

Mode Opérateur - Apports et limitations de l'analyse des gaz du sol

Projet ATTENA – Phase 2

Janvier 2013

Étude réalisée pour le compte de l'ADEME par O. Bour (INERIS) avec la participation de A. Saada (BRGM), C. Hulot et B. Hazebrouck (INERIS)

Coordination technique : Yves Duclos – Service Friches Urbaines et Sites pollués (SFUSP)
– Direction Villes et Territoires Durables (DVTD) – ADEME (Angers)



RAPPORT FINAL

REMERCIEMENTS

Les auteurs tiennent à remercier l'ADEME (convention n°0572C0064), ArcelorMittal Real Estate France, Rhodia et Total pour le soutien financier du projet. Nos remerciements vont également aux membres du Groupe d'Utilisateurs du projet ATTENA, pour l'aide qu'ils ont apporté à l'élaboration du protocole ATTENA, ainsi qu'aux membres du comité scientifique pour leur disponibilité et leur contribution à la rédaction des modes opératoires.

*

En français :

Toute représentation ou reproduction intégrale ou partielle faite sans le consentement de l'auteur ou de ses ayants droit ou ayants cause est illicite selon le Code de la propriété intellectuelle (art. L 122-4) et constitue une contrefaçon réprimée par le Code pénal. Seules sont autorisées (art. 122-5) les copies ou reproductions strictement réservées à l'usage privé de copiste et non destinées à une utilisation collective, ainsi que les analyses et courtes citations justifiées par la caractère critique, pédagogique ou d'information de l'œuvre à laquelle elles sont incorporées, sous réserve, toutefois, du respect des dispositions des articles L 122-10 à L 122-12 du même Code, relatives à la reproduction par reprographie.

En anglais:

Any representation or reproduction of the contents herein, in whole or in part, without the consent of the author(s) or their assignees or successors, is illicit under the French Intellectual Property Code (article L 122-4) and constitutes an infringement of copyright subject to penal sanctions. Authorised copying (article 122-5) is restricted to copies or reproductions for private use by the copier alone, excluding collective or group use, and to short citations and analyses integrated into works of a critical, pedagogical or informational nature, subject to compliance with the stipulations of articles L 122-10 – L 122-12 incl. of the Intellectual Property Code as regards reproduction by reprographic means.

SOMMAIRE

REMERCIEMENTS	2
SOMMAIRE	3
LISTE DES FIGURES	5
LISTE DES TABLEAUX	6
LISTE DES ANNEXES.....	6
PREAMBULE	7
RESUME.....	9
1. Introduction.....	11
2. Etat de l'art de la technique	12
2.1 CHAMP D'APPLICATION ET CONTEXTE DE L'ANALYSE DE GAZ DU SOL	12
2.1.1 Analyse des gaz du sol et atténuation naturelle	12
2.1.2 Les composés recherchés dans les gaz du sol	13
2.2 DISPOSITIFS D'ANALYSE ET DE PRELEVEMENT DES GAZ DU SOL.....	16
2.2.1 Spécificité de la mesure des gaz du sol	16
2.2.2 Techniques utilisées pour l'analyse des gaz du sol	17
3. Principes de mise en oeuvre.....	20
3.1 OBJET DES MODES OPERATOIRES	20
3.2 PRELEVEMENT DE GAZ DU SOL	20
3.2.1 Réalisation de prélèvement de gaz du sol sur piézairs.....	20
3.2.2 Réalisation de prélèvement de gaz du sol sur micro-piézair ou tube	24
3.2.3 Prélèvements de gaz du sol à l'interface sol-air : mesure par chambre...	25
3.2.3.1 Chambre statique avec analyse en ligne	25
3.2.3.2 Chambre statique à mesure intégrative	27
3.2.3.3 Chambre à balayage	28
3.3 SUPPORTS D'ECHANTILLONNAGE DES GAZ DU SOL	29
3.3.1 Echantillonnage sur sacs ou poches souples.....	29
3.3.2 Echantillonnage sur conteneur rigide de volume limité (< 1 l).....	30
3.3.3 Echantillonnage sur tubes pour mesure intégrative	31
3.3.4 Echantillonnage sur supports de type Canister	33
3.4 ANALYSE DES GAZ SUR SITE	34
3.4.1 Analyse non spécifique des gaz par photoionisation (PID).....	34
3.4.2 Analyse non spécifique des gaz par ionisation de flamme (FID)	37
3.4.3 Analyse non spécifique des gaz par spectrophotométrie infrarouge (IR).....	39

3.4.4 Analyse spécifique des gaz par tubes colorimétriques	41
3.4.5 Analyse spécifique par chromatographe de terrain	41
4. Illustrations	43
4.1 SITE DE COKERIE : DELIMITATION DE LA POLLUTION EN HYDROCARBURES PAR MESURE DE CO ₂ DANS LES SOLS.....	43
4.2 SITE ATTENA N°1 : TESTS DE MESURES DE GAZ DANS LES PIEZOMETRES (EN TETE DE PUITS)	45
4.3 SITE ATTENA N°3 BIS : LOCALISATION DE SOURCES-SOLS EN BTEX.....	49
4.4 SITE ATTENA N°3 : COMPARAISON DE TECHNIQUES D'ANALYSE DE GAZ DES SOLS.....	53
4.5 SITE ATTENA N°1 BIS : MESURE DES FLUX SURFACIQUES DE GAZ DU SOL	54
5. Interprétation et points clés	56
5.1 LES DIFFERENTS NIVEAUX D'INTERPRETATION DES RESULTATS D'ANALYSE DES GAZ DU SOL	56
5.1.1 Interprétation en termes d'évolution globale (analyse des gaz non sélective)	56
5.1.2 Interprétation en termes d'évolution de contaminant spécifique	57
5.1.3 Interprétation en termes de suivi de la contamination et de l'atténuation naturelle	57
5.1.4 Interprétation des résultats d'analyse des gaz du sol en termes de flux surfaciques	59
5.1.5 Variabilité temporelle et spatiale des gaz du sol.....	59
5.1.6 Interprétation en tant que gaz à l'équilibre	59
6. Eléments de coûts et bénéfices associés.....	61
6.1 STRUCTURE DES COUTS	61
6.2 SONDAGE ET EQUIPEMENT	61
6.3 GAMMES DE COUT D'INVESTISSEMENT (ANALYSEURS DE GAZ).....	61
6.4 CONSOMMABLES LIES AU PRELEVEMENT	61
6.5 TEMPS DE PRELEVEMENT/ANALYSE DE GAZ.....	63
6.6 CONCLUSION – ANALYSE COUT-BENEFICE.....	64
Bibliographie	65
LES NORMES ET METHODOLOGIES	65
BIBLIOGRAPHIE THEMATIQUE.....	66

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Moyens de prélèvement et d'analyse des gaz du sol selon les 3 stades d'investigation.....	9
Figure 2 : Schéma des possibilités de reconnaissance de la présence, du transfert et potentiellement des mécanismes de l'atténuation naturelle des contaminant par l'analyse des concentrations et des flux de gaz du sol	15
Figure 3 : Test en bouteille de l'efficacité d'un coulis bentonite-ciment (d'après Hazebrouck, 2008, document de formation).....	22
Figure 4 : Schémas de principe de réalisation d'un piézair.....	23
Figure 5 : Schéma d'un dispositif multiniveau de prélèvement de gaz	24
Figure 6 : Schéma du dispositif de chambre à recirculation breveté par l'INERIS	26
Figure 7 : Dispositif de chambre à recirculation en acquisition continue par FID (Telegan), PID et IR (Ecoprobe) pour le suivi en continu des émissions de COV, CH ₄ , CO ₂ et COVT	26
Figure 8 : Chambre et mesure intégrative sur adsorbant (Tilman et al, 2004)	28
Figure 9 : Schéma de principe de la chambre dynamique à balayage d'après Pokryska & al, 1995.....	29
Figure 10 : Canister utilisé sur une des prises d'air d'une chambre à flux.....	33
Figure 11 : Principe de la photo-ionisation, d'après le manuel de l'Ecoprobe® 5	35
Figure 12 : Principe de l'ionisation de flamme d'après le tutorial d'equipcoservices.com	37
Figure 13 : Schéma de l'analyseur à 4 canaux de l'Ecoprobe® 5.	39
Figure 14 : Carte des anomalies de CO ₂ sur le site.....	43
Figure 15 : Corrélation entre les teneurs en CO ₂ et l'indice hydrocarbures totaux sur les sols	44
Figure 16 : Analyseur de gaz Ecoprobe 5 (http://www.rsdynamics.com/main.php?s1=products&s2=soilcont&s3=description)	46
Figure 17 : Chromatographe de terrain.....	46
Figure 18 : Comparaison des résultats des deux analyseurs de gaz : en abscisse : PID (Ecoprobe) ; en ordonnée somme CAV + COHV mesurés dans la phase gaz avec le µGC corrigé en ne retenant que les molécules censées avoir une signature en PID	47
Figure 19 : Prélèvement et analyse de gaz du sol in situ par l'analyseur portable LFG20 et prélèvement de gaz en sac tedlar@.....	49
Figure 20 : Comparaison des cartographies des teneurs en CO ₂ et du déplacement isotopique du carbone pour le site ATTENA 3 bis	50
Figure 21 : Comparaison des teneurs en CO ₂ dans le panache de gaz et dans les panaches de benzène et de xylène dans les eaux	51
Figure 22 : Teneurs en CO ₂ mesurées en tête de piézomètre.....	53
Figure 23 : Teneurs en benzène dans la phase air en fonction de la distance au toit de la nappe.....	54
Figure 24 : Dispositif de chambre à accumulation et recirculation externe couplé à un PID RAE et un FID (Telegan).	55

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Données récapitulatives sur les méthodes d'analyse sur site pour les hydrocarbures légers, BTEX et COHV	18
Tableau 2 : Données récapitulatives sur les méthodes d'analyse sur site pour les hydrocarbures légers, BTEX et COHV	19
Tableau 3 : Coût indicatif d'investissement des principaux types d'analyseur utilisés	62
Tableau 4 : Coût indicatif des principaux types de consommable utilisés pour les prélèvements des gaz du sol	62
Tableau 5 : Temps de mise en place et de prélèvement pour chaque type de prélèvement des gaz du sol	63

LISTE DES ANNEXES

Annexe 1 PRELEVEURS PASSIFS	69
Annexe 2 PRELEVEMENT ACTIF PAR METHODE DES FLUX INDUITS DES GAZ DU SOL	75
Annexe 3 FICHE DE PRELEVEMENT DE GAZ DU SOL	79
Annexe 4 TYPE DE SUPPORTS EN FONCTION DES COMPOSES CIBLES (D'APRES INERIS, 2010)	81

PREAMBULE

Le projet de recherche ATTENA a été coordonné par le BRGM, avec un partenariat public (ADEME, l'INERIS) et privé (l'APESA, ArcelorMittal Real Estate France, BURGEAP, Rhodia et TOTAL). Le rôle de chacun des partenaires du projet est présenté dans le tableau ci-dessous.

Organisme	Rôle dans le projet ATTENA
ADEME	Suivi scientifique du projet
BRGM	Coordination du projet ; Responsable du protocole ATTENA, de l'application du protocole ATTENA sur les sites 2 (HAP) et 3 (hydrocarbures pétroliers), des modes opératoires consacrés aux outils géophysique et isotopique, participation aux modes opératoires analyse de gaz et capteurs passifs
APESA	Responsable de la communication du projet et coordination des travaux du groupe utilisateur
ArcelorMittal Real Estate France	Mise à disposition du site 2. Participation à l'élaboration du protocole et à son application sur le site 2.
BURGEAP	Mise à disposition du site 1. Participation à l'élaboration du protocole ATTENA. Responsable de l'application des guides Macaoh sur le site 1 (solvants chlorés)
INERIS	Participation à l'élaboration du protocole ATTENA ; responsable de l'application du protocole ATTENA sur le site 1 (solvants chlorés) ; responsable des modes opératoires analyse de gaz et capteurs passifs
RHODIA	Participation à l'élaboration du protocole ATTENA
TOTAL	Mise à disposition du site 3. Participation à l'élaboration du protocole et à son application sur le site 3.

Rôle de chacun des partenaires du projet ATTENA

L'objectif du projet ATTENA est triple :

- En premier lieu, il s'est agi de développer un protocole opérationnel d'utilisation de l'atténuation naturelle permettant une gestion proportionnée et raisonnée des sites pollués par certains polluants organiques (solvants chlorés, hydrocarbures pétroliers, HAP) dans le contexte réglementaire et méthodologique français actuel. Ce protocole a été élaboré à travers le travail d'un groupe d'utilisateur, constitué de représentants des différentes parties prenantes de la thématique des sites et sols pollués : industriels, administration, bureaux d'étude, sociétés de travaux, organismes de recherche. Le détail des membres du groupe d'utilisateurs est donné dans le Tableau suivant.

Organisme	Représentant
MEDDE/DGPR/BSSS	Dominique Gilbert
DREAL	Jérémy Heinz (DREAL Alsace), Erika Peixoto (DREAL Lorraine)
BRGM	Céline Blanc, Stéfan Colombano, Alain Saada, Laurent Rouvreau, Elicia Verardo, Clément Zornig
ADEME	Yves Duclos, Nadine Dueso
TOTAL	Yannick Bret, Sébastien Dehez, Agathe Reubrez
ArcelorMittal Real Estate France	Patrick Charbonnier
Rhodia Services	Thierry Delloye
INERIS	Fabrice Quiot, Claire Rollin
APESA	Jean-Louis Crabos, Jean-François Lascourreges
BURGEAP	Sébastien Kaskassian, Jean-Marie Côme
UIC	David Cazaux (Solvay)
UIMM	Christian Cornet (CETIM)
EPF Yvelines	Thomas Lacaze
UPDS	Franck Karg (HPC Envirotec), Joachim Maier (ICF), Sophie Michel, Thierry Gisbert (ARCADIS), Alain Dumestre (SERPOL)
UCIE	Thierry Blondel

Constitution du Groupe Utilisateur du projet ATTENA

- Dans un second temps, il s'est agit de confronter ce protocole sur 3 sites, mis à disposition par les partenaires du projet, afin de tester ses possibilités d'application sur des cas réels et d'apporter des améliorations pratiques pour l'utilisation de l'atténuation naturelle dans la gestion des sites.
- Enfin, le projet ATTENA a visé à développer et/ou tester des outils de caractérisation dans l'objectif de faciliter la mise en évidence de l'efficacité de l'AN sur un site. Ces outils (géophysique, isotopie, analyse de gaz, capteurs passifs) étaient destinés à améliorer la caractérisation des zones sources et panache, où à faciliter l'identification des mécanismes contribuant à l'atténuation naturelle, en particulier des processus de biodégradation. Des modes opératoires de l'utilisation de ces outils ont été rédigés au cours du projet dans l'objectif de permettre aux professionnels une appropriation facilitée. Ces modes opératoires ont été examinés et validés au cours du projet par un comité scientifique constitué de spécialistes issus du monde Académique présentés ci-dessous

Membres du Comité Scientifique du projet ATTENA	Organisme
Peter Werner	Université de Dresde (D). Coordinateur du programme national allemand KORA. http://www.natural-attenuation.de/
Gerhardt Schäfer	Université Louis Pasteur – Strasbourg
Patrick Höhener	Université de Provence

Comité Scientifique du projet ATTENA

Les différents livrables du projet (protocole, cas d'étude, modes opératoires) sont publiés en ligne sur le site du projet ATTENA <http://attena.org/> et sur le site de l'ADEME.

RESUME

Lors de l'étude des sites et sols pollués, les prélèvements et les analyses de gaz du sol peuvent intervenir dès les étapes de reconnaissance, pour pouvoir vérifier les hypothèses prises pour constituer le schéma conceptuel du site étudié.

L'analyse de gaz du sol intervient généralement aux stades d'investigation suivants :

- le screening de la source ou des sources de pollution ;
- la délimitation des panaches de gaz ;
- le bilan et le suivi des gaz du sol.

L'analyse de gaz du sol intervient ainsi dans la localisation de la source, la délimitation de son extension, et les échanges gazeux de celle-ci avec l'atmosphère (cf .Figure 1). Le panache de contaminants en phase gaz du sol représente en effet une image d'une source et/ou d'un transfert des contaminants volatils.

	Type de prélèvement des gaz du sol	Type d'analyse des gaz du sol
Screening de source - détection des sources sols/gaz/eaux	- prélèvement passif - sondage temporaire dédié : canne/tubage - sondage non dédié	- non discriminante : PID/FID -- semi discriminante : IR/ tubes réactifs - discriminante : prélèvements sur support
Délimitation de panaches - panaches de gaz en source primaire / secondaire de contamination - Indice d'atténuation naturelle	- prélèvement passif - sondage temporaire dédié : canne/tubage - sondage dédié (piézair)	- non discriminante : PID/FID calé sur campagnes précédentes - semi discriminante : IR/ tubes réactifs -- discriminante : IR photo-acoustique/chromatographe de terrain/prélèvement sur support
Bilan et suivi des gaz du sol - bilan des flux, y compris atténuation naturelle - suivi de la migration de panaches de gaz	- prélèvement passif - sondage dédié (piézair) - mesure de flux surfacique	-- non/semi discriminante (PID/FID/IR/tubes réactifs) : calage nécessaire préalable - discriminante : IR photo-acoustique/chromatographe de terrain/prélèvement sur support

Figure 1 : Moyens de prélèvement et d'analyse des gaz du sol selon les 3 stades d'investigation

Ce rapport présente les différentes techniques de prélèvement et d'analyse des gaz du sol sous forme d'une revue de la littérature complétée par la description de modes opératoires des différentes techniques d'analyse des gaz du sol.

Ces modes opératoires s'adressent aux bureaux d'études ainsi qu'aux donneurs d'ordre. Les techniques d'analyse sont présentées avec les atouts, les limitations de la littérature en incluant le retour d'expérience des auteurs.

Les spécificités de l'utilisation de l'analyse des gaz du sol pour la démonstration de l'atténuation naturelle par dégradation biotique, avec formation de métabolites pouvant être suivis dans la phase gazeuse sont présentées.

Suite à la présentation d'un état de l'art des techniques de prélèvement et d'analyse des gaz du sol, le rapport précise les différents modes de prélèvements des gaz du sol et les types d'analyses de gaz du sol *in situ*, en explicitant la mise en œuvre de chaque type de prélèvement et d'analyse.

Les modes de prélèvements actifs (par pompage) et passifs, en suivi en continu ou non des gaz du sol, sont décrits avec leurs intérêts, pour renseigner en particulier l'aire d'influence du prélèvement, et donc la représentativité des modes de prélèvement en termes de volumes de sol investigués.

Les modes de prélèvements à l'interface sol/air tel que les divers types de chambre de mesure applicables au suivi des composés organiques volatils (COV) sont également décrits, en présentant leur intérêt dans le suivi des flux à la surface des sols. Les types de support de prélèvements sont également décrits ainsi que leur mise en œuvre.

L'analyse des gaz peut être réalisée à partir de détecteurs spécifiques ou non spécifiques, en utilisant des moyens plus ou moins applicables aux mesures sur site. La mise en œuvre des équipements dédiés aux mesures de gaz du sol est décrite pour les principaux types de détecteur existants.

