéralisation / analyse ». D'autre part, l'ajout des valeurs d'incertitudes sur les bulletins d'analyse alourdirait les rapports et nuirait à leur lisibilité par le client.

Certains clients demandent au laboratoire de retirer les incertitudes du rapport, ne sachant pas les interpréter notamment si le résultats d'analyse est proche d'un seuil réglementaire. La difficulté réside dans le fait que le seuil réglementaire est une valeur définie et non un intervalle de concentration.

A contrario, des prestataires se plaignent de ne pas disposer des incertitudes sur les rapports, et mentionnent que cela leur pose problème pour l'interprétation des résultats.

D'autres clients demandent à avoir systématiquement les incertitudes sur les rapports d'analyse. Dans ce cas, elles leur sont transmises.

Lors de la réunion, le BRGM et l'UPDS ont rappelé la nécessité de fournir au moins l'incertitude analytique sur le rapport, même s'il ne s'agit que d'une partie de l'incertitude globale. Cela permet

de sensibiliser les clients sur l'importance de l'incertitude, pour contribuer à sa prise en compte dans la décision.

Des questions se posent sur l'utilisation de l'incertitude qui est fournie par les laboratoires du fait que les prestataires travaillent la plupart du temps avec une valeur seuil et non un intervalle de concentrations. Il semble nécessaire de préciser la méthodologie pour utiliser les valeurs d'incertitude. Les travaux en cours sur ce sujet dans le cadre du GT incertitudes, débuté en novembre 2021, devraient permettre d'apporter des informations complémentaires sur ce sujet.

3.8. VALIDATION DE LA LIMITE DE QUANTIFICATION POUR LA MATRICE SOL

Un laboratoire mentionne la contrainte liée à la validation des LQ dans les sols selon la XP X 31-131 [19] demandée dans l'avis. Cette norme, élaborée en consensus entre tous les participants du GT Laboratoires requiert notamment une validation de la limite de quantification en matrice. Les laboratoires français craignent une distorsion de concurrence par rapport aux laboratoires étrangers pour sa mise en application.

4. Les points de vigilance

4.1. PACK ISDI LORSQUE LA FRACTION DEMANDEE EST < 2MM

Un laboratoire mentionne des difficultés avec le pack ISDI¹ lorsque le client demande une analyse sur la fraction < 2 mm. Parfois il n'est pas clair si cette demande concerne uniquement les paramètres sur sol brut ou bien si cela concerne également la lixiviation. En effet, d'après la NF EN 12457-2 [20], la lixiviation doit être réalisée sur la fraction < 4 mm. En conséquence, lorsque le client demande un « pack ISDI sur < 2 mm », sans autre précision, le laboratoire a fait le choix de réaliser d'une part un tamisage à 2 mm pour les analyses sur sol brut et d'autre part, un tamisage à 4 mm pour les analyses à réaliser après lixiviation.

Il ne semble pas nécessaire de clarifier ce point dans l'avis du 30 décembre 2020 car l'arrêté du 12 décembre 2014, spécifique pour l'admission des déchets inertes [21] exige l'application de la norme NF EN 12457 pour les déchets.

Les packs ISDI sont souvent vus par les bureaux d'études comme des paquets d'analyses qui sont pratiques dans les diagnostics. En conséquence, il est fréquent que des packs ISDI soient demandés alors que toutes les analyses ne sont pas nécessaires.

4.2. COUPES ALIPHATIQUES ET AROMATIQUES DES HYDROCARBURES DANS LES EAUX

Les bureaux d'étude demandent l'identification des coupes aliphatiques et des coupes aromatiques des hydrocarbures dans les eaux et les sols pour faire des diagnostics. Les laboratoires sont en difficulté et mentionnent qu'il n'existe pas de norme applicable aux eaux comme c'est le cas pour les sols avec les normes NF EN ISO 16558-1 [22] et XP CEN ISO/TS 16558-2 [23]. En effet, pour l'analyse des hydrocarbures dans les eaux, il existe 2 normes, NF T90-124 [24] pour l'indice hydrocarbure volatil et NF EN ISO 9377-2 [25] pour l'indice hydrocarbure (C10-C40).

¹ ISDI : Installation de Stockage de Déchets Inertes

5. Conclusion

Cette note permet d'établir un premier retour d'expérience suite à la mise en application de l'avis sur les méthodes normalisées de référence pour les mesures dans l'air, l'eau et les sols dans les installations classées pour la protection de l'environnement, publié le 30 décembre 2020.

Le REX porte essentiellement sur la matrice sol, nouvellement introduite dans la révision de l'avis.