Les données fournies par ces analyses devront être interprétées en fonction du contexte global du prélèvement, à savoir le type d'équilibre existant ou non entre les vapeurs du sol et le milieu environnant. Les paramètres de prélèvement vont permettre d'évaluer l'état d'équilibre du gaz du sol avec les autres phases de polluant, la matière organique (naturelle et anthropique) et l'humidité présente dans le profil de sol. En fonction des connaissances disponibles et de la qualité des données, plusieurs niveaux d'interprétation seront possibles. Du fait de la variabilité spatiale et temporelle des teneurs en contaminants dans les gaz du sol, une interprétation globale de l'évolution des panaches de contaminants est préférable. La difficulté réside en effet dans l'interprétation des évolutions individuelles des valeurs ponctuelles de teneurs en contaminant des gaz du sol.

Enfin, des éléments de coût sont donnés pour l'équipement et l'utilisation des différents types de prélèvement et d'analyse des gaz du sol, dans une optique d'analyse qualitative et quantitative des gaz du sol.

1. INTRODUCTION

Les gaz du sol peuvent fournir des indices importants de la contamination des sols et des eaux souterraines. Dans le cas de la présence de composés organiques volatils, en outre des indices de présence, l'analyse des gaz du sol peut également fournir des indices de mécanismes d'atténuation naturelle de ces composés.

Ce rapport présente ainsi les différentes techniques de prélèvement et d'analyse des gaz du sol. Les préconisations de ce rapport s'adressent aux bureaux d'études ainsi qu'aux donneurs d'ordre.

Après avoir présenté brièvement l'utilisation des gaz du sol pour la démonstration de l'atténuation naturelle, le rapport se focalise sur la présentation :

- des dispositifs de prélèvements et d'analyse de gaz du sol (§ 2.2), en considérant plus particulièrement les dispositifs actifs (par pompage) et les dispositifs de prélèvements à l'interface sol-air (chambre à flux) ;
- les principes opératoires et la mise en œuvre sur le terrain de ces dispositifs de prélèvement et d'analyse (§ 3) ;
- des illustrations et retours d'expériences (§ 4) ;
- des éléments d'interprétation (§ 5), de coût (§ 6) et des références (§ 0).

Le prélèvement des gaz du sol nécessite le renseignement de nombreux paramètres d'environnement (température, pression, piézométrie,...). Ceux-ci sont nécessaires à l'interprétation des concentrations en contaminants dans la phase gaz du fait de la forte variabilité de ces concentrations, en particulier dans les 2 premiers mètres du sol. Les paramètres du prélèvement des gaz du sol constituent donc des données cruciales pour l'interprétation quantitative des concentrations rencontrées dans les gaz du sol. L'analyse qualitative, semi-quantitative, ou quantitative des gaz du sol sur site ou hors site constitue l'étape suivante du prélèvement des gaz.

Ce document ne traite que des analyses couramment pratiquées sur site et non des dispositifs particuliers tels que les dispositifs optiques sur chemins ouverts ou fermés, encore peu utilisés en analyse des gaz du sol.

Ce document s'inscrit dans le cadre de la convention ATTENA et a pour objectif de servir de guide pour la réalisation des analyses de gaz des sols. Des développements plus axés sur la recherche concernant le comportement des COHV et la comparaison des supports de prélèvement de gaz du sol, sur les différentes constructions de piézajets multi-niveaux, ainsi que sur l'atténuation des vapeurs dans la zone non saturée sont attendues dans le cadre du projet européen CityChlor.

2. ETAT DE L'ART DE LA TECHNIQUE

2.1 Champ d'application et contexte de l'analyse de gaz du sol

On définit traditionnellement les étapes suivantes lors du diagnostic des sites et sols pollués :

- la recherche de sources et de panaches de contaminants sur la base des informations documentaires et d'une étape de criblage de source-sol (étape dite de « screening ») ;
- la délimitation dans l'espace de ces source-sols et panaches de contaminants ;
- l'évaluation des concentrations et des flux provenant de ces source-sols et des panaches de contaminants des gaz du sol et des eaux souterraines à diverses étapes du diagnostic et des études ultérieures.

Chacune de ces étapes va nécessiter le recours à une information plus précise concernant la présence de contaminants en phase gazeuse, la quantification de ceux-ci et l'évaluation de leur variabilité dans l'espace et dans le temps. Ce besoin de précision va engendrer la mise en oeuvre de dispositif de prélèvements particuliers (§ 2.2).

Les sources considérées pour réaliser ce rapport comprennent la littérature et les guides existants ainsi que le retour d'expérience de l'INERIS (voir bibliographie thématique).

2.1.1 Analyse des gaz du sol et atténuation naturelle

L'atténuation naturelle des contaminants observée d'après les concentrations en gaz du sol comprend les mécanismes physiques de dispersion/dilution ainsi que les mécanismes biotiques et abiotiques de dégradation.

Dans la plupart des cas la dégradation n'est pas totale et des métabolites ou composés secondaires sont formés. La présence de ceux-ci et de leur variation de concentration (composés parents et métabolites) dans les gaz du sol constitue des indices importants pour la démonstration de l'atténuation naturelle.

La prise en compte de l'atténuation naturelle dès la recherche de source est relativement ancienne dans les caractérisations des eaux et des sols pollués : la comparaison de l'empreinte chromatographique d'un fuel récent et d'un fuel ancien d'une analyse de sol ou d'eau contaminée démontre assez classiquement la disparition des composés légers, dégradés plus rapidement. Dans le cas des gaz du sol, seuls les composés volatils (BTEX, COHV,...) et leurs métabolites sont susceptibles de renseigner les investigations sur la présence et l'avancement des processus d'atténuation naturelle, ce qui suppose un prélèvement efficace et reproductible de ces gaz.

Dès la phase de diagnostic, les analyses des gaz du sol permettent une recherche de sources par un criblage des zones ou « screening », permettant d'orienter et d'optimiser l'échantillonnage des sols et des eaux. La mesure des concentrations en gaz du sol (contaminants volatils, métabolites et produits de dégradation finaux (CO_2 et CH_4)) va permettre d'orienter le diagnostic et de fournir des indices de l'atténuation naturelle des contaminants volatils présents.

La mise en évidence, puis l'évaluation des phénomènes d'atténuation naturelle par l'analyse des gaz du sol suppose de croiser les informations suivantes (Cal EPA, 2010)

- cadre et étape de l'étude (démonstration de l'atténuation naturelle, évaluation des phénomènes en termes de gestion du site et des risques sanitaires associés) ;
- schéma conceptuel de l'atténuation (atténuation en zone saturée/non saturée, dans la zone source/en limite de panache, stimulée/naturelle) ;
- informations sur la lithologie du site et sur les niveaux précédemment investigués ;

- information sur les analyses de matrices disponibles (eau, sols, forme non miscible, gaz du sol), conditions de prélèvements des matrices.

En fonction du contexte, l'analyse de gaz s'appliquera donc à des prélèvements ponctuels ou à un suivi dans le temps, à des profondeurs et des localisations données.

La démonstration de l'atténuation naturelle suppose au niveau du prélèvement et de l'analyse des gaz du sol de mettre en évidence :

- les conditions favorables à cette atténuation naturelle ;
- les produits de dégradation ou métabolites, en relation avec la diminution des composés parents.

L'atténuation naturelle peut déterminer l'orientation de l'évaluation des risques, du fait de la dégradation des produits parents, et de la production et dégradation de métabolites volatils à toxicité plus élevée que les composés parents (tel que le chlorure de vinyle, lors de la dégradation du PCE, TCE). Dans ce dernier cas spécifique, l'analyse des gaz du sol revêt une importance particulière du fait de la présence de deux objectifs, le suivi de l'atténuation naturelle et de la propagation des vapeurs dans le sol vers la surface.

Il faut noter l'existence d'une littérature abondante traitant plus spécifiquement le cas de l'intrusion de vapeur de COHV et de BTEX du sous-sol dans l'air intérieur, du fait de la prévalence de cette voie d'exposition dans les calculs de l'évaluation des risques sanitaires. Des guides spécifiques (en particulier des U.S.A., Grande Bretagne, Hollande, Australie) s'intéressent ainsi spécifiquement au cheminement des gaz du sous-sol (assessment of the vapor intrusion pathway).

L'exigence de disposer de données fiables, reproductibles et représentatives des gaz du sol dépend des enjeux et du contexte : le niveau de représentativité attendu pour les prélèvements et les analyses des gaz du sol dans le cas d'une analyse de risque sanitaire peut être codifié et/ou normalisé (ITRC (2007), Cal EPA (2005, 2010)).

Des guides, méthodologiques ou normes existent pour le prélèvement et dans une moindre mesure pour l'analyse des gaz du sol. De tels documents sont listés en bibliographie.

2.1.2 Les composés recherchés dans les gaz du sol

En outre de la diminution de la masse des contaminants initialement présents, la signature de l'atténuation naturelle se traduit le plus souvent par la présence des métabolites intermédiaires (Saada & al. (2008, 2011)) ou finaux (CO_2 , CH_4), et des composants permettant de déduire le type d'environnement et les conditions oxydo réductrices (présence de co-métabolites, teneur en CH_4/CO_2 , voire en H_2S).

Les composés recherchés doivent par ailleurs présenter les critères de volatilité pour permettre leur recherche dans la phase gaz (pression de vapeur $> 133 \text{ Pa}$, constante de Henry $> 100 \text{ Pa.m}^3/\text{mol}$, protocole ATTENA (Saada & al., 2011)).

Deux types de composés seront recherchés :

- les composés indicateurs du milieu : CO_2 (dégradation aérobie), CH_4 , éventuellement H_2S , voire NO_x dans le cas de dégradations anaérobies ;
- les composés parents et fils de la chaîne de dégradation des substances recherchées.

L'objectif de l'analyse des gaz du sol est alors la démonstration d'une diminution des composés source allant au-delà de la simple dispersion/dilution, concomitante à la présence de métabolites des contaminants recherchés, dans la phase gaz :

- soit le long d'une direction d'écoulement en nappe pour la démonstration d'une atténuation prédominante dans les eaux souterraines ;

- soit le long d'un profil vertical pour une atténuation dans la zone non saturée (ZNS), au moyen par exemple de triplets de piézairs ;
- soit à la surface du sol, au droit de la source et du panache de vapeur dans le but d'un suivi des flux résiduels de vapeur atteignant la surface.

DRAFT - V2

Mesure des flux de contaminants à l'interface sol/air par chambre à flux

Mesure des concentration en contaminants dans les gaz du sol

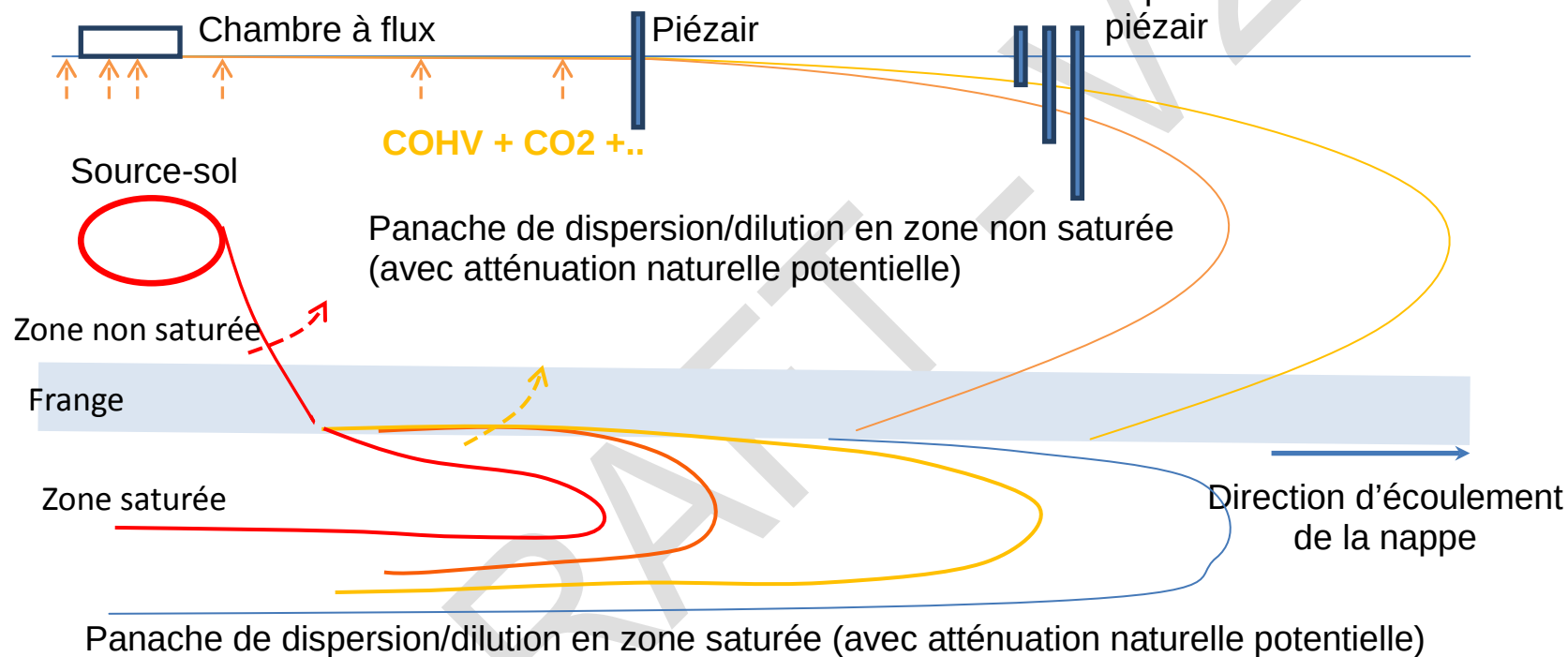


Figure 2 : Schéma des possibilités de reconnaissance de la présence, du transfert et potentiellement des mécanismes de l'atténuation naturelle des contaminant par l'analyse des concentrations et des flux de gaz du sol

2.2 Dispositifs d'analyse et de Prélèvement des gaz du sol

La mesure des concentrations des gaz du sol combine ainsi trois types de dispositifs et d'appareillages :

- des ouvrages dédiés (piézairs) ou non (sondages) qui existent (sondages permanents) ou pas (sondages temporaires par sonde dräger, air soil probe ou autre) ;
- un dispositif de prélèvement des gaz du sol, dont la mise en oeuvre sans être complexe peut être plus ou moins longue et nécessiter des moyens spécifiques (pompes, supports de prélèvement) ;
- un dispositif d'analyse dont le niveau de complexité de mise en œuvre (et donc de technicité requise) varie fortement, en particulier en fonction des besoins de discrimination des substances recherchées.

La qualité de l'ensemble de la chaîne des dispositifs doit être si possible homogène.

2.2.1 Spécificité de la mesure des gaz du sol

La mesure des gaz du sol, dans le champ d'application de l'étude des sites et sol pollués, nécessite de fournir une réponse souvent rapide pour orienter l'échantillonnage des sols, des gaz du sol et des eaux. .

Cette mesure rapide est réalisée le plus souvent sur site au moyen d'un panel de détecteurs et analyseurs ainsi qu'aux moyens de prélèvements de gaz par des dispositifs plus ou moins spécifiques à une famille de composés et/ou à un seuil de détection.

De manière générale, la mesure des gaz du sol est utilisée pour obtenir des résultats rapides, avec si possible une facilité d'utilisation liée à des coûts modérés et à l'emploi de moyens légers d'investigation limitant les perturbations sur le site. Les principales difficultés proviennent des artefacts liés à la présence d'une humidité souvent élevée, rendant délicate la collecte d'un échantillon représentatif des gaz du sol. Cette forte humidité est également susceptible de modifier la réponse des analyseurs.

Par ailleurs, le volume de gaz du sol est souvent limité de par la nécessité d'éviter de mettre en trop forte dépression le sol. Des dispositifs particuliers pour le prélèvement des gaz du sol (piézairs) peuvent être ainsi nécessaires.

L'analyse ou la mesure des gaz du sol est adaptée en fonction des types de dispositifs et des objectifs de la mesure (mesure ponctuelle sur gas probe ou cannes dräger, suivi sur piézair,..)

Elle comprend les formes suivantes :

- analyse sur site, de suivi de prélèvement (par des indicateurs globaux) et de suivi des contaminants ;
- analyse sur site en camion laboratoire ou analyse en laboratoire.

Dans le cas de l'analyse en laboratoire, les types d'échantillonnage suivants sont pratiqués sur les gaz du sol :

- les poches souples à gaz, limitant l'adsorption et la diffusion des gaz ;
- les seringues, les vials avec septum (en verre), de volume limité ;
- les bouteilles ou canisters, spécialement passivés pour éviter l'adsorption des gaz ;
- les supports à adsorption (tubes monozones ou multizones, à adsorbant unique ou multiple).

Ces dispositifs utilisés pour l'analyse des gaz du sol et leur prélèvement sont détaillés plus bas dans le texte

2.2.2 Techniques utilisées pour l'analyse des gaz du sol

La plupart des techniques d'analyses des gaz du sol proviennent d'une sélection des techniques utilisées dans le contrôle de l'air ambiant en site industriel, et qui ne nécessitent pas de volume trop important de gaz.

Certaines techniques analytiques utilisées pour le contrôle des gaz ambiants sur les sites industriels ont fait l'objet d'un retour d'expérience et/ou de procédure d'intercomparaison des matériels (tel que le rapport « Evaluation des performances de détecteurs portatifs à photo-ionisation (PID) », référencé INERIS DRA-11-117743-08538A du 03 novembre 2011).

De manière générale, les techniques et appareils simples sont le plus souvent utilisés car elles permettent de multiplier rapidement les analyses, ce qui est nécessaire dans le cas d'une recherche de source-sols ainsi que dans les cas où la stratégie de prélèvement nécessite une forte densité de mesure.

Les principales techniques utilisées sur site comprennent par ordre croissant de complexité l'utilisation de :

- tubes réactif, plus ou moins spécifiques ;
- appareil utilisant la photo-ionisation (photo ionization detector (PID)) ; mesure non spécifique ;
- appareil de mesure par détection infrarouge (IR), permettant en particulier la mesure des hydrocarbures totaux ;
- appareil utilisant l'ionisation de flamme (flame ionization detector (FID)) ; plus spécifique que le PID, et pouvant être associé à une courte colonne de séparation ;
- appareil associant ces détecteurs au sein d'une unité de mesure « multigaz » ;
- appareil de mesure de type photo-acoustique, encore peu utilisé pour les gaz du sol, mais permettant de discriminer les composés recherchés ;
- appareil de mesure utilisant une chromatographie en phase gaz, en permettant d'obtenir une mesure sélective et précise des COV/COHV présents. En fonction des détecteurs utilisés (capture d'électron (ECD), FID) le chromatographe sera dédié plus au BTEX (FID) ou au COHV (ECD).

Les principaux paramètres de ces appareils sont récapitulés dans le Tableau 1 de la page suivante.

Il faut remarquer que les temps d'analyse présentés ne concernent que l'analyse proprement dite pour un appareil calibré et ayant atteint sa température nominale de fonctionnement. Les appareils utilisant une colonne chromatographique ou une combustion (FID) nécessite une période de chauffe pour atteindre un régime stabilisé en température.

Nous avons distingué trois « niveaux d'utilisation » dans le Tableau 1 :

- A : screening de source ;
- B : identification de source,
- C : identification des composés.

Tableau 1 : Données récapitulatives sur les méthodes d'analyse sur site pour les hydrocarbures légers, BTEX et COHV

Méthode / Données récapitulatives	Composés analysés	Screening et Identification source/composé	Niveau de technicité	Temps d'analyse	Limitations
Tubes réactifs	Liste très étendue : HCT, BTEX, COHV, CO ₂ ,...	S : *** I : * à **	Faible	5 à 20 minutes selon débit de pompage	Nombreuses réactions croisées possibles
Appareil à photoionisation (PID)	BTEX, COHV, composés soufrés, oxygénés,...selon l'énergie d'ionisation	S : *** I : * à ** : selon le nombre de lampes UV utilisé	faible à moyenne, selon calibration	Typiquement inférieur à 1 minute	Réaction non spécifique
Mesure par infra rouge (IR)	Méthane, indice HC totaux, CO ₂	S : *** I : * à ** : selon nombre de canaux IR utilisés	faible à moyenne, selon calibration	Typiquement inférieur à 1 minute	Réponse non spécifique mais moins étendue que le PID
Appareil à ionisation de flamme (FID)	BTEX, COHV, HCT, méthane	S : *** I : *	Moyenne (calibration régulière nécessaire)	Typiquement inférieur à 1 minute	Réponse non spécifique mais moins étendue que le PID
Appareil à détection photo-acoustique IR	PCE, TCE, CO ₂ , CH ₄ , N ₂ O, NH ₃	S : ** I : ** à ***	Moyenne (mesure plus complexe)	selon le nombre de gaz analysés (1 minute pour 5 gaz)	Réponse spécifique
Chromatographe de terrain	En fonction des détecteurs utilisés	S : * I : ***	Elevée	10 à 60 minutes	Réponse spécifique

Tableau 2 : Données récapitulatives sur les méthodes d'analyse sur site pour les hydrocarbures légers, BTEX et COHV

Méthode / Données récapitulatives	Composés analysés	Screening et Identification source/composé	Niveau de technicité	Temps d'analyse	Limitations
Tubes réactifs	Liste très étendue : HCT, BTEX, COHV, CO ₂ ,...	S : *** I : * à **	Faible	5 à 20 minutes selon débit de pompage	Nombreuses réactions croisées possibles
Appareil à photoionisation (PID)	BTEX, COHV, composés soufrés, oxygénés,...selon l'énergie d'ionisation	S : *** I : * à ** : selon le nombre de lampes UV utilisé	faible à moyenne, selon calibration	Typiquement inférieur à 1 minute	Réaction non spécifique
Mesure par infra rouge (IR)	Méthane, indice HC totaux, CO ₂	S : *** I : * à ** : selon nombre de canaux utilisés	faible à moyenne, selon calibration	Typiquement inférieur à 1 minute	Réponse non spécifique mais moins étendue que le PID
Appareil à ionisation de flamme (FID)	BTEX, COHV, HCT, méthane	S : *** I : *	Moyenne (calibration régulière nécessaire)	Typiquement inférieur à 1 minute	Réponse non spécifique mais moins étendue que le PID
Appareil à détection photo-acoustique IR	PCE, TCE, CO ₂ , CH ₄ , N ₂ O, NH ₃	S : ** I : ** à ***	Moyenne (mesure plus complexe)	selon le nombre de gaz analysés (1 minute pour 5 gaz)	Réponse spécifique
Chromatographe de terrain	En fonction des détecteurs utilisés	S : * I : ***	Elevée	10 à 60 minutes	Réponse spécifique

3. PRINCIPES DE MISE EN OEUVRE

3.1 Objet des modes opératoires

Ces modes opératoires s'adressent aux bureaux d'études ainsi qu'aux donneurs d'ordre. Les techniques sont présentées avec les atouts et les limitations de la littérature. Le retour d'expérience des auteurs de ce recueil a également été utilisé pour la rédaction de ces modes opératoires.

La mesure de gaz, si elle est utilisée en routine pour les étapes des screening de pollutions de composés volatils, nécessite des précautions complémentaires pour établir la représentativité des gaz analysés dans le cas de l'utilisation en suivi de dépollution et/ou de démonstration de processus d'atténuation naturelle.

Ces précautions sont décrites sous forme de fiches dans les différents modes opératoires liés :

- aux prélèvements de gaz du sol - piézairs, micro-piézair (ou tube), chambres (statique, intégrative, à balayage) (§ 3.2) ;
- aux choix des supports d'échantillonnage (sacs ou poches souples, conteneur rigide, tube pour mesure intégrative, Canister) (§ 3.3) ;
- aux analyses des gaz sur site à mettre en œuvre, qu'elles soient non spécifiques (PID, FID, IR) ou spécifiques (tubes colorimétriques, chromatographe de terrain) (§ 3.4).

3.2 Prélèvement de gaz du sol

Ce chapitre aborde successivement les techniques de prélèvements suivantes : piézairs, micro-piézair (ou tube), chambres (statique, intégrative, à balayage).

3.2.1 Réalisation de prélèvement de gaz du sol sur piézairs

Champ d'application

Les piézair sont constitués de sondages équipés en tubes crépinés dédiés à l'investigation des gaz des sols de faible à moyenne profondeur.

Principe

Le piézair est composé d'une ou de plusieurs zones crépinées, au dessus du niveau de la nappe, sur une épaisseur réduite liée à la perméabilité à l'air du niveau géologique attendu. L'étanchéité à l'air est obtenue par une épaisseur suffisante de matériaux peu perméable, à savoir une épaisseur de plus de 30 cm d'argile compacte.

Un piézair comprend typiquement :

- la réalisation d'un trou nu de forage dans un diamètre généralement compris entre 20 à 80 mm et une profondeur comprise entre 80 cm et plusieurs mètres ;
- l'équipement du sondage, constitué d'un tube plein et d'une partie crépinée, si possible en usine et assemblée par vissage ;
- un massif filtrant disposé en face des crépines ;
- une étanchéité annulaire constituée de deux barrières à l'intrusion d'air atmosphérique.

Mise en œuvre et recommandations

Les recommandations sont extraites des normes existantes (VDI 3865) et du retour d'expérience de l'INERIS.

Les dispositions constructives suivantes sont généralement recommandées :

- zone crépinée localisée à plus de 50 cm sous le niveau du sol ;
- base de la partie crépinée disposée au dessus de la zone de la frange capillaire ;
- protection de surface de l'équipement du forage pour éviter la perte de l'ouvrage et l'infiltration des eaux météoritiques dans la zone annulaire.

Les ouvrages dont la profondeur de prélèvement est inférieure à 1,5 m – 2 m sont plus sensibles aux variations barométriques, aux variations de saturation et plus enclins aux risques de fuite (Cal EPA, 2005).

L'étanchéité annulaire primaire est localisée au dessus de la zone crépinée : elle est réalisée par une couche de bentonite hydratée ou d'autre argile gonflante mise en place sous forme pré-hydratée. L'épaisseur minimale conseillée est de 30 cm.

En fonction de la consistance de l'argile, un niveau de bille d'argile d'environ 20 cm est préconisé pour éviter que l'argile de consistance plus fluide pénètre dans le massif filtrant. Cette migration n'a pas été observée par l'INERIS.

Au-dessus de ce premier niveau d'argile, pour une meilleure étanchéité, la VDI 3865 conseille de prévoir une couche de 50 cm constituée de coulis de ciment avec bentonite et sable, matériau avoisinant la viscosité de la matrice du sol. Ce coulis de bentonite ciment est souvent utilisé pour le remplissage de l'annulaire dans le cas de piézair.

L'hydratation suffisante de l'argile et du coulis est à noter :

- la fraction d'eau d'infiltration disponible dans la ZNS pour hydrater les argiles est trop limitée ;
- il est nécessaire d'utiliser un ciment sans retrait ;

Le test « en bouteille » montre que la bentonite ciment permet l'étanchéité aux gaz, celle-ci n'étant pas atteinte avec l'utilisation de billes d'argiles (cf. Figure 3).



Figure 3 : Test en bouteille de l'efficacité d'un coulis bentonite-ciment (d'après Hazebrouck, 2008, document de formation)

L'équipement du tube plein débouchant en surface comprend un bouchon percé d'un conduit équipé d'une vanne permettant de connecter le dispositif de prélèvement.

Le choix du matériau de ce tube et des raccords et vannes dépend de la nature des substances recherchées : pour les COHV, on privilégiera des matériaux inertes, comme le PEHD ou le nylon, et on évitera le PVC.

Les schémas des dispositifs d'échantillonnage mono niveau sont décrits ci-dessous (cf. Figure 4).

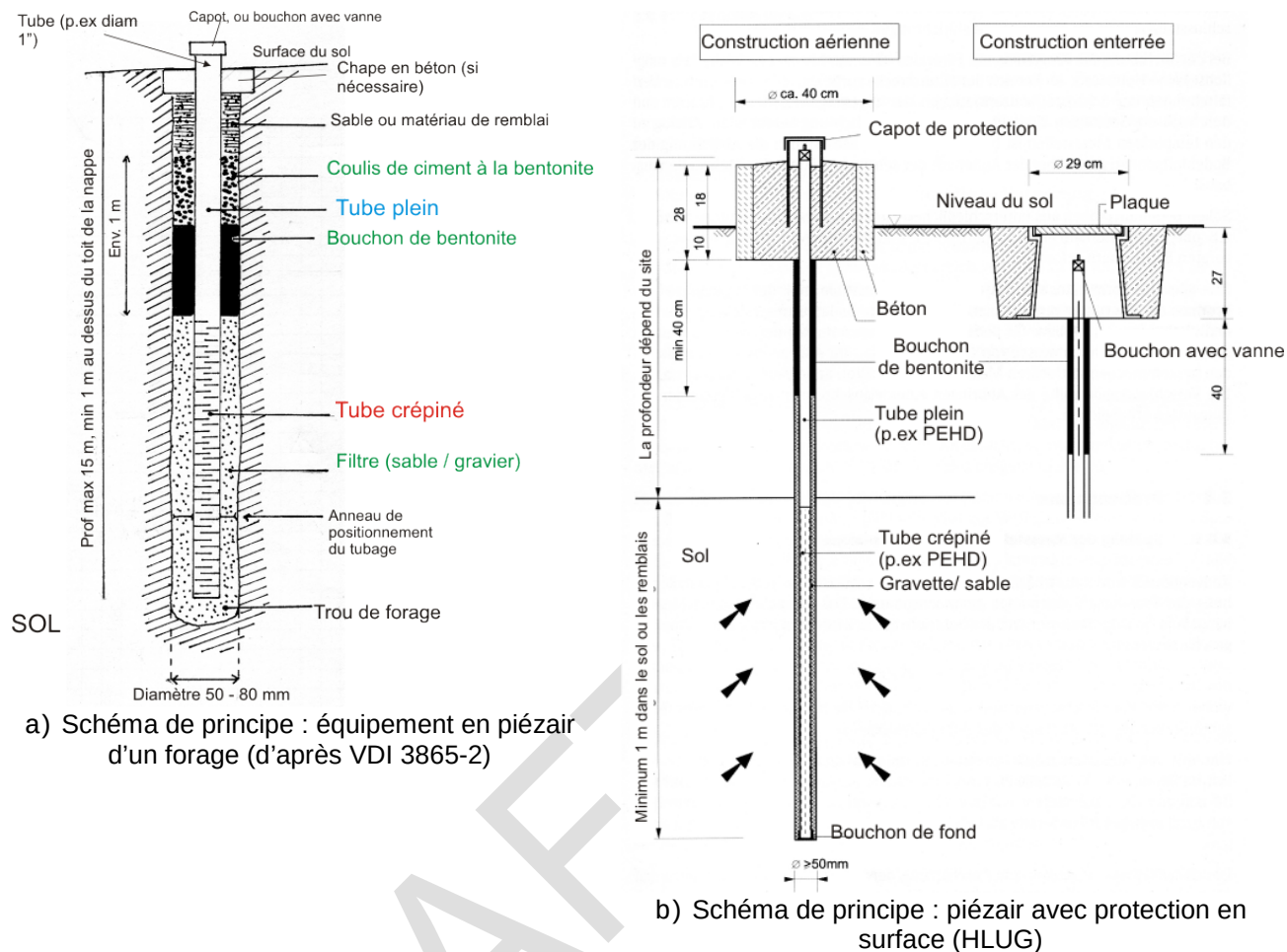


Figure 4 : Schémas de principe de réalisation d'un piézair

L'échantillonnage multi-niveau est réalisé à la faveur de doublets ou triplets de piézairs, ou de la réalisation d'un piézair multi-niveaux. La problématique d'étanchéité est rendue plus délicate dans le cas d'un piézair multi-niveaux (cf. Figure 5).

La réalisation de ce type d'ouvrage nécessite un soin particulier et une bonne expérience de la maîtrise de la réalisation et du contrôle des anneaux d'étanchéité en argile (mise en place par confection d'une trémie d'alimentation, centrage soigneux et contrôle précis de la profondeur) qui doit être vérifiée auprès des prestataires réalisant les ouvrages.

Le schéma d'un dispositif d'échantillonnage multi-niveaux est joint ci-dessous (cf. Figure 5).

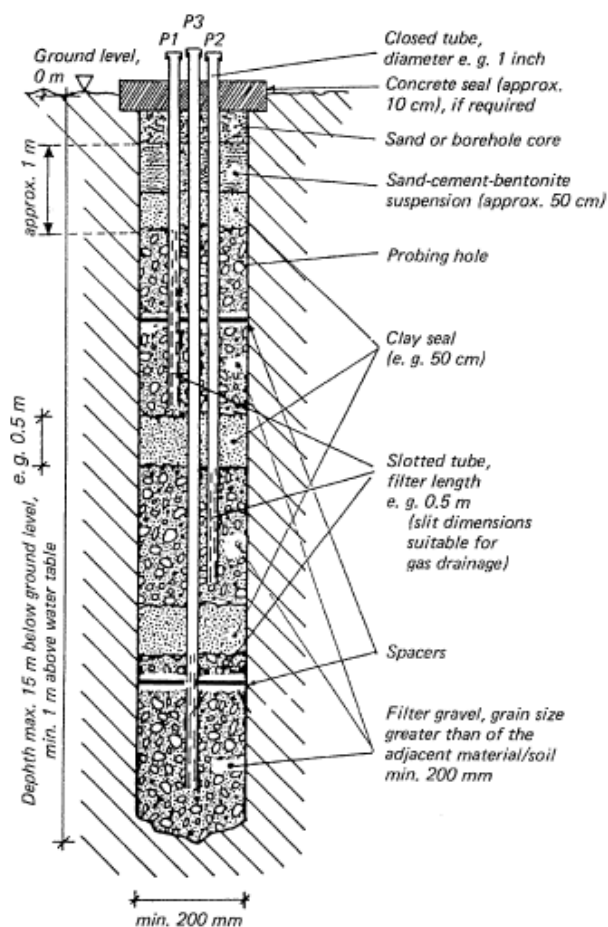


Figure 5 : Schéma d'un dispositif multiniveau de prélèvement de gaz

3.2.2 Réalisation de prélèvement de gaz du sol sur micro-piézair ou tube

Champ d'application

Le micro-piézair ou simple tube est de par son faible diamètre de sondage limité à l'investigation des gaz des sols de faibles profondeurs.

Principe

Le micro-piézair ou tube en place est par conception une méthode de prélèvement plus simple et moins coûteuse que le piézair classique. L'effort de mise en place est intermédiaire entre le prélèvement par sondage ponctuel et le puits de plus fort diamètre dédié au suivi des vapeurs, dit piézair.

Le matériel comprend essentiellement un tube inerte de faible diamètre (typiquement 1/8^{ème} de pouce de diamètre externe) mis en place dans un sondage de faible diamètre (1 pouce). Il est entouré d'un niveau de sable siliceux (10/20 mm) faisant office de niveau d'accumulation de gaz. Le remplissage par un coulis de bentonite isole le niveau sableux mis en place. Ce type de

dispositif permet la mise en place de plusieurs tubes dans un même sondage en isolant chaque niveau sableux par de la bentonite.

L'échantillonnage est supposé concerner un rayon de 15 – 60 cm en micro purge (EPA, 2010, 600R-10-118).

Mise en œuvre et recommandations

Ces micro-piézairs ont fait l'objet d'une comparaison avec des dispositifs plus classiques apparentés à la conception classique des piézairs (EPA, 2010, 600R-10-118), en utilisant ceux-ci sur les mêmes zones d'un site pollué.

Dans cette étude, des tubes inox de type capillaire, de diamètre interne très faible, ont été utilisés pour le suivi sur 12 mois et l'étude des variations saisonnières des gaz du sol. Des tubes en nylon ont également été rencontrés pour ce type d'application.

La purge minimale a été fixée à 3 volumes du système de prélèvement comprenant la chambre de mesure à l'extrémité de la ligne et le volume du tubage. Le volume de l'espace poreux de la zone de prélèvement de gaz n'est pas compris, ce qui suppose un équilibre du sable de la chambre de prélèvement avec le sol environnant. Cet équilibre est supposé atteint après une durée d'équilibre de 3 semaines a minima, (EPA 2010, 600R -10-118). Du fait du faible volume de purge (quelques millilitres), celui-ci peut être réalisée par une seringue.

L'influence du volume de purge et du volume de prélèvement a été étudiée sur les deux types d'ouvrages.

Outre l'influence du volume de purge, l'influence du volume d'échantillonnage a également été étudiée. L'étude conclut à la faible variation des résultats pour les volumes de purge et d'échantillonnage compris entre le minima et 1 l. Au-delà, une diminution des concentrations a été observée, en particulier pour un volume de 6 l, indiquant que le remplissage de canister de 6 l apparaissait peu approprié pour les sols pollués étudiés.

L'étude a pris en compte des variations du débit de purge de 100 ml/min à 4l/min, et une variation du volume de purge et du volume d'échantillonnage d'un facteur 50 (respectivement 600).

Des soucis de représentativité ont été rencontrés lors de l'utilisation de micro-purge sur des lignes de tubes particulièrement fins de type capillaire (0,25 mm de diamètre) (EPA, 2010). Certains dispositifs décrits s'apparentent à ceux utilisés en suivi de pilote pour le prélèvement des eaux interstitielles. La récupération de gaz du sol peut ainsi être contrariée par l'aspiration de l'eau interstitielle.

Des données de comparaisons provenant de D. DiGiulio (D. DiGiulio (2006), EPA/600/R-06/11) montrent une correspondance relativement bonne entre la méthode de type direct-push, la mise en place manuelle ponctuelle de sonde et les piézairs.

3.2.3 Prélèvements de gaz du sol à l'interface sol-air : mesure par chambre

3.2.3.1 Chambre statique avec analyse en ligne

Champ d'application

L'application type est l'investigation des flux de gaz du sol aux moyens de la multiplication de mesures ponctuelles de flux surfaciques en permettant un suivi en direct de l'enrichissement en gaz du sol et donc une optimisation de l'échantillonnage.

Principe

Ce type de chambre permet de suivre par accumulation les flux ponctuels de gaz du sol à l'intérieur d'une enceinte étanche et donc de suivre les éventuelles fluctuations des flux de gaz du sol. La limite de détection est liée au ratio surface/volume de la chambre et à l'analyseur utilisé.

Ce type de chambre a fait l'objet de nombreuses variantes et améliorations pour permettre une mesure plus ou moins ponctuelle, rapide et représentative des flux de gaz du sol.