Cet avis a été accueilli favorablement par les laboratoires du fait qu'il instaure un cadre réglementaire pour ce type d'analyses. Les laboratoires ne mentionnent pas de difficultés concernant les limites de quantification pour la matrice sol. Les échanges entre les laboratoires et les clients concernant la fraction à analyser sont clairs ; par défaut, pour l'analyse des composés organiques, l'intégralité de l'échantillon est analysée et si le client souhaite analyser une autre fraction, il le précise spontanément au laboratoire avant le début des opérations.

Certaines difficultés d'application ont été relevées.

- Une précision pourrait être apportée dans l'avis concernant la nature des eaux entrant dans le cadre de l'avis ; les eaux souterraines n'en faisant pas partie.
- Les laboratoires ont peu de demandes d'analyses en conformité avec l'avis du 30 décembre 2020 et regrettent de ne pas être systématiquement informés du contexte des analyses et donc du besoin de conformité par rapport à l'avis. Il est donc important de continuer à encourager les bureaux d'étude à communiquer aux laboratoires les contextes des études.
- Certaines normes analytiques mentionnées dans l'avis pour l'analyse des sols ne sont pas suivies par les laboratoires. Cela concerne essentiellement des paramètres qui représentent un volume d'analyse faible (par exemple tributyl étain, dioxines ou CrVI).
- Les laboratoires ont des difficultés à appliquer certaines dispositions des normes transversales. Pour faire évoluer ces textes normatifs, il est rappelé que la participation des laboratoires dans les commissions de normalisation est primordiale pour qu'ils puissent s'exprimer sur les points nécessitant des changements, puisqu'ils en sont les premiers acteurs et bénéficiaires.
- Pour répondre à l'absence pour les eaux du parallèle de la norme la XP CEN ISO/TS 16558-2, qui permettrait de répondre au besoin de la comparaison des profils d'hydrocarbures, une évolution de la norme NF EN ISO 9377-2 pourrait être proposée, si l'AFNOR peut porter le projet de révision.
- Concernant l'analyse des composés organiques volatils dans les sols, l'essentiel des analyses est réalisé à partir d'un pot de sol brut et non en utilisant un flacon pré-rempli de méthanol (appelé « kit méthanol ») ou un cylindre d'échantillonnage. Il est important de continuer la sensibilisation sur les bonnes pratiques d'échantillonnage pour les composés organiques volatils. La norme ISO/DIS 18400-301 ([10], à paraître) devrait contribuer à l'homogénéisation des pratiques sur ce point.
- Concernant la préparation physique des sols avant analyse, certaines dispositions mentionnées dans l'avis du 30 décembre 2020 ne sont pas systématiquement appliquées afin de répondre au besoin de délais d'analyse courts mentionnés par les clients. Cette

étape pourra être reconsidérée à la faveur des travaux normatifs du CEN (CEN/TC 444 WG6) sur la fusion des normes dédiées la préparation des échantillons.

- Le naphthalène doit être analysé avec les composés organiques volatils, mais cela n'est pas demandé par tous les BE. Il est important que les laboratoires poursuivent les actions d'information auprès de leurs clients. Dans le cas d'un suivi historique, la profession (laboratoires et prestataires) s'interroge sur la conséquence du changement de méthode pour l'analyse du naphthalène. Pour apporter des compléments sur ce sujet, une action est prévue en 2022 dans le cadre du GT Laboratoires pour comparer les résultats d'analyse en « filière HAP » et en « filière volatils ».
- Certains laboratoires français craignent une distorsion de concurrence concernant les contraintes liées à l'application de la norme XP X31-131 pour la validation de la limite de quantification dans les sols.
- La plupart des laboratoires ne mentionnent les incertitudes qu'à la demande du client et indiquent que certains clients ne souhaitent pas avoir cette information sur le bulletin. Il est important de continuer à sensibiliser la profession sur l'importance de l'incertitude notamment en lien avec le GT incertitudes qui vient de démarrer (novembre 2021). Les questions techniques relatives à l'incertitude seront transférées au GT incertitudes.
- En termes de perspective, les laboratoires souhaitent être informés au plus tôt de l'ajout de composés à analyser dans le cadre de l'avis. Une information pourra être apportée dans les réunions du GT Laboratoires avec la présentation des travaux en cours dans le cadre des actions SSP.

L'avis sur les méthodes normalisées de référence pour les mesures dans l'air, l'eau et les sols dans les installations classées pour la protection de l'environnement a été mis à jours en février 2022.

6. Bibliographie

[1] Journal officiel de la république Française, Arrêté du 17 décembre 2020 abrogeant l'arrêté du 7 juillet 2009 relatif aux modalités d'analyse dans l'air dans l'eau dans les ICPE et aux normes de référence et modifiant une série d'arrêtés ministériels pour prendre en compte l'abrogation dudit arrêté - 30 décembre 2020 - NOR : TREP2035856A, 2020.

[2] Journal officiel de la république Française, Avis sur les méthodes normalisées de référence pour les mesures dans l'air, l'eau et les sols dans les installations classées pour la protection de l'environnement - JORF n°0315 du 30 décembre 2020, 2020.

[3] Journal de la république Française, Arrêté du 27 octobre 2011 portant modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques au titre du code de l'environnement, 2011.

[4] Journal officiel de la République Française, Arrêté du 11 mars 2010 portant modalités d'agrément des laboratoires ou organismes pour certains types de prélèvements et d'analyses à l'émission des substances dans l'atmosphère., 2010.

[5] Journal officiel de la République Française, Arrêté du 25 février 2021 modifiant l'arrêté du 5 juillet 2016 modifié fixant les conditions administratives et techniques dans lesquelles les laboratoires peuvent obtenir un agrément pour la réalisation des prélèvements ou des analyses des paramètres du contrôle sanitaire., 2021.

[6] ISO 17025 - exigences générale concernant la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essais.

[7] NF X 31-620-1 - Qualité du sol - Prestations de services relatives aux sites et sols pollués - Partie 1 - Exigences générales (Décembre 2018), 2018.

[8] Journal Officiel de la république Française, Avis du 19 octobre 2019 - Avis relatif aux limites de quantification des couples "paramètre-matrice" de l'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques., 2019.

[9] L. Amalric, S. Favéreaux, Analyse des eaux en contexte sites et sols pollués - Synthèse des réunions du groupe de Travail des Laboratoires. Rapport final BRGM/RP-68202-FR, 64p., 1 tabl., 2018.

[10] PR NF ISO 18400-301: Qualité du sol - Échantillonnage - Partie 301: échantillonnage et mesures semi-quantitatives sur site des composés volatils dans le cadre d'investigations sur le terrain - projet de norme.

[11] NF EN 16179 - Boues, bio-déchets traités et sols - Lignes directrices pour le prétraitement des échantillons, 2012.

[12] NF EN ISO 23161 - Qualité du sol - Dosage d'une sélection de composés organostanniques (novembre 2018), 2018.

[13] XP T 90-250 - Qualité de l'eau - Dosage de certains composés organo-étain dans les sédiments.

[14] NF EN 16190- sols, bio-déchets traités et boues - dosage des dioxines et furanes et polychlorobiphényles de type dioxine par chromatographie en phase gazeuse avec spectrométrie de masse haute résolution (HR CG-SM) (Décembre 2018), 2018.

[15] NF EN ISO 15192 - Déchets et sols - Dosage du chrome (VI) dans les matériaux solides par digestion alcaline et chromatographie ionique avec détection spectrophotométrique (Juillet 2021), 2021.

[16] ISO/TS 17182 - Qualité du sol - Dosage de quelques phénols et chlorophénols sélectionnés - méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse (décembre 2014), 2014.

[17] L. Amalric, Analyse des sols en contexte sites et sols pollués - Synthèse des réunions du groupe de travail Laboratoires -BRGM/RP-64749-FR, 2015.

[18] 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 - Mai 2016, 2016.

[19] XP X31-131 Guide pour la validation de méthodes d'analyses physicochimiques sur les matrices sols, sédiments et boues et pour le choix des échantillons d'essai.

[20] NF EN 12457-2 - Caractérisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés - partie 2: Essai en bûchée unique avec un rapport liquide-solide de 10l/kg et une granularité inférieure à 4 mm (décembre 2002), 2002.

[21] Journal Officiel de la République Française, Arrêté du 12 décembre 2014 relatif aux conditions d'admission des déchets inertes dans les installations relevant des rubriques 2515, 2516, 2517 et dans les installations de stockage de déchets inertes relevant de la rubrique 2760 de la nomenclature des installations classées, 2014.

[22] AFNOR, NF EN ISO 16558-1 - Qualité du sol - Hydrocarbures de pétrole à risques - Partie 1 : Détermination des fractions aliphatiques et aromatiques des hydrocarbures de pétrole volatils par chromatographie en phase gazeuse (méthode par espace de tête statique) - 30 octobre 2015 - AFNOR, 2015.

[23] AFNOR, 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) - 9 mars 2016 - AFNOR, 2016.

[24] NF T90-124 -Qualité de l'eau - Détermination de l'indice hydrocarbure volatil -Méthode par chromatographie en phase gazeuse de l'espace de tête statique avec détection par ionisation de flamme (Septembre 2019), 2019.

[25] NF EN ISO 9377-2- Qualité de l'eau - Détermination de l'indice hydrocarbure (Décembre 2000), 2000.



**RÉPUBLIQUE
FRANÇAISE**

*Liberté
Égalité
Fraternité*

Centre scientifique et technique

3, avenue Claude-Guillemin

BP 36009

45060 – Orléans Cedex 2 – France

Tél. : 02 38 64 34 34

Direction régionale ou UTAM

Adresse

Tél. :

www.brgm.fr



Géosciences pour une Terre durable

brgm