Un exemple de ce type de chambre est présenté ci-dessous (cf. Figure 6, Figure 7). Cette chambre à accumulation et à recirculation externe, a été développée par l'INERIS [Pokryszka et Tauziède, 1999]. Cette technique a été conçue au départ pour la détection du méthane émanant des décharges et des sites miniers puis a été adaptée à la mesure de COV en limitant l'adsorption sur les parois du dispositif (Malherbe & al., 2003).

Elle mesure 50 cm de côté. Elle est installée de façon à couvrir la surface de sol le plus hermétiquement possible, sans modifier le milieu. Le concept du dispositif a été breveté (brevet Français n°96-05996 et brevet Européen n°EPO807822B1).

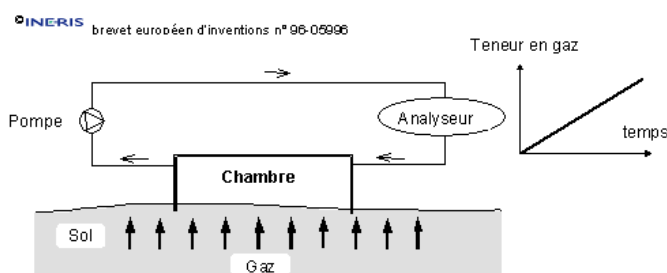


Figure 6 : Schéma du dispositif de chambre à recirculation breveté par l'INERIS



Figure 7 : Dispositif de chambre à recirculation en acquisition continue par FID (Telegon), PID et IR (Ecoprobe) pour le suivi en continu des émissions de COV, CH₄, CO₂ et COVT

Mise en œuvre et recommandations

La mise en œuvre suppose l'établissement a priori d'un plan d'échantillonnage adapté celui-ci pouvant être rendu plus dense de part la mesure quasi directe des flux.

Le signal lié à la mesure par l'analyseur est enregistré à un pas de mesure de l'ordre de quelques secondes sur une durée de plusieurs minutes, pour permettre l'estimation de la pente d'enrichissement en composés analysé. Cette pente est multipliée par le ratio de chambre (surface couverte/volume de la chambre) pour permettre l'estimation du flux surfacique.

Les contraintes suivantes sont rencontrées pour la mise en place:

- surface plane exempte de végétation (ou disposant d'une végétation rase) permettant la mise en place de la chambre ;
- gradient barométrique limité et suivi de celui-ci, ainsi que de la température de l'air (et éventuellement de la surface du sol) ;
- vitesse du vent non excessive et suivi de celle-ci.

La multiplication des mesures ponctuelles et l'utilisation d'outil géostatistique (krigeage) peut permettre d'estimer les flux totaux émis par la surface investiguée dans le cas de répartition relativement homogène des flux (nécessité de stratifier l'échantillonnage des flux ponctuels selon les caractéristiques du sol, de la source et de sa surface).

3.2.3.2 Chambre statique à mesure intégrative

Champ d'application

Cette méthode permet la recherche de composés en plus faibles teneurs ainsi que de composés pour lesquels l'analyse en ligne n'est pas possible.

Principe

La chambre intégrative repose sur le principe de la récupération des vapeurs sur un adsorbant, au moyen d'un système de pompe (cf. Figure 8) puis d'une analyse en laboratoire de celui-ci. L'intégration d'un volume de gaz permet d'obtenir des seuils de quantification plus faibles, de l'ordre de $1 - 5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ pour un volume de gaz prélevé d'au moins 30 litres dans la chambre (alors que les chambres à flux utilisées en suivi continu utilisent des analyseurs portables de seuil de quantification plus proches de $0,5 \text{ mg}/\text{m}^3$).

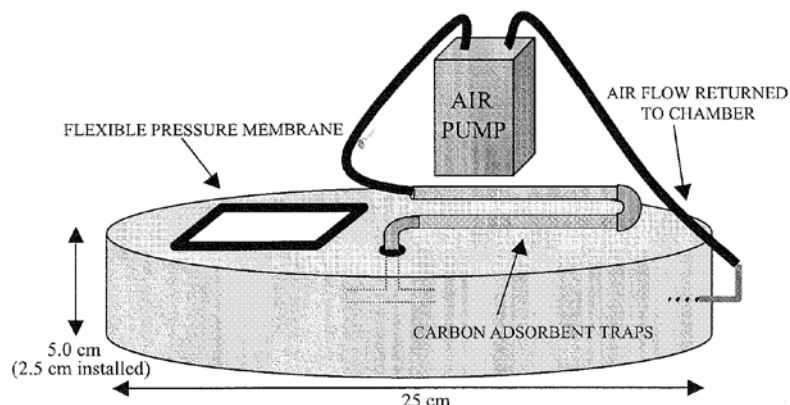


Figure 8 : Chambre et mesure intégrative sur adsorbant (Tilman et al, 2004)

Dans le cas de la recherche de traces, les parois de la chambre peuvent être recouvertes de Téflon pour limiter l'adsorption (Tilman et al., 2004). La chambre fonctionne en circuit fermé avec un dispositif d'adaptation à la pression atmosphérique (membrane flexible) ou avec un dispositif de contrôle de pression (Jellali, 2000 ; Jellali et al., 2003). Dans ce dernier cas, des points de piquage permettent également des contrôles ponctuels de l'atmosphère par un analyseur.

Mise en œuvre et recommandations

Les contraintes de mise en œuvre sont les mêmes que pour la chambre statique, avec une contrainte supplémentaire concernant le choix de l'emplacement de l'échantillonnage des flux, du fait de l'absence de mesure directe. Des mesures directes de la teneur en gaz du sol dans la chambre sont souvent nécessaires pour pouvoir estimer la durée du prélèvement dans le but d'optimiser l'usage des supports d'échantillonnage des gaz du sol.

Les compatibilités des matériaux de la chambre avec les produits recherchés ainsi que l'étanchéité de celle-ci sont à vérifier avant de réaliser une interprétation des valeurs de flux.

3.2.3.3 Chambre à balayage

Champ d'application

La chambre dynamique a été conçue pour reproduire le balayage du sol par le vent, permettant ainsi une diffusion accrue des gaz du sol vers l'atmosphère. Du fait de sa mise en place moins rapide, elle suppose d'avoir localisé en préalable les zones de flux.

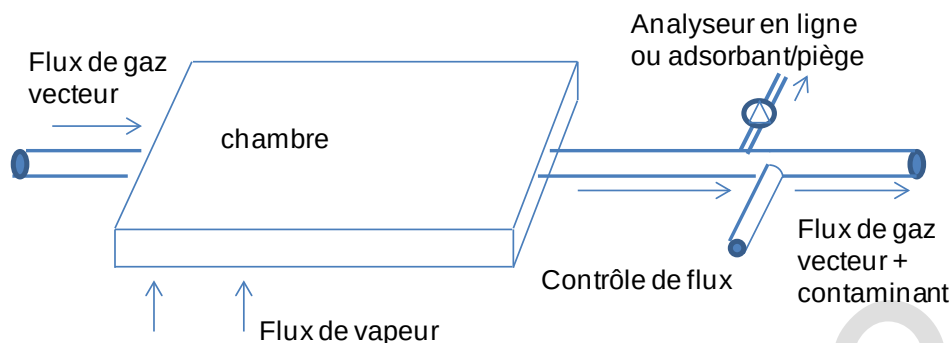


Figure 9 : Schéma de principe de la chambre dynamique à balayage d'après Pokryska & al, 1995

Principe

Une partie majeure des gaz du sol balayant la surface est recueillie sur une sortie de la chambre (cf. Figure 9). Les teneurs en polluants dans le flux sortant sont mesurées, le plus souvent au moyen de dispositifs intégratifs, tel que les tubes adsorbant ou pièges. Un suivi concomitant de la teneur globale en COV peut permettre d'évaluer la durée de prélèvement, qui est limitée essentiellement par l'approvisionnement en gaz inerte (azote) et par la disponibilité de l'opérateur.

Mise en oeuvre et recommandations

Cette chambre nécessite l'établissement d'un régime d'écoulement stationnaire à la surface du sol. Les mesures durent généralement 2 à 3 heures, afin de permettre de récupérer suffisamment de gaz (soit des volumes de plus de 30 l sur support), ce qui permet de mesurer des flux surfaciques faibles, tout en recherchant des composés spécifiques.

3.3 Supports d'échantillonnage des gaz du sol

Ce chapitre aborde successivement les supports d'échantillonnages suivants : sacs ou poches souples, conteneur rigide, tube pour mesure intégrative, Canister.

De manière générale il faut prévoir, en outre des échantillons de gaz du sol, le prélèvement de blancs de terrain et des échantillons de gaz atmosphériques, qui sont particulièrement utiles lors de travaux dans des zones confinées ou soumises à des contaminations (tel que des ateliers de fabrication).

3.3.1 Échantillonnage sur sacs ou poches souples

Champ d'application

Le sac représente le moyen le plus simple et le moins coûteux d'échantillonner des volumes de gaz de plus de 50 ml.

Principe

Le sac est équipé le plus souvent d'un dispositif de vanne qui permet d'assurer une certaine étanchéité à la poche de gaz. Des pertes de gaz par adsorption, condensation ou diffusion sont néanmoins possibles et la durée de conservation recommandée est de quelques jours.

Les sacs les plus utilisés comprennent les sacs à enveloppe en polymère relativement inerte vis-à-vis des COV, tels que les sacs en Mylar®, Tedlar® ou téflon FEP. Ces sacs peuvent également être utilisés pour le stockage temporaire des gaz du sol dans le cas de sol peu perméable. Ces sacs permettent le recueil d'échantillon de gaz allant de quelques dizaines de ml à plusieurs dizaines de litres.

Du fait des risques d'adsorption des gaz sur l'enveloppe interne du sac, en particulier dans le cas d'analyses de traces, ce type de prélèvement apparaît moins approprié pour les faibles teneurs, à moins de pouvoir utiliser des sacs de gros volume (5 l et plus).

Mise en œuvre et recommandations

L'échantillonnage de l'air du sol est réalisé le plus souvent en sortie de pompe. Le volume de prélèvement est déterminé en fonction du seuil de quantification souhaité pour une analyse des gaz en laboratoire. Un volume de gaz minimal est également requis pour les analyseurs de terrain. Le prélèvement en sac doit idéalement être conservé à une température faible et constante, à l'abri de la lumière.

L'utilisation d'un blanc de terrain est recommandée, ainsi que celle d'un blanc analytique dans le cas de la réutilisation de sac.

3.3.2 Echantillonnage sur conteneur rigide de volume limité (< 1 l)

Champ d'application

Le vial ou le conteneur rigide de faible volume muni d'un septum permet idéalement l'analyse directe par un dispositif automatisé de laboratoire.

Principe

Des seringues, vials ou ampoules en verre peuvent être utilisés pour le prélèvement de gaz du sol. Les ampoules en verre sont munies de robinets de téflon et de septum. Ces dispositifs sont particulièrement utiles dans le cas des sols peu perméables, où le volume de gaz recueilli est très limité. Ces dispositifs sont utilisés pour des volumes de prélèvement de gaz généralement compris entre 1 et 60 ml pour les seringues et vials et entre 100 ml et 1 l pour les ampoules en verre.

Du fait des faibles volumes de prélèvement, les limites de détection sont souvent plus élevées que les autres modes de prélèvement et peuvent atteindre 500 microgramme/m³ pour les vials et seringues. L'intérêt de ces conteneurs est néanmoins triple :

- Ils permettent le piquage et l'injection pour une analyse directe en chromatographie gazeuse ;
- Ils occupent un volume faible et sont peu sensibles à l'adsorption ;
- Ils permettent de s'affranchir de toute incertitude concernant l'adsorption sur un support, notamment pour le chlorure de vinyle.

Ce type de vial est recommandé pour l'analyse du méthane, de l'éthène et de l'éthane dans les eaux souterraines (pack « M-E-E » des guides MACAOH (Come & al, 2006) sur l'atténuation naturelle des composés organochlorés aliphatiques dans les aquifères).

Mise en œuvre et recommandations

Ces conteneurs rigides nécessitent une attention particulière pour le maintien de l'étanchéité, par fermeture de la vanne de la seringue ou sertissage du vial.

Les prélèvements à la seringue doivent être effectués en amont de la pompe. Dans le cas de l'utilisation de vial équipé de septum, l'injection de 7 fois le volume du vial, en équipant celui-ci d'une aiguille de sortie pour l'effet de chasse et de renouvellement du gaz, est préconisé par l'INERIS.

L'utilisation d'un blanc de terrain est recommandée, ainsi que celle d'un blanc analytique dans le cas de la réutilisation des seringues.

3.3.3 Echantillonnage sur tubes pour mesure intégrative

Champ d'application

L'échantillonnage sur support (tubes) permet de doser une grande variété de polluants tout en permettant une intégration de volume important, difficilement atteignable avec des sacs souples. L'usage de volume élevé de prélèvement (> 20 l) permet d'atteindre des limites de quantification de l'ordre du microgramme/m³.

Principe

L'échantillonnage sur support des gaz du sol est peu différent de celui de l'air ambiant pour les mêmes composés recherchés. La principale difficulté provient de la difficulté d'accéder aux gaz du sol.

Le rapport INERIS DRC-10-109454-02386B¹ présente entre autre les supports de prélèvement mis en œuvre dans le cas d'une caractérisation de la qualité de l'air ambiant intérieur en relation avec une éventuelle pollution des sols par des substances chimiques volatiles et semi-volatiles.

Dans le cas de tubes ou autres supports adsorbants, les composés gazeux sont aspirés, à l'aide d'une pompe, à travers un support contenant un ou plusieurs lits d'adsorbant. Une fois le prélèvement terminé, les composés piégés sont extraits (thermo désorption, désorption chimique, etc.) pour analyse.

L'annexe 4 présente les types de supports disponibles pour les différentes classes de substances chimiques.

Les principaux supports utilisés pour les COHV comprennent (INERIS, 2010):

- les carboxen (support carboné) ;
- le Tenax TA (résine à base de polymères) ;
- les mélanges d'adsorbant : Carbopack C et B, Carbosieve SIII (Air Toxic, CT300...) ;
- les Carbosieve SIII, Carboxen 1000, Carbosphere (supports de type tamis moléculaire de carbone ...), recommandés pour les chlorométhane et chlorure de vinyle (composés légers) ;

¹ Ce rapport présente également des recommandations concernant la ligne de prélèvement (flexibles, raccords, notamment en termes de matériaux).

- les Carbopack B, Carbopack X, Carbotrap B, Carbograph 4 ou 5 (supports de type carbones graphités) recommandés pour les composés "lourds" (à partir du dichloro-éthane) ;
- le charbon actif

Dans le cas des BTEX, les Carbotrap, Carbopack B, Carbopack X, Carbograph 4 suivant sont souvent utilisés (INERIS, 2010).

Mise en œuvre et recommandations

La mise en œuvre de ces tubes est le plus souvent réalisée en amont de pompes à débits calibrés. Elle peut aussi être réalisée en sortie d'analyseur non destructif (PID, IR).

Il convient de noter les débits, type de pompes et références, date de démarrage et de fin de pompage pour obtenir des volumes pompés (cf. Fiche de prélèvement de gaz du sol en annexe 2). Les volumes prélevés varient généralement d'une fraction de litre pour les concentrations attendues fortes à quelques dizaines de litres pour les concentrations faibles, en fonction de la limite de détection et de quantification recherchée. La connaissance de la pression et de la température lors de l'échantillonnage permet de corriger les volumes de gaz prélevés et de ramener ceux-ci aux conditions normales de température et de pression.

Suite à l'analyse, la masse de substances chimiques, exprimée le plus souvent en microgrammes, relative à un adsorbant permet de déduire la concentration du gaz de départ, de part la connaissance du volume pompé.

Il convient de noter que les capacités d'adsorption et de conservation des supports dépendent :

- de la présence d'autres composés organiques (compétition entre composés vis-à-vis de l'adsorbant) ;
- de l'humidité qui peut diminuer l'efficacité de l'adsorption. Dans ce cas, il est nécessaire de prévoir un séparateur d'eau en amont du circuit ;
- de la température ambiante et de celle rencontrée lors du transport vers le laboratoire. Un transport des supports à l'abri de la lumière et en glacière réfrigérée (4°C) est conseillé.

Il convient de vérifier :

- les volumes de pompage, afin de s'assurer de l'absence de percée des supports Les volumes de perçage (saturation) des composés chlorés sont variables selon les supports.
- les débits de pompage et leur stabilité. Ceux-ci sont limités selon le type de support utilisé (TEC de l'ingénieur, analyse des COV en trace dans l'air) :
 - o tube de 3 mm de diamètre : débit maximum de 150 ml/min ;
 - o tube de 4 mm de diamètre : débit maximum de 250 ml/min.
- le caractère inerte et la faible adsorption de la connectique utilisée ;
- la prise de « blanc » de site et de « blanc analytique ».

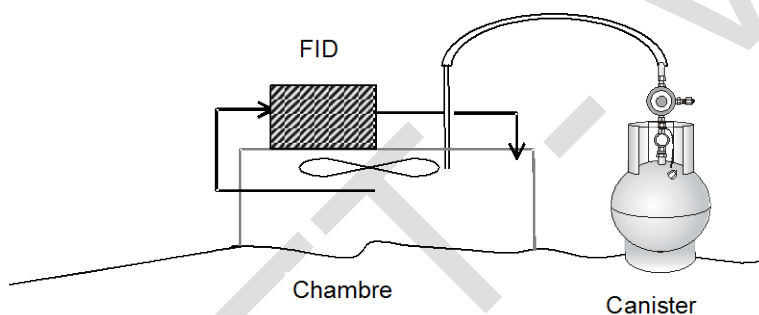
3.3.4 Echantillonnage sur supports de type Canister

Champ d'application

L'utilisation du canister (cf. Figure 10) permet de s'affranchir notamment des contraintes analytiques liées à une concentration trop élevée ou très faible (qui pose problème avec les supports à adsorption (perçage de support, polluant s'adsorbant mal (CV, DCE) (INERIS, 2010).

Principe

Le canister est une enceinte en acier traitée (passivée intérieurement) pour éviter l'adsorption des composés sur les parois de l'enceinte, d'un volume de 1 à 6 litres. Cette enceinte réutilisable, est préalablement nettoyée, le niveau du blanc est vérifié, puis le canister est mis sous vide juste avant d'être expédié sur le terrain. Ce vide permet le remplissage sur le terrain à partir de l'ouverture d'une vanne. Cette vanne peut être équipée d'un contrôleur de débit (veriflow®) permettant le remplissage à un débit de consigne. Le remplissage des canisters sur le terrain est contrôlé par le manomètre équipant ceux-ci.



L'analyse en continue du gaz permet de vérifier la qualité du prélèvement des gaz du sol

Figure 10 : Canister utilisé sur une des prises d'air d'une chambre à flux.

Au retour au laboratoire, l'échantillon est généralement prélevé par pompage du canister vers un tube d'adsorbant, lequel est ensuite analysé par thermo désorption/ chromatographie en phase gazeuse/détecteur à ionisation de flamme (pour les BTEX).

Cette méthode permet de rechercher sur le même prélèvement d'air : le chlorure de vinyle, les BTEX : benzène, toluène, éthylbenzène, xylènes, ainsi que le trichloréthylène et le tétrachloréthylène. Les limites de quantification sont comprises, selon les composés, entre 0,3 et 2 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.

Mise en œuvre et recommandations

La documentation de l'heure d'ouverture et de fermeture de vanne, du vide initial (pression), du débit du contrôleur est nécessaire. Des préconisations sur le débit (débit maximal de 200 ml/min) existent (US EPA, 2010).

La mise en œuvre des canister suppose de disposer de sols suffisamment perméables pour éviter une mise en dépression trop élevée, ou d'un volume suffisant de gaz disponible (chambre

de mesure de flux surfacique, sac Tedlar). L'utilisation de poches de gaz (de type sac Tedlar®) peut être une alternative dans le cas de sols trop peu perméables.

De par leur mode de fonctionnement, les Canisters doivent être utilisés sur le terrain peu de temps après leur préparation (mise sous vide notamment) et doivent donc aussi être analysés rapidement après le prélèvement (généralement sous quelques jours à une semaine), ce qui peut impliquer certaines contraintes logistiques par rapport aux autres supports. Par ailleurs, la température et l'altitude ont une influence sur le réglage du débit qui peut être réduite par l'utilisation de régulateur de flux tels que les vannes Veriflo®. La diminution du débit des vannes Veriflo® avec l'augmentation de température a été mesurée par le fabricant et reste très faible. Des conditions exceptionnelles de température ou d'altitude doivent être signalées au laboratoire (INERIS, 2010).

L'utilisation d'un blanc de terrain est recommandée, du fait de la possibilité de la recherche de composés en traces avec ce type de support (et éventuellement d'un blanc analytique pour la vérification du bon nettoyage des canisters).

3.4 Analyse des gaz sur site

Ce chapitre aborde successivement les analyses des gaz sur site

- non spécifiques (PID, FID, IR) ;
- spécifiques (tubes colorimétriques, chromatographe de terrain).

3.4.1 Analyse non spécifique des gaz par photoionisation (PID)

Champ d'application

L'analyseur de type PID permet une analyse rapide mais non discriminante d'une grande variété de composés chimiques.

Principe de la méthode

L'analyse repose sur l'utilisation d'une lampe délivrant des ultraviolets, permettant d'ioniser le contaminant concerné (cf. Figure 11). Cette ionisation se produit si le potentiel d'ionisation de la molécule est plus faible que celui de la lampe équipant le détecteur. Des lampes de 9,8 eV, 10,2 eV, 10,6 eV, 11,7 eV et 11,8 eV existent, mais les fournisseurs offrent pour la plupart un choix limité de lampes, soit le plus souvent au plus deux ou trois possibilités d'équipement.

Les lampes les plus utilisées sont les lampes à 10,6 eV.

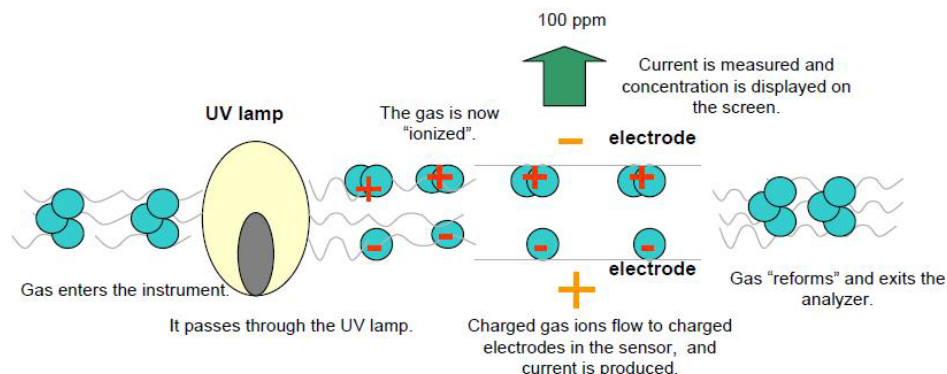


Figure 11 : Principe de la photo-ionisation, d'après le manuel de l'Ecoprobe® 5

Chaque fabricant fournit des tables reportant les potentiels d'ionisation d'une sélection de contaminants.

La gamme des composés pouvant être analysés est assez large et comprend les composés aromatiques, les cétones et aldéhydes, les amines et amides, les composés chlorés, les composés soufrés et mercaptans, certains composés inorganiques (ammoniac, arsine, acide nitrique,...).

Ces potentiels d'ionisation peuvent être calculés ou mesurés. A chaque contaminant est ainsi affecté un facteur de réponse en fonction de la lampe utilisée (RAE, technical note TN-106).

L'utilisation de plusieurs lampes peut permettre de distinguer des polluants dans le cas d'un mélange peu complexe de polluants, présentant deux ou trois contaminants majoritaires présentant des facteurs de réponse différents.

La sensibilité de la mesure dépend du mode utilisé. La sensibilité « standard » est de l'ordre de 0,1 ppmv, pour une gamme s'étendant à plusieurs milliers de ppmv. Un mode de détection plus sensible peut exister et permettre une détection de l'ordre de 10 ppbv. Le milieu ambiant générant les plus souvent un bruit de fond de l'ordre de plusieurs dizaines à centaines de ppbv, du fait de l'absence de sélectivité de la mesure, l'utilisation de ce mode est généralement réduite.

La réponse de l'appareil est très rapide (cadence d'une mesure par seconde atteinte). 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).

Globalement les essais réalisés par l'INERIS en 2011² sur 5 PID de fabricant différent montrent que la réponse des détecteurs est réduite avec l'augmentation de la température et de l'humidité, et cette influence de l'humidité est d'autant plus marquée que la température est élevée.

Si le temps de réponse de l'analyse PID est rapide (inférieur à 5 secondes le plus souvent), le temps de récupération peut être beaucoup plus long : il a atteint ainsi une durée de plus de 2 heures sur un des 5 appareils testés à l'INERIS (INERIS, 2011) pour une exposition à des COV, à une concentration de quelques centaines de ppmv.

Une quantité de gaz équivalente à au moins une minute de mesure (soit 0,6 L pour le Mini RAE) est nécessaire pour les mesures en sac souple afin d'éviter une mise en dépression trop rapide (RAE, technical note TN-106).

Mise en œuvre et recommandations

La calibration de l'appareil 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. L'utilisation de facteur de conversion suppose que le gaz soit constitué d'un composé qui fournit l'essentiel de la réponse à la photo-ionisation.

Une calibration multipoint par l'utilisateur peut être disponible sur certains appareils (dont HNU®), ce qui permet de s'affranchir de la conversion des facteurs de réponse.

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.

Certains appareils offrent également le choix de la période d'intégration du signal et du pas de temps de la sauvegarde des mesures.

La maintenance courante et préventive comprend le nettoyage de la tête et éventuellement le changement des lampes.

Les lampes à énergie plus élevées (11,7 eV et 11,8 eV) ont des durées de conservation et d'utilisation plus réduites, limitées à quelques mois et quelques centaines d'heures de mesures (quelques années et quelques milliers d'heures de mesures pour les lampes « classiques »).

Une adsorption et une saturation de la chambre de mesure interne au PID est possible lors de la mesure de fortes concentrations. Un nettoyage par circulation de gaz « propre » est préconisé entre la mesure de gaz fortement concentrés en molécules ionisables.

² Rapport INERIS DRA-11-117743-08538A du 3/11/2011

3.4.2 Analyse non spécifique des gaz par ionisation de flamme (FID)

Champ d'application

L'analyseur de type FID permet une analyse relativement rapide mais non discriminante des hydrocarbures au sens large et du méthane.

Principe de la méthode

L'ionisation de flamme utilise une flamme d'hydrogène pour ioniser les composants organiques passant par la flamme (cf. Figure 12). Le gaz à analyser est amené dans un brûleur régulé en température. Les ions formés dans la flamme sont collectés à une électrode, formant un courant qui est amplifié et convertit en un signal, exprimé le plus souvent en ppmv d'équivalent méthane. Ce courant est proportionnel au nombre d'atomes de carbone présent dans les composés à analyser. La flamme d'hydrogène possède un potentiel d'ionisation supérieur à la photo-ionisation (potentiel d'ionisation de 15,5 eV).

Certains appareils portables disposent d'une ligne chauffée ou d'un four permettant de réaliser la mesure dans un air humide de façon plus fiable. Un filtre hydrophobe est également souvent présent sur les appareils portables.

Une distinction entre composés méthaniques/non méthaniques peut être disponible sur les appareils.

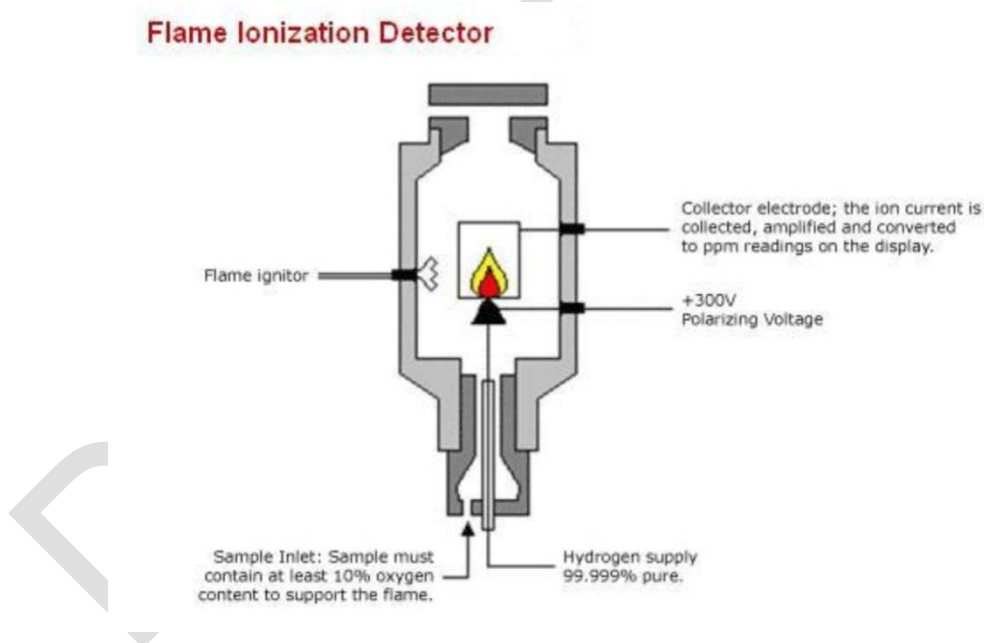


Figure 12 : Principe de l'ionisation de flamme d'après le tutorial d'equipcoservices.com

Ce type de mesure est employé principalement pour la recherche de méthane, de vapeur d'hydrocarbures et de COV. La cadence de mesure est variable selon les appareils, entre 0,5 et 120 secondes pour les appareils portables, avec un temps de réponse moyen de 3 secondes.

La calibration de l'appareil est le plus souvent réalisée en usine, avec comme référence le méthane. La réponse du FID dépend du nombre d'atomes de carbone présent dans la molécule.

Mise en œuvre et recommandations

En préalable à une utilisation de l'analyseur, il est nécessaire de démarrer la phase de réchauffage de l'appareil, qui peut durer de quelques minutes à 30 minutes.

Une phase de calibration sur un air sec constitue la première étape. La calibration nécessite de disposer d'un air « propre » et d'une bouteille de gaz de gaz étalon permettant la combustion de ce gaz. Cette calibration peut être nécessaire lors de chaque remise en marche de l'appareil, du fait d'une dérive propre à chaque appareil.

Le temps de réponse relativement court (3 secondes en moyenne) permet une utilisation avec une canne de « reniflage », en criblage de source.

Les principales difficultés d'analyse rencontrées dans le cas de la mesure des gaz du sol concernent :

- la durée assez longue de réchauffage de l'appareil en ambiance froide (environ 30 minutes) ;
- la sensibilité aux taux d'humidité des gaz du sol, pouvant nécessiter un assèchement des gaz (délicat à réaliser sans adsorption) ;
- la nécessité de disposer d'un air du sol suffisamment riche en oxygène, pour les appareils ne disposant pas d'une entrée complémentaire de gaz pour la combustion de la flamme d'hydrogène.

La maintenance consiste à changer le filtre hydrophobe (tous les 6 mois pour l'autofim II ® de Telegan) ainsi qu'à s'assurer de l'alimentation en hydrogène (vérification de la pression de la bouteille d'hydrogène).

Une large gamme d'appareils portables est disponible : TVA-1000A/B de Thermo Environmental, MicroFID de Photovac, Gas-Tech de Telegan, ainsi que de nombreux appareils proposés sur rack de 19 pouces. La gamme de mesure s'étend généralement de 0 - 10 000 ppmv à 0 - 100 000 ppmv.

La sensibilité varie fortement selon les appareils, de 15 ppbv pour les plus sensibles à 500 ppbv pour les moins sensibles, avec une moyenne de 100 ppbv. La transportabilité varie également fortement : on distingue ainsi des appareils transportables, de plus de 10 kg, des appareils portables pouvant atteindre un poids limité à environ 4,2 kg (Autofim II de Telegan).

L'autonomie, comprise le plus souvent entre 8 et 40 heures, est limitée par la batterie de l'appareil et par la taille de la bouteille d'hydrogène sous pression utilisée.

3.4.3 Analyse non spécifique des gaz par spectrophotométrie infrarouge (IR)

Champ d'application

L'analyseur de type IR permet une analyse relativement rapide et pouvant être discriminante avec l'adoption de sources/filtres adéquats. Elle a été historiquement utilisée pour la recherche du méthane et le CO₂.

Principe de la méthode

La mesure repose sur l'absorption en infrarouge des contaminants recherchés. La spectrophotométrie infrarouge constitue un secteur de l'analyse en plein essor. La sensibilité, la sélectivité et la précision de ce mode d'analyse sont en effet fortement améliorées par des développements récents utilisant des sources lasers et des chemins optiques repliés au sein de cellule. La plupart des matériels portables disponibles utilisent néanmoins des dispositifs plus classiques de mesure, avec une sélectivité variable : la mesure du méthane peut ainsi correspondre à une absorption des liaisons C-H présentes dans de nombreux composés aliphatiques.

Dans le cas de l'Ecoprobe® 5, les radiations infrarouges d'une source à large spectre sont détectées après le passage au travers de filtres (cf. Figure 13). L'atténuation de la réponse est mesurée et constitue le signal proportionnel à la concentration du gaz. La spectrophotométrie infrarouge est utilisée pour la mesure des hydrocarbures, du méthane et du CO₂. Cet appareil dispose également d'un détecteur de type PID, permettant ainsi la détection de tous les composés de type COHV et HCT, avec toutefois un seuil de détection plus élevé pour la détection IR.

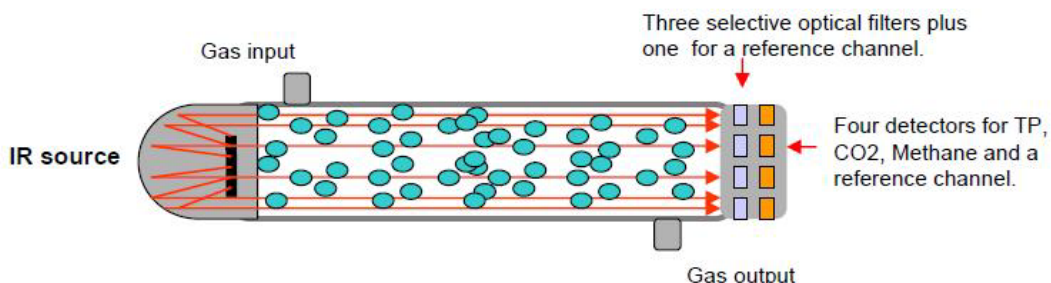


Figure 13 : Schéma de l'analyseur à 4 canaux de l'Ecoprobe® 5.

L'analyse des gaz par absorption infrarouge est disponible sur de nombreux détecteurs d'atmosphère de travail mais également sur des analyseurs dédiés aux mesures de gaz du sol, sur site (Ecoprobe® 5) ou in situ (GasClam®), et elle est principalement utilisée pour la mesure des concentrations en méthane et CO₂.

La limite de détection est d'environ 50 ppmv pour l'Ecoprobe® 5, mais elle varie selon le type de calibration demandé (pour les gammes de valeurs faibles ou hautes). La gamme de mesures de ce type d'analyseur est assez large et peut atteindre 0 - 100% en volume, avec un seuil de détection de généralement 0,01 à 0,1%. La précision obtenue est d'environ 0,5% à 1%.

La réponse de ce type d'analyseur est rapide (de l'ordre de la seconde) et permet l'utilisation en criblage de source.

Dans le cas de l'Ecoprobe® 5, un canal supplémentaire non utilisé par la mesure de gaz permet de s'affranchir de certains artefacts liés à la variation de paramètres de l'environnement, au dépôt de poussières et à l'influence de l'humidité. L'utilisation d'un filtre pour les poussières est néanmoins fortement recommandée.

L'application de ce type de matériel est le suivi des gaz du sol. Du fait de la mesure concomitante du méthane et du CO₂, ce type de détecteur permet d'estimer la production de métabolites finaux dans le cas d'une atténuation naturelle en place.

Il existe des appareils de spectrométrie infrarouge à détection photo-acoustique, plus complexes et sélectifs, qui utilisent l'absorption d'une longueur d'onde spécifique qui correspond à la fréquence de résonance des composés visés. L'énergie incidente de type infrarouge est modulée ce qui engendre une pression acoustique modulée qui est détectée par un microphone à haute sensibilité. Les analyseurs multigaz INNOVA 1312, 1412 représentent ces types d'appareil. Ils permettent d'analyser en simultané 1 à 5-6 composés en fonction des interférences d'absorption dans l'infra-rouge.

Les avantages de cette méthode sont une grande sensibilité, souvent inférieure au ppmv, une stabilité de la mesure, une grande dynamique de mesure (5 - 6 ordres de grandeur), un volume de cellule réduit limitant de volume de gaz du sol nécessaire.

Néanmoins, malgré les précautions prises, la plupart des gaz absorbent sur une large bande du spectre infrarouge, engendrant des interférences résiduelles entre les canaux et donc concernant la réponse pour les composés recherchés. Du fait des corrections nécessaires, le temps de réponse dépend du nombre de composés à analyser.

Mise en œuvre et recommandations

La mesure est directe, avec un choix de débit de pompage (0,25 à 4 l/min, Ecoprobe® 5), et de la fréquence d'échantillonnage (Ecoprobe® 5, Gasclam®).

La réalisation d'une mesure en atmosphère « propre » peut être nécessaire lors du démarrage de l'appareil, cela suppose de disposer d'un filtre de charbon actif ou d'air non contaminé.

L'autonomie est limitée seulement par la durée de la batterie. Celle-ci atteint une journée pour l'Ecoprobe® 5 et environ 3 semaines pour le Gasclam®.

Les facteurs de réponse par composés ne sont pas renseignés par les constructeurs pour ce type d'analyseurs car ils dépendent des choix des constructeurs, et ne sont ainsi pas généralisables. L'erreur peut atteindre 1 % de la gamme de mesure.

Une vérification de l'étalonnage (6 mois – 1 an) est nécessaire pour la plupart des appareils. Elle peut comprendre un nettoyage de la chambre de mesure. Cet étalonnage est réalisé la plupart du temps sur une partie seulement de la gamme de mesure, engendrant une non linéarité sur les faibles ou fortes valeurs, en fonction du choix du constructeur ou de l'utilisateur.

La maintenance préventive consiste au changement d'un filtre et au nettoyage de la chambre de mesure qui peut s'encrasser assez rapidement malgré la présence recommandée de filtre à poussières sur la ligne de prélèvement de gaz du sol. Le changement de ces filtres et des tubes flexible est également nécessaire dans le cas de composés susceptibles de s'adsorber.

Dans le cas de la détection photo-acoustique, la mise en œuvre est très proche de celle concernant la détection classique infrarouge, du fait du même principe de mesure, avec cependant un temps de réponse plus long.

Du fait de la bonne stabilité de mesure, les étalonnages sont également limités.

3.4.4 Analyse spécifique des gaz par tubes colorimétriques

Champ d'application

Historiquement, cette méthode a permis d'accéder à une évaluation semi quantitative rapide et simple des concentrations en contaminants des gaz pour de nombreux types de composés volatils.

Principe

Ces tubes réactifs présentent une indication directe de la concentration par virage de la coloration, sur une longueur ou une intensité de coloration (cf. notice des tubes Dräger)

La sélectivité est variable selon le type de tube utilisé. Il est également nécessaire de connaître a priori la gamme de concentration rencontrée.

Ces tubes sont utilisés avec une pompe à soufflets manuelle d'un volume de course connue ou par une pompe électrique calibrée.

Mise en œuvre et recommandations

La mise en œuvre de ces tubes est rapide. Elle consiste essentiellement à connecter le tube ouvert à une pompe à main (ou électrique spécifiée par le fabricant) par une des deux extrémités du tube, le sens de circulation des gaz étant indiqué par une flèche.

Le volume de gaz devant circuler est indiqué généralement par le nombre de coup de pompe manuelle.

Le principal inconvénient de ces tubes est représenté par la réponse pas toujours spécifique, avec une possibilité de faux positifs et négatifs en fonction des contaminants existants.

Les tubes réactifs permettent une mesure directe sur une échelle dépendant du nombre de coup de pompe à main réalisé, le plus souvent compris entre 1 et 20. La lecture est directe dans le cas de tube raccordé à la sortie de la canne utilisée (elle est différée dans le cas de tube placé en tête de canne).

La précision de lecture étant limitée, l'erreur de mesure est liée principalement à l'échelle de lecture. Le résultat de la mesure est considéré le plus souvent comme un résultat de screening, différent d'un résultat de mesure.

3.4.5 Analyse spécifique par chromatographe de terrain

Champ d'application

Le chromatographe de terrain est nécessaire pour identifier et doser sur site la présence de composés spécifiés parmi les gaz du sol.

Principe

L'objectif de la chromatographie de terrain est de disposer d'une technique séparative permettant de doser successivement les composés à analyser en utilisant un détecteur idoine.

La séparation est réalisée par une rétention plus ou moins forte au moyen d'une colonne adaptée au type de polluant recherché. Ainsi, dans le cas de COHV, un micro-chromatographe portable μ GC P200H Agilent Technologies (colonne microbore OV1 de 14 m de long, 0,1 mm de diamètre, μ m d'épaisseur de phase stationnaire) permet de séparer le cis-1,2-dichloréthylène (temps de rétention TR = 68s) du trichloréthylène (TR = 82s), et du tétrachloréthylène (TR = 112s) (Ademe, 2009).

Mise en œuvre et recommandations

La première étape est constituée par l'étalonnage du micro-chromatographe : celui-ci peut être étalonné pour chacun des polluants à l'aide de sacs Tedlar contenant un gaz étalon des polluants recherchés et d'un volume de 2 litres (Ademe, 2009).

Il convient sur site de s'assurer de la stabilité de la mise en température de la colonne pour les chromatographes de terrain nécessitant d'atteindre une température de consigne. Une colonne courte à température ambiante existe sur certains matériels (Autofim II GC).

Le calcul de la concentration instantanée en polluant est réalisé par l'appareil en multipliant l'aire du pic chromatographique par la pente de la droite d'étalonnage, pour le composé étudié.

Une analyse par spectrométrie de masse en laboratoire peut être utile pour confirmer les pics observés sur site.

La description du système utilisé (colonne de séparation, type de détecteur), de l'étalonnage réalisé, des limites de détection sont importantes du fait de l'usage de contrôle de ce type d'appareil. L'erreur de mesure doit être évaluée par des répliquats d'échantillons.

4. ILLUSTRATIONS

Les illustrations présentées proviennent des investigations réalisées par le BRGM (site de cokerie, site 1, 3 et 3 bis ATTENA) et par l'INERIS (site 1 bis ATTENA).

L'atténuation naturelle est présente à des degrés divers sur les différents sites : la cartographie des anomalies en CO_2 présentées sur les sites de cokerie et sur le site 3 bis d'ATTENA fournit des indices de la présence des hydrocarbures et d'une dégradation aérobie de ceux-ci.

4.1 Site de cokerie : délimitation de la pollution en hydrocarbures par mesure de CO_2 dans les sols

Objectif

L'objectif est de tester la mesure du CO_2 des gaz du sol en tant qu'outil de délimitation de la pollution en hydrocarbures dans les sols, le CO_2 représentant le métabolite final en condition aérobie de la dégradation des hydrocarbures.

Equipement

La campagne de mesure du CO_2 in situ a été effectuée avec un micro-chromatographe en phase gazeuse de terrain (SRA P200) équipé d'une colonne PORAPLOT U de 6 mètres et d'une détection par un catharomètre. Le gaz vecteur utilisé est l'hélium.

Des trous de 3 cm de diamètre et 50 cm de profondeur sont forés à un pas de mesure de 20 m x 20 m. Une fois forés, les trous sont protégés en introduisant un tube en carton puis rebouchés pendant 24 h.

Ensuite, un sac en plastique de 1 litre est rempli en pompant les gaz à l'intérieur du forage à un débit de 1 L/min selon la norme XP X 31-613. Enfin le contenu des sacs plastiques est injecté dans le chromatographe et le CO_2 est analysé.

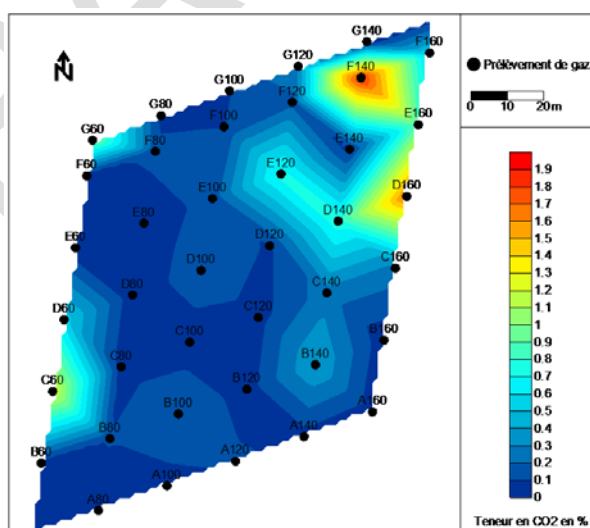


Figure 14 : Carte des anomalies de CO_2 sur le site

Résultats

Les résultats (Figure 14) montrent une anomalie principale de CO₂ au nord-est du site.

Consécutivement à cette campagne de mesure, et à un diagnostic géophysique dix sondages ont été implantés, dans des zones présentant des concentrations en CO₂ variées. Les sols ont été analysés (HAP, BTEX, Hydrocarbures totaux). Une nette corrélation a pu être mise en évidence entre les teneurs en polluants dans les sols et les anomalies de gaz détectées (Figure 15).

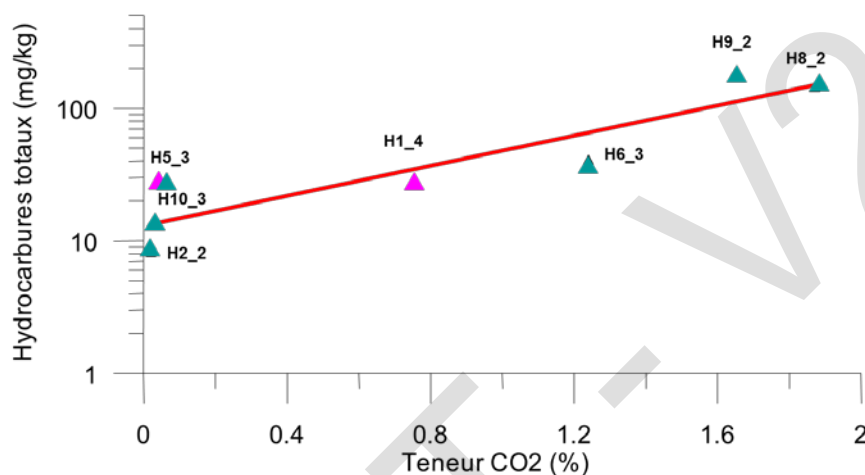


Figure 15 : Corrélation entre les teneurs en CO₂ et l'indice hydrocarbures totaux sur les sols

Conclusion

Les anomalies de teneur en CO₂ détectées permettent d'estimer l'importance de la contamination en hydrocarbures totaux. Le CO₂ utilisé en tant que marqueur de la dégradation permet également de localiser les sources d'hydrocarbures totaux.

4.2 Site ATTENA n°1 : Tests de mesures de gaz dans les piézomètres (en tête de puits)

Objectif

L'objectif de ce test était de :

- comparer l'efficacité des deux outils de terrain pour la détection des Composés Aromatiques Volatils (CAV) et des COHV en phase gaz,
- étudier la faisabilité de la mesure sur site des CAV et des COHV dans les eaux souterraines par comparaison entre la réponse du chromatographe de terrain et les résultats traditionnels en laboratoire (purge and trap, GC/MS),
- étudier la faisabilité de l'estimation de la pollution en CAV et COHV dans les eaux souterraines à travers la mesure des CAV en phase gaz en tête de puits,
- évaluer les pertes en polluants volatils dues au transport des échantillons d'eau jusqu'au laboratoire d'analyse.

Les tests ont été réalisés sur plusieurs piézomètres situés sur le site à l'aval de la zone source à savoir : PZ2C, PZ2L, PZ4bis, PZ4C, PZ11, PZ12, PZ13, PZ14, F5. Les piézomètres de la zone source n'ont pas été investigués, faute d'autorisation des propriétaires des terrains. Les piézomètres plus en aval, non impactés, n'ont également pas été étudiés.

Equipement

Deux analyseurs de gaz, permettant de réaliser des mesures sur site ont été utilisés au cours de cette étude :

- L'Ecoprobe 5 (Figure 16) : analyseur multi paramètres équipé d'une canne de prélèvement, d'une pompe intégrée, ainsi que d'un détecteur PID permettant la mesure des molécules ionisables (CAV, hydrocarbures insaturés, COHV) et d'un détecteur IR permettant la mesure séparée du méthane, CO₂, et vapeurs d'hydrocarbures totaux. Cet appareil permet la détection en screening des polluants volatils recherchés mais ne permet pas l'identification des différentes molécules présentes.

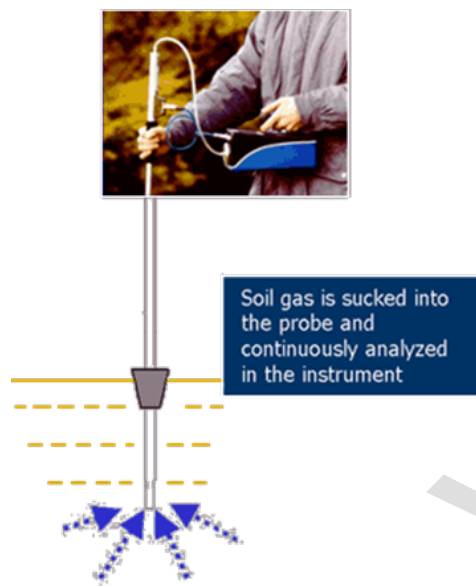


Figure 16 : Analyseur de gaz Ecoprobe 5
(<http://www.rsdynamics.com/main.php?s1=products&s2=soilcont&s3=description>)

- Un chromatographe de terrain Micro GC SRA P200 (Figure 17), équipé avec une micro colonne OV1 de 6 mètres (bloc compact comprenant la vanne d'injection, la colonne et le détecteur) couplé avec un catharomètre permettant la détection du CO₂, des CAV, et des COHV. L'avantage du chromatographe de terrain (appelé μ GC dans la suite du rapport) étant la possibilité de séparer et de quantifier les différentes molécules recherchées.



Figure 17 : Chromatographe de terrain

Résultats

• Inter comparaison des analyseurs de terrain

L'inter-comparaison a été réalisée en comparant le signal du PID mesuré en tête de piézomètre avec l'Ecoprobe, aux teneurs en COHV dans la phase gaz données par μ GC, sur plusieurs piézomètres localisés sur la friche. Les prélèvements de gaz sont effectués à l'aide de la pompe de l'Ecoprobe 5.

Un sac à gaz en tedlar de 1 L est rempli à la sortie de l'Ecoprobe. Le contenu du sac est ensuite injecté dans le μ GC. L'objectif de cette étude étant de voir si l'Ecoprobe, qui donne un résultat immédiat, peu permettre de nous informer sur l'état de pollution de l'eau au niveau du piézomètre, en première approche. Ceci permettrait de ne mesurer, avec le μ GC, que les échantillons de gaz contenant des polluants organiques volatils.

La distance du point de prélèvement au toit de la nappe est un paramètre prépondérant pour pouvoir comparer les mesures. De ce fait, l'extrémité du tube de prélèvement de gaz a été systématiquement placée à 20 cm au-dessus de la surface de l'eau, sauf pour le forage F5, qui présente une épaisse zone non saturée (18 m). Pour ce piézomètre, le tube de prélèvement a été descendu au plus bas possible, soit à environ 10 m au-dessus du toit de la nappe.

La Figure 18 présente la corrélation entre la somme de tous les CAV et COHV conduisant à un signal PID (exclusion des familles des chloroéthanes et chlorométhanes), quantifiée par μ GC et le signal PID de l'Ecoprobe. Les deux valeurs sont bien corrélées. Le PID de l'Ecoprobe sous-estime légèrement les teneurs en CAV et COHV.

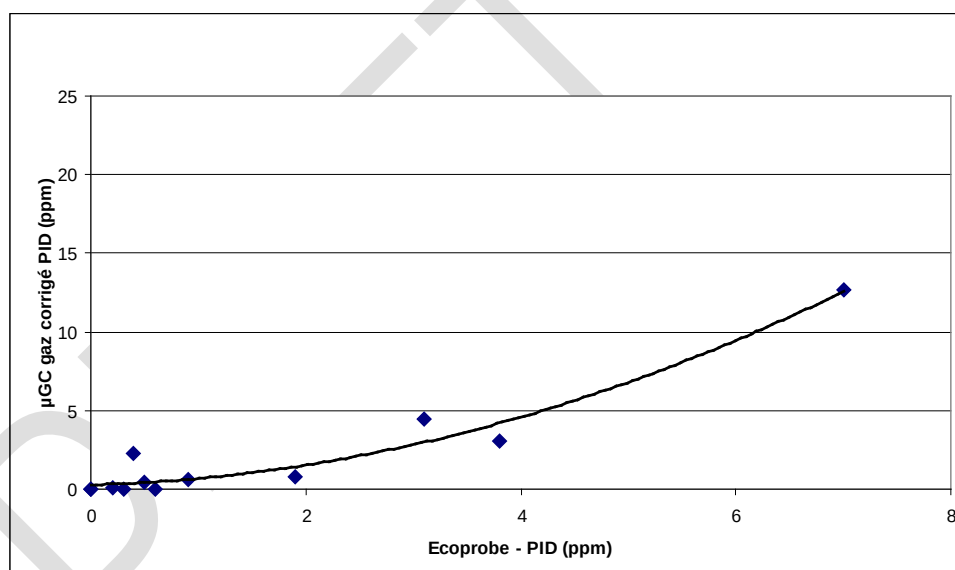


Figure 18 : Comparaison des résultats des deux analyseurs de gaz : en abscisse : PID (Ecoprobe) ; en ordonnée somme CAV + COHV mesurés dans la phase gaz avec le μ GC corrigé en ne retenant que les molécules censées avoir une signature en PID

Conclusion

Limitations de l'Ecoprobe :

- le PID de l'Ecoprobe est étalonné avec de l'isobutadiène. Pour obtenir des concentrations quantitatives, pour d'autres molécules, un facteur de correction, qui varie pour chaque molécule, doit être appliqué. Il n'est clairement pas réaliste, dans ces conditions, d'obtenir une mesure quantitative des teneurs en COHV totaux avec cet équipement, lorsque les molécules à analyser sont nombreuses, comme c'est le cas sur le site 1 ;
- Le détecteur PID n'est sensible qu'aux molécules ionisables pour l'énergie d'ionisation (lampe UV) utilisée. C'est le cas des CAV (cycle aromatique) et des COHV de la famille des chloroéthylènes (double liaison entre les deux atomes de carbone) pour la lampe standard utilisée. En revanche, les familles des chloroéthanés et chlorométhanes ne sont pas détectées pour la lampe standard utilisée.

Limitations du μ GC :

- certains composés parmi les COHV (CV3, 1,1-DCE4) ne peuvent être quantifiés avec le μ GC. En effet, la température de la colonne est trop élevée et ces composés sont élués dans le pic composite de l'eau. De plus, pour les chlorobenzènes, éthylbenzène, para et méta xylènes, la pression en tête de colonne et la température de la colonne sont trop basses, et ces composés ne sont pas élués, alors qu'ils sont susceptibles de donner du signal en PID. Ces aspects pourraient être considérablement améliorés en utilisant un chromatographe de terrain permettant de programmer une rampe de température pour la colonne ;
- Les mesures in situ sont souvent complexes. La technique d'analyse décrite dans cette méthode ne permet pas de s'affranchir de co-élution de certains composés, et ce type de détecteur n'est pas suffisamment sélectif pour identifier avec certitude les composés présents sur le chromatogramme ;
- Nous n'avons pas, au moment de l'étude, de standards gaz en molécules isolées. Les gammes d'étalonnage ont été réalisées avec des standards contenant des mélanges de COHV ce qui rend l'interprétation des chromatogrammes beaucoup plus difficile. L'acquisition de standards isolés est envisagée pour les prochaines campagnes.

³ CV : Chlorure de Vinyl

⁴ 1 1 DCE : 1,1 Dichloroéthane

4.3 Site ATTENA N°3 bis : localisation de sources-sols en BTEX

Objectif

L'objectif est d'évaluer l'utilisation du CO₂ en tant que gaz marqueur (métabolite final) de la présence de BTEX (site ATTENA 3 bis).

Equipement

Le prélèvement dynamique de gaz du sol est effectué par l'analyseur portable LFG20 (cf. Figure 19). L'aspiration des gaz du sous-sol est réalisée à partir d'une canne enfoncée à 50 cm de profondeur.

La purge du système est effectuée jusqu'à la stabilisation du signal du LFG20.



Figure 19 : Prélèvement et analyse de gaz du sol in situ par l'analyseur portable LFG20 et prélèvement de gaz en sac tedlar®

Un prélèvement de gaz en sac Tedlar® est réalisé pour l'analyse isotopique en laboratoire ($\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$).

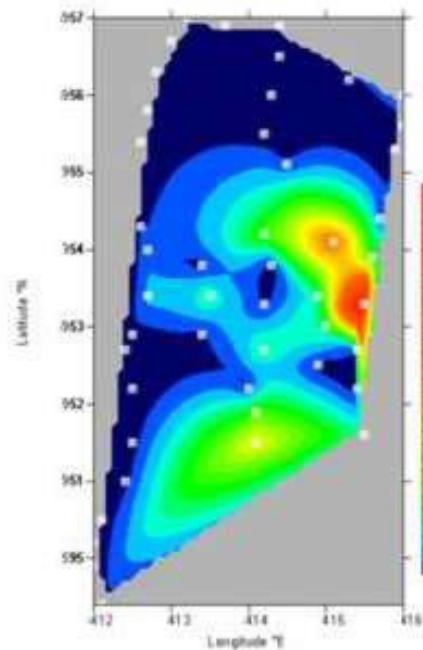
Résultats

La cartographie du CO₂ des gaz du sol à faible profondeur démontre la présence de plusieurs sources (cf. Figure 20) avec un contraste assez net entre les zones sources principales et le fond géochimique en CO₂.

Les résultats des analyses en laboratoire de l'isotope stable du carbone et de son abondance relative, mesurés par la déviation isotopique ($\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$), mettent également en évidence une déviation plus forte pour les zones supposées sources-sol.

Ces zones anomaliques (excès de CO₂, déviation isotopique) peuvent être comparées avec le panache d'hydrocarbures dans les eaux et les teneurs en CO₂ mesurées dans les ouvrages (cf. Figure 21). On observe des similitudes entre les réponses avec en particulier la présence des sources de benzène, de toluène et de CO₂. Ces teneurs en BTEX expliquent la répartition des teneurs en CO₂ observées dans les ouvrages et dans la zone superficielle de sols.

Cartographie CO₂%



Cartographie $\delta^{13}\text{C}$ ‰

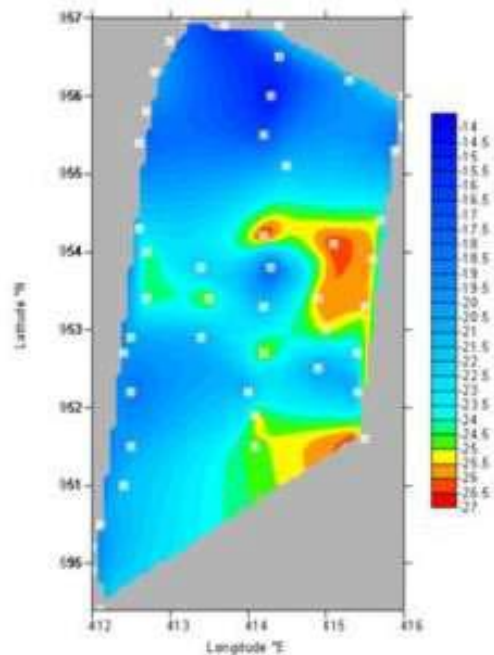


Figure 20 : Comparaison des cartographies des teneurs en CO₂ et du déplacement isotopique du carbone pour le site ATTENA 3 bis

Conclusion

Les anomalies de teneur en CO₂ détectées à deux profondeurs ainsi que les résultats de la mesure de la déviation isotopique du carbone ($\delta^{13}\text{C}$ ‰), mesurés sur les gaz du sol, permettent d'estimer et de localiser des sources-sols en BTEX.

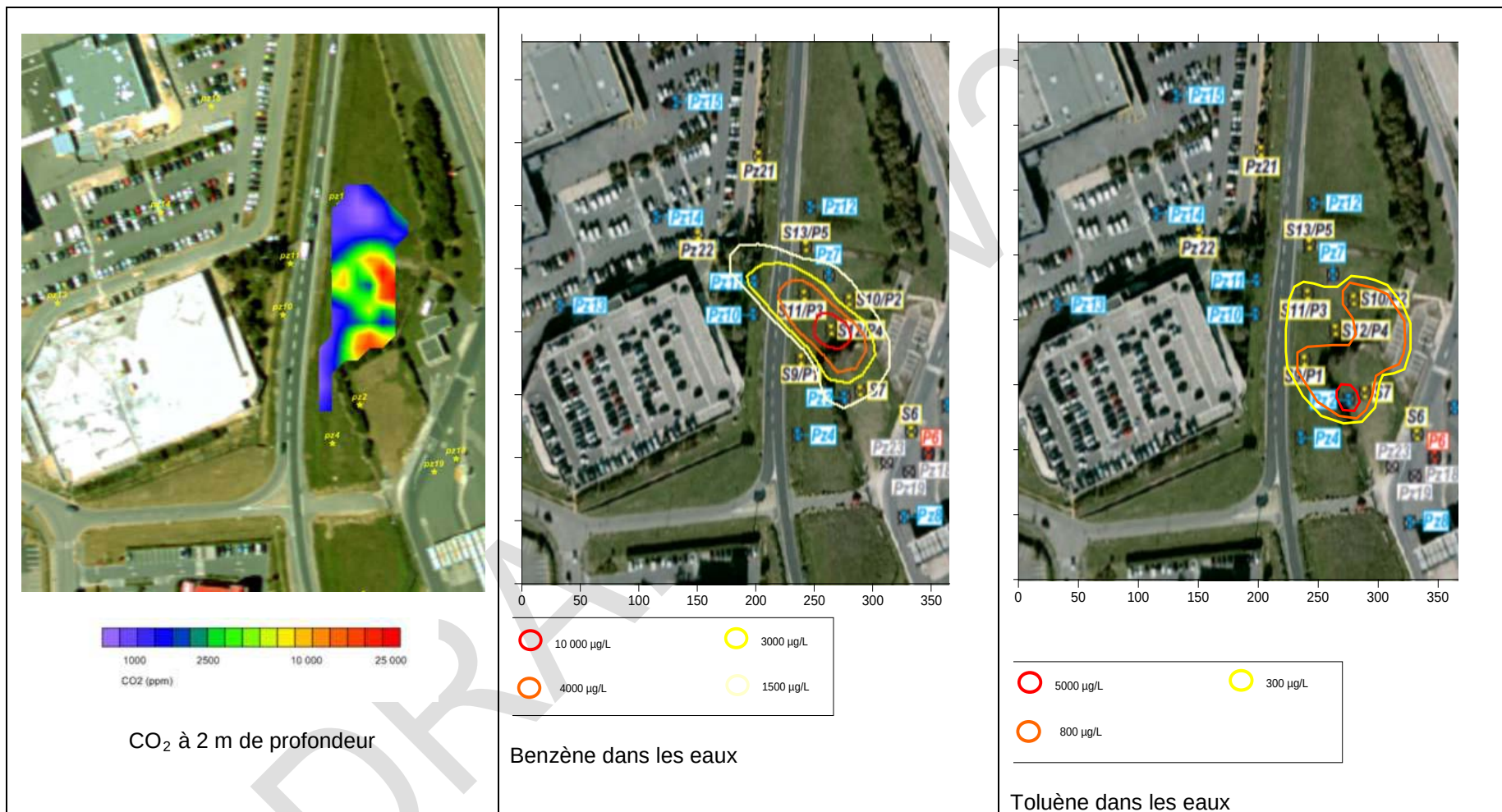


Figure 21 : Comparaison des teneurs en CO₂ dans le panache de gaz et dans les panaches de benzène et de xylène dans les eaux

4.4 Site ATTENA n°3 : comparaison de techniques d'analyse de gaz des sols

Objectif

L'objectif de cette série de tests était de :

- comparer la réponse des deux analyseurs de gaz de terrain entre eux, en termes de mesure de CO₂, et de polluants volatils (CAV) ;
- étudier la faisabilité de l'estimation de la pollution en CAV dans les eaux souterraines à travers la mesure des CAV en phase gaz en tête de puits.

Les tests ont été réalisés sur plusieurs piézomètres situés sur le site de l'ancienne cokerie (PZC, PZS, PZN, PZW).

Equipement

L'inter comparaison des appareils a été réalisée en comparant les teneurs en CO₂ mesurées en tête de piézomètre, sur plusieurs piézomètres localisés sur la friche. Les prélèvements de gaz sont effectués à l'aide de la pompe de l'Ecoprobe 5. Un sac à gaz en Tedlar® de 1 L est rempli à la sortie de l'Ecoprobe® 5. Le contenu du sac est ensuite injecté dans le chromatographe de terrain précédemment décrit.

Un essai de mesure des teneurs en CAV dans la phase gaz a été réalisé sur le piézomètre PZC, en fonction de la profondeur de prélèvement, dans le but d'observer s'il existait une ségrégation des vapeurs organiques dans la zone non saturée au-dessus de la colonne d'eau. Les prélèvements ont été réalisés à 1 m, 10 m et 20 m au-dessus du niveau de la nappe.

Résultats

• Intercomparaison des analyseurs de terrain

Les teneurs en CO₂ mesurées en tête des différents piézomètres sont présentées sur la Figure 22. Les deux appareils conduisent à des résultats comparables. Les teneurs mesurées sont globalement assez fortes et semblent indiquer une production in-situ de CO₂ soit par activité biologique, soit par décarbonatation de la craie.

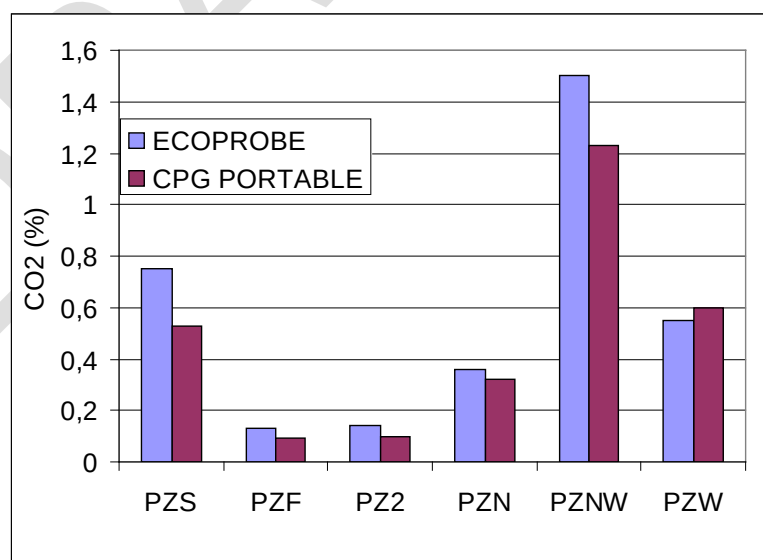


Figure 22 : Teneurs en CO₂ mesurées en tête de piézomètre

• Mesure sur site des teneurs en CAV en tête de puits

Les teneurs en benzène mesurées dans la zone non saturée au niveau de PZC sont reportées sur la Figure 23. Les concentrations en benzène les plus fortes sont situées au plus près de l'interface entre la nappe et la zone non saturée. Ceci est en accord avec la densité du benzène (proche de 2.7 par rapport à l'air). Aussi, dans la deuxième phase de l'étude, si l'on veut comparer les teneurs en phase vapeur dans les différents piézomètres, et les relier à une concentration dans l'eau, il sera nécessaire de réaliser les prélèvements systématiquement à la même hauteur par rapport au toit de la nappe. En revanche, le μ GC ne permet pas la détection du naphthalène, ni des autres HAP.

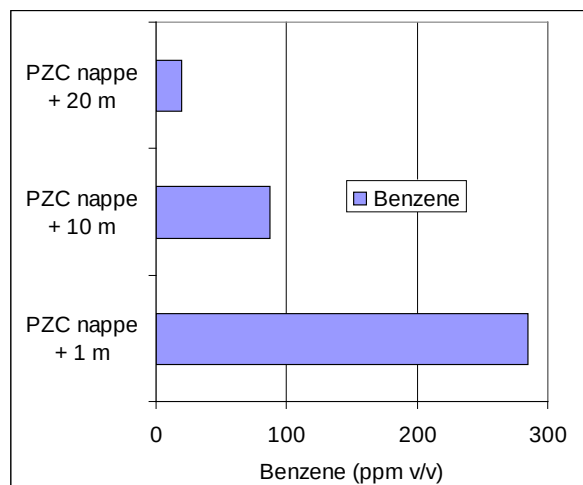


Figure 23 : Teneurs en benzène dans la phase air en fonction de la distance au toit de la nappe

Conclusions

L'analyse de gaz sur site semble être une technique prometteuse qui permettra potentiellement de diminuer les coûts de surveillance et d'améliorer la fiabilité des résultats pour les hydrocarbures aromatiques volatils. En effet, l'analyse de gaz en espace de tête offrira la possibilité d'évaluer sur site les teneurs en CAV dans les eaux souterraines et permettra de s'affranchir du temps de latence entre la collecte de l'échantillon d'eaux souterraines et l'analyse au laboratoire et d'obtenir ainsi des informations en temps réel, au cours d'une mission de prélèvement et de sélection des échantillons pour analyse.

4.5 Site ATTENA n°1 bis : Mesure des flux surfaciques de gaz du sol

Objectif

Le site contaminé par des COHV a fait l'objet d'une campagne de mesure des flux surfaciques de gaz du sol par l'INERIS. Le dispositif développé par l'INERIS, la chambre à accumulation et recirculation externe (Pokryszka et al., 1999), a été utilisée pour évaluer les flux de gaz émis par un sol contaminé, entre autres, par du PCE et du TCE.

Equipement

Le dispositif expérimental utilisé comprenait la chambre de mesure, un enregistreur de paramètres atmosphériques (pression, température, vitesse du vent,...), ainsi que 2 analyseurs, comprenant un détecteur de type PID, de type RAE et l'Ecoprobe® 5 (IR/PID). L'analyseur Ecoprobe (IR/PID) a été utilisé en remplacement du FID prévu (cf. Figure 24). Seul le capteur PID de l'Ecoprobe a été utilisé du fait de la gamme attendue des valeurs de concentration (très faibles valeurs : les concentrations observées dans une chambre de flux sont beaucoup plus faibles que celles observées in situ au sein des gaz du sol).

Le détecteur RAE a été équipé d'une lampe à énergie d'ionisation de 11,7 eV, énergie plus élevée que celle présente au sein de l'Ecoprobe 5 utilisé (10,2 eV), pour permettre une réponse potentiellement différenciée⁵

⁵ Les facteurs de correction (inverse des facteurs de réponse) sont différents, selon les COHV et les lampes utilisées.

et plus élevée. Les PID ont été calibrés pour une réponse à l'isobutylène au moyen d'un gaz étalon d'une concentration de 100 ppmv.



Une mini station météo disposée sur la chambre enregistre les paramètres de pression, température et vitesse du vent

Figure 24 : Dispositif de chambre à accumulation et recirculation externe couplé à un PID RAE et un FID (Telegan).

Les mesures ont été réalisées à une température d'environ 20°C en août, dans les conditions d'un gradient barométrique faible (de l'ordre de 0,1 mbar/heure) et une absence de précipitations dans les jours précédant les mesures.

La particularité du site étudié est la présence d'un marnage important reconnu a posteriori après le choix du site. Celui-ci a généré pendant la période de mesure une variation cyclique du niveau de la nappe, avec un gradient d'environ 7 cm/heure. Celui-ci engendre une compression/décompression régulière de la zone non saturée de faible épaisseur (environ 2 m). Son amplitude peut être évaluée par la diminution/augmentation de l'épaisseur de la zone vadose de $0,07 \text{ m} / 2 \text{ m} = 3,5\% / \text{heure}$. Celle-ci peut ainsi théoriquement engendrer un gradient de pression de 35 mbar/heure, en supposant une couverture imperméable de la zone.

Ce gradient de pression est très élevé et susceptible d'entraîner des mouvements de migration important des gaz du sol entre les différentes zones comprimées/décomprimées par le battement de la nappe, selon qu'elles bénéficient d'une couverture imperméable ou restent sans couverture. Du fait de ce gradient, les transferts sont probablement de nature convective dans la zone vadose, et très préférentiellement orienté selon la macro-porosité du sol.

Résultats

Dans ce contexte très particulier, 24 mesures de flux ont été réalisées sur la zone non couverte d'un site industriel, à une maille d'échantillonnage comprise entre 5 et 10 m, selon un plan quasi régulier.

Du fait de l'encrassement⁶ non nul de la chambre de mesure de l'Ecoprobe® 5 au démarrage des mesures, la réponse PID de celui-ci a été trop faible et non utilisable au regard du très faible niveau d'émission du sol mesuré par le PID RAE. (quelques ppmv).

La mesure PID RAE a permis de détecter une réponse sur deux points correspondant à des pentes faibles de 0,38 ppmv/minute et 0,11 ppmv/minute d'équivalent isobutylène, pour un suivi sur 10 à 20 minutes de la concentration dans la chambre à recirculation.

Les observations visuelles sur place montrent un probable cheminement par des fissures et un trou de sondage de 90 mm de diamètre pour les deux points à réponse supérieure au seuil de détection de la

⁶ Le nettoyage de la chambre de mesure de l'Ecoprobe® 5 doit être réalisé par retour chez le fabricant.

méthode. Le seuil de la méthode utilisée est lié à la durée de mesure. Celle-ci a été allongée pour permettre une détection à un seuil de 0,05 ppmv/minute. Cet allongement de la durée de mesure a été permis par la quasi-absence de vent.

Si l'on prend en compte la forte prépondérance du PCE dans les vapeurs observée dans les niveaux superficiels des piézais (1 m), il est possible de convertir le flux observé en équivalent d'isobutylène en flux de PCE.

On obtient alors deux flux de PCE de 0,016 ml PCE/min/m² et 0,005 ml PCE/min/m², correspondant respectivement à des flux massiques de 160 mg PCE/jour/m² et 45 mg PCE/jour/m².

L'ordre de grandeur du flux massique évalué sur la zone étudiée peut être estimé par défaut à la somme des deux flux ponctuels de type « hot spot », soit environ 100 - 200 mg PCE/jour en fonction de la surface estimée de sol sous l'influence des « hot spot » (évaluée ici à environ 1 à 2 m²). Du fait du cheminement constaté dans la porosité secondaire (fissuration liée aux travaux de reconnaissance et probablement à des points singuliers), cette évaluation est réalisée par défaut, car la répartition des points de mesure des flux a suivi un échantillonnage régulier et n'a pas privilégié les zones de fissuration suspectée afin de pouvoir avoir une appréciation statistique des résultats.

L'impossibilité de détection de flux inférieurs à 20 mg de PCE/m²/jour pourrait être améliorée par une mesure intégrative en chambre (cartouche pendant la recirculation ou utilisation de canister en fin de recirculation) ou par l'utilisation d'une chambre de mesure à balayage de mise en œuvre plus lourde. La mesure intégrative est plus précise mais ne permet pas de contrôler en temps réel l'importance des flux.

Dans ce cas précis de flux fortement orientés par le transport convectif, il est probable que les flux convectifs, mis ici en évidence ici sur une fraction singulière seulement de la zone source, représentent la plus grande partie des flux transitant vers l'atmosphère. La réalisation d'un bilan massique nécessiterait ainsi la recherche des zones préférentielles de transfert, par reconnaissance visuelle extensive et/ou méthode indirecte géophysique (de type EM38), et l'intégration d'un échantillonnage ciblé sur ces zones émissives.

La biodégradation dans la zone non saturée a une influence essentiellement sur les flux diffusifs des COHV, non mis en évidence ici. Il est donc possible que les flux plus faibles (inférieurs à 20 mg de PCE/m²/jour) soient contrôlés en partie par cette biodégradation.

Conclusion

Dans le cas étudié, les mesures de flux ont mis en évidence une orientation spatiale très marquée des transferts de gaz du sol vers l'atmosphère, les cheminements de gaz utilisant les circulations préférentielles dans les trous de sondage. Une interpolation des flux mesurés ne serait donc ici pas judicieuse, du fait de la forte prédominance des flux de nature convective empruntant la macroporosité des sols.

5. INTERPRETATION ET POINTS CLES

5.1 Les différents niveaux d'interprétation des résultats d'analyse des gaz du sol

Par rapports aux autres outils disponibles lors du diagnostic puis de l'évaluation de l'atténuation naturelle, le prélèvement et l'analyse des gaz du sol fournissent des moyens de reconnaissance, qui doivent cependant être interprétés selon les conditions particulières du prélèvement et de l'environnement du sous-sol.

5.1.1 Interprétation en termes d'évolution globale (analyse des gaz non sélective)

Les niveaux de concentrations provenant des analyseurs des gaz du sol ne discriminant pas les types de contaminant (analyses de type FID, PID, IR) peuvent être interprétés dans une première étape selon les paramètres de prélèvement. :

- la durée et le volume de prélèvement, permettant d'estimer un « volume d'action » du prélèvement, fonction de l'anisotropie du milieu et de la perméabilité de la couverture pour les prélèvements les plus superficiels ;
- la position supposée de la source, en lien avec le volume d'action ;

- le débit ou la dépression imposée (ou naturelle et barométrique) lors du prélèvement d'air (présence ou non d'un régime de transport de type convectif) ;
- la date de prélèvement du gaz :
 - o à l'échelle mensuelle et trimestrielle (variation saisonnière) ;
 - o à l'échelle de la campagne de prélèvement et de la durée de celui-ci.

Ces paramètres sont à prendre en compte pour évaluer la représentativité spatiale et temporelle des gaz du sol et la réponse du couple piézair/analyseurs.

La prise en compte de ces paramètres de prélèvement va permettre d'évaluer le résultat d'une analyse ponctuelle de gaz du sol, puis de faire des hypothèses concernant la présence supposée d'un panache de composés gazeux. Les relations de ce panache avec sa source supposée en ZNS/ZS constituent une première interprétation globale des résultats. L'interprétation de la répartition des composés suppose alors d'évaluer l'importance des mécanismes d'atténuation naturelle (de diffusion/dispersion, biodégradation,...).

Une diminution spatiale ou temporelle de la réponse globale des analyseurs, en relation avec les conditions du milieu (teneurs en O₂, CO₂, CH₄ et autres HCT notamment) peut fournir des indices d'une atténuation naturelle évaluée de manière « globale ».

Dans un contexte multi-contaminants comprenant des chloroéthènes et diverses autres sources de carbone, une atténuation temporelle globale de la réponse des analyseurs de type PID/FID/IR est délicate à interpréter. Elle pourra représenter un indice de la dégradation des chloroéthènes par cométabolisme en zone aérobie, mais également la dégradation des autres sources de carbone. Seule une analyse spécifique de la signature propre des composés (BTX, COHV, HCT, CH₄) permettra de vérifier des hypothèses sur les mécanismes d'atténuation naturelle.

5.1.2 Interprétation en termes d'évolution de contaminant spécifique

L'identification des composés présents dans une réponse globale d'analyse des gaz du sol est rapidement nécessaire pour pouvoir préciser un schéma conceptuel de migration des vapeurs en liaison avec une source et des cibles et permettre d'orienter l'échantillonnage des sols, des gaz du sol et/ou des eaux souterraines..

Ainsi l'analyse des composés parents puis l'analyse sélective de certains composés de dégradation intermédiaires et finaux des COHV (éthène, éthane) apparaît nécessaire pour pouvoir statuer sur la présence d'une déchloration réductrice (dans les zones propices anaérobies) ou d'une oxydation aérobie directe ou par cométabolisme (zone aérobie avec ou non présence de substrat carboné).

Dans ce cas, une analyse plus poussée en laboratoire ou sur site est nécessaire.

L'analyse en laboratoire conduite sur plusieurs campagnes va permettre de valider les analyses de gaz du sol réalisées sur site, en particulier en utilisant la spectrométrie de masse, plus discriminante que les techniques généralement employées sur site.

5.1.3 Interprétation en termes de suivi de la contamination et de l'atténuation naturelle

Ce niveau d'interprétation suppose de pouvoir retracer des cartes d'évaluation de la contamination en éliminant les artefacts liés aux situations particulières des prélèvements de gaz du sol. Plusieurs campagnes de gaz du sol sont alors nécessaires, en considérant les variations saisonnières, mais également à échelles temporelles plus courtes (mesure sur une journée) dans le cas de phénomènes de « chasse » liés :

- au marnage ;
- au pompage barométrique ;
- à la percolation des fronts d'infiltration des eaux météoriques.

Deux niveaux d'interprétation des teneurs en gaz du sol peuvent être distingués, en fonction de la qualité des données disponibles et de leur représentativité temporelle et spatiale.

Le premier niveau d'interprétation concerne le criblage de terrain (absence/présence de contaminants) et l'analyse semi-quantitative des résultats. Il peut être réalisé avec des moyens légers (sondages temporaires superficiels, préleveurs passifs).

Le second niveau d'interprétation suppose la mise en place de piézair et concerne le suivi temporel de la contamination : l'analyse quantitative de résultats des gaz du sol à une localisation identique suppose un suivi de l'infiltration des eaux de pluie (bilan hydrique à minima décadaire (et également journalier avant le prélèvement de gaz du sol) permettant de déduire les périodes de recharge de la nappe superficielle, et donc de perturbations des teneurs en gaz du sol (limitation de la diffusion, dissolution des gaz).

Deux types d'interprétation sont possibles pour les analyses de gaz du sol :

- l'interprétation avec agrégation des données de plusieurs campagnes ;
- l'interprétation comparative des données des campagnes successives.

L'agrégation des données de plusieurs campagnes consiste à supposer un état d'équilibre atteint entre la source et le milieu de transfert (cet état d'équilibre est plus facilement atteint pour une source ancienne). L'interprétation des données d'analyse des gaz du sol agrégées permet de limiter l'importance des artefacts liés aux conditions de prélèvement des gaz du sol.

L'interprétation comparative est plus délicate, car elle est très dépendante des conditions de prélèvement : il est alors nécessaire de reproduire les campagnes pour pouvoir observer une tendance. Ces analyses à fréquences élevées sont ainsi nécessaires dans le cas de suivi de contamination de sol ou lors d'opération de dépollution.

Dans le cas de phénomènes d'atténuation naturelle, les variations lentes sont plus difficiles à mettre en évidence. Des observations de faibles variations peuvent en outre traduire le plus souvent des variations liées aux paramètres météorologiques. L'observation de cartes d'analyse de gaz du sol peut alors mettre en évidence :

- les zones d'infiltration préférentielle des eaux, où les concentrations en gaz du sol varient généralement plus fortement dans le temps ;
- les zones proches des sources, où la réalimentation impose des valeurs minimales de concentration en gaz ;
- les zones en extrémité de panaches, plus sensibles aux paramètres extérieurs (gradient barométrique, infiltration des eaux).

Des éléments concernant la reconnaissance des sources dans les sols et la nappe superficielle sont nécessaires pour ce niveau d'interprétation.

La documentation des conditions de la ZNS (couverture, teneur en oxygène,...) est en outre utile pour affiner/assurer l'interprétation compte tenu des possibles atténuations dans la ZNS. Le suivi de l'atténuation exclusivement dans la nappe supposerait ainsi un suivi des gaz du sol par une zone crépinée des piézairs à proximité immédiate de la frange capillaire.

L'interprétation des données d'analyse des gaz du sol agrégées va permettre de distinguer l'importance de l'atténuation naturelle, de par la distribution spatiale des métabolites et permettre ainsi de valider un schéma conceptuel d'atténuation naturelle et de migration des gaz du sol.

Dans les cas simples (nappe à faible profondeur (< 2 m), absence de barrière à la migration tel que des niveaux de limons argileux, absence d'imperméabilité en surface), le développement dans la ZNS d'un panache de gaz est fortement orienté par la direction du panache de composés volatils présents dans la nappe superficielle. L'identification du panache de vapeur et sa délimitation peut alors permettre d'orienter l'échantillonnage des sols et des eaux souterraines. Une interprétation plus fine, permettant d'utiliser les données d'analyse de gaz du sol en termes de calibration de modèles d'émissions est également possible dans les cas les plus simples.

La prise en compte de cinétiques de transfert et de dégradation dans la ZNS reste néanmoins encore du domaine de la recherche.

La qualité de données étant très variables (imprécision souvent forte sur les paramètres de diffusion effective, de perméabilité relative), la réalisation d'un modèle probabiliste peut aider à évaluer les incertitudes, du fait de la combinaison des incertitudes. Une estimation par simulation semble nécessaire pour évaluer la qualité de la prédiction et du calage réalisé.

5.1.4 Interprétation des résultats d'analyse des gaz du sol en termes de flux surfaciques

Les flux surfaciques de gaz du sol peuvent être mesurés à l'interface sol/air ou estimés à partir des caractéristiques du sol et de mesures de concentration en gaz du sol au sein de sondage et/ou de piézair.

L'interprétation en termes de flux surfaciques réalisées à partir de mesures de concentration de gaz dans le sol nécessite de considérer les précautions liées à l'interprétation des concentrations de gaz du sol ainsi que des paramètres complémentaires influençant la dynamique des flux (porosité, diffusion moléculaire, tortuosité,...). Dans les cas simples, une simulation par modélisation intégrant les variations de perméabilité à l'air et de porosité peut aider à distinguer l'importance des différents facteurs.

La mesure directe en chambre de flux des flux de gaz du sol permet de s'affranchir des hypothèses sur les paramètres de transport (saturation résiduelle en gaz, perméabilité intrinsèque des matériaux), le plus souvent accessible seulement par la littérature et fortement variable du fait des remblais généralement présents dans les horizons superficiels. La mesure est néanmoins fortement influencée par les paramètres externes, fortement variables tel que la saturation en eau, la pression barométrique. L'infiltration d'une faible lame d'eaux météoritiques va ainsi engendrer des variations importantes de flux.

L'utilisation quantitative des résultats des analyses de gaz du sol paraît ainsi délicate pour estimer l'atténuation des gaz du sol entre les différents niveaux de la ZNS et entre la ZNS et la surface. On peut néanmoins contourner cette difficulté en considérant les ratios entre métabolites et composés initiaux et les déplacements isotopiques provenant du fractionnement isotopique lors des mécanismes de diffusion et d'atténuation de chaque composé étudié.

5.1.5 Variabilité temporelle et spatiale des gaz du sol

Les variabilités temporelles et spatiales sont susceptibles de masquer les phénomènes d'atténuation naturelle.

Du fait des cinétiques d'équilibre très différentes entre les différentes phases du sol, en particulier de la diffusion beaucoup moins rapide des contaminants dans la phase aqueuse, le renseignement de l'état d'équilibre hydrique du sol est nécessaire.

Or celui-ci est le plus souvent négligé du fait de la nécessité de mettre en place des moyens complémentaires de suivi (station météorologique, voire données de teneur en eau dans le cas de prélèvement superficiel). La concentration d'équilibre du gaz reflète alors le plus souvent un état transitoire d'équilibre des gaz lors de l'infiltration d'une lame d'eau.

En l'absence de gradient barométrique ou de battement de la nappe notable par rapport à l'épaisseur de la zone non saturée, l'équilibre des gaz du sol est gouverné par des transferts diffusifs. En présence d'un écran (dalle, niveau peu perméable), le facteur limitant identifié de l'équilibre entre concentration dans la source (nappe ou sol pollué) et dans les vapeurs peut être le transfert diffusif de vapeur à travers cet écran. Dans les zones non couvertes, le facteur limitant est le transfert à partir de la nappe, le transfert diffusif étant plus lent dans la phase aqueuse (nappe et frange capillaire). Ces considérations permettent d'interpréter les gradients de concentrations observés en fonction de la lithologie et de la saturation en eau des sols (déterminant le volume des vides occupés par les gaz).

L'échantillonnage d'air du sol à plusieurs profondeurs peut permettre d'évaluer la résultante de la diffusion effective in situ (flux vertical diffusif, basé sur la première loi de Fick (cf. Jellali & al, 2003)) et de la dégradation entre les différents niveaux de sol (Hers & al, 2000). Cette hypothèse suppose une saturation en eau stable et une recharge « régulière » en substance volatiles par la source (présence d'une source suffisante à proximité du point d'échantillonnage).

5.1.6 Interprétation en tant que gaz à l'équilibre

Cette interprétation peut être utile pour évaluer la source existante mais également le risque de contamination de la nappe lié à la propagation du panache gazeux dans les sols. Un modèle numérique de transfert prenant en compte le transport de type multiphasique est alors nécessaire pour évaluer ces

échanges entre la source et la nappe, du fait de la complexité de ceux-ci entre la phase gazeuse et la phase liquide plus ou moins mobile selon la saturation en eau des sols et plus généralement suivant les paramètres des relations entre la pression capillaire, la saturation et la perméabilité relative des sols.

Dans un cas simple (on fait l'hypothèse d'une distribution homogène des teneurs en gaz et des contaminants adsorbés), si l'on considère que les conditions de l'équilibre local sont atteintes (prélèvement dans un piézair à faible débit), on peut supposer que les conditions de l'équilibre de partage du contaminant entre les 3 phases du sol sont atteintes et évaluer les concentrations en contaminants dans ces 3 phases du sol.

L'atténuation naturelle n'est alors pas prise en compte et pourrait donc expliciter les différences observées dans les gaz du sol entre les teneurs mesurées le long du panache ou au-dessus de la source et celles mesurées au niveau de la source, en prenant en compte les mécanismes de propagation du panache gazeux, par diffusion et convection.

Du fait des hétérogénéités des paramètres des sols (remblais) et de la distribution de la source mal connue, la mesure directe dans les piézairs et à la surface du sol du transfert des gaz du sol est plus facile à mettre en œuvre.

6. ELEMENTS DE COUTS ET BENEFICES ASSOCIES

6.1 Structure des coûts

La réalisation d'une campagne d'analyse des gaz du sol suppose :

- une reconnaissance préalable des lieux dans les cas où des obstacles et des réseaux sont susceptibles d'être rencontrés,
- la réalisation proprement dite de la campagne comprenant :
 - o la réalisation des sondages ;
 - o la campagne de prélèvement et d'analyse des gaz du sol ;
- la réalisation d'un compte-rendu des investigations comportant les résultats des analyses et des conditions de prélèvement et analyses (cf. fiche de prélèvement de gaz du sol en annexe).

On doit distinguer les reconnaissances très rapides à la canne Dräger ou équivalente, qui permettent d'obtenir des résultats dès la fin de la réalisation du sondage, des reconnaissances par mise en place de piézajrs où une période d'équilibre est nécessaire.

6.2 Sondage et équipement

Le coût des sondages et de l'équipement de ceux-ci dépend en grande partie du terrain, de la profondeur, des diamètres choisis pour la foration et l'équipement et de la technique utilisée (la technique de carottage sous gaine est généralement plus couteuse). Dans le cas de sondage court (inférieur à 10 m), de faible diamètre (de 63 à 80 mm), le coût du mètre linéaire équipé varie généralement de moins de 50 euros (sondage destructif) à environ 100 euros (sondage carotté).

6.3 Gammes de coût d'investissement (analyseurs de gaz)

Une évaluation des coûts pour les principaux types d'analyseurs utilisés pour les COHV et BTEX est proposée ci-dessous.

Le coût de location mensuel des analyseurs de gaz pratiqué par les sociétés de service représente généralement 10% du coût d'investissement, pour une période de un mois à une semaine de location, selon les prestataires.

Il peut être nécessaire de prévoir la fourniture de pompes pouvant être réglées à des débits souhaités et fonctionnant sur batterie (coût d'investissement d'environ 1000 €/pompe autonome).

6.4 Consommables liés au prélèvement

Le coût des consommables et de la location de moyen de prélèvement de gaz est à prendre en compte et dépend de la précision analytique recherchée. Les coûts des dispositifs de prélèvement les plus communs sont listés ci-dessous.

Il faut également prévoir le coût associé aux flexibles, raccords et vannes en tenant compte de la qualité requise de matériaux.

Tableau 3 : Coût indicatif d'investissement des principaux types d'analyseur utilisés

Détecteur principal	Type de détecteur /colonne associé	Portabilité	Gamme de coût en k€
PID	-	très bonne portabilité (< 3 kg)	3 – 6
	IR, capteur électrochimique, de pression	bonne portabilité (env 3 kg)	12 - 20
FID	-	portabilité bonne à moyenne (3- 5 kg)	6 – 16
	colonne de séparation pour BTEX avec four	portabilité bonne à moyenne (3- 5 kg)	20 - 25
IR	Capteur électrochimique (O ₂ , H ₂ S)	très bonne portabilité (< 3 kg)	3 – 7
ECD	Colonne de séparation pour COHV	Transportable (> 10 kg)	25 - 35

Tableau 4 : Coût indicatif des principaux types de consommable utilisés pour les prélèvements des gaz du sol

Type de consommable	LQ indicative et limite d'utilisation	Coût unitaire en euros
vial verre petit volume + bouchon téflon, type 40 ml EPA	500 □g/m ³	1 - 2 (pour 100 vials) selon qualité et bouchon
sacs Tedlar®, volume intermédiaire (1 – 3 L)	selon volume du sac, pour 1 L : 10 □g/m ³	10 – 15 selon valve de fermeture
tube de charbon actif, adsorbant monozone	selon volume prélevé, (pour 10 – 20 L) : 1 □g/m ³ ; risque de perçage	20 - 30
tube adsorbant spécifique type multizone	selon volume prélevé, (pour 10 – 20 L) : 1 □g/m ³ ; risque de perçage	30 – 70
canister 3 L (location)	1 □g/m ³ ; pas de risque de perçage	70 - 110

6.5 Temps de Prélèvement/analyse de gaz

Les temps de main d'œuvre associé aux prélèvements et analyses de gaz dépendent fortement de la nature du terrain, du nombre et de la complexité des dispositifs mis en œuvre.

La durée de prélèvement de gaz est fonction de :

- de l'objectif (LD/LQ recherchée) ;
- de la perméabilité du sol aux gaz.

Un sol peu perméable nécessitera une durée plus longue de prélèvement, à dépression équivalente.

La mise en œuvre d'un suivi sur site de plusieurs analyseurs en ligne ou d'un matériel complexe (CG/FID, CG/ECD) peut nécessiter la présence de deux techniciens.

Tableau 5 : Temps de mise en place et de prélèvement pour chaque type de prélèvement des gaz du sol

Type de prélèvement	Durée d'un prélèvement selon objectif	Nombre de points par jour/technicien
Prélèvement actif		
sur cannes, y compris mise en place des cannes	selon la perméabilité ; selon la dureté des horizons superficiels, la profondeur et la présence d'éléments grossiers	5 - 20
sur piézair par vial de faible volume (40 ml)	selon purge	15 - 50
Sac ou tube adsorbant combiné à un volume de prélèvement moyen (1 l)	20 minutes pour un débit de 50 ml/min + purge	8 – 25 points selon nombre de points en parallèle (par pompe dédiée autonome)
Prélèvement à l'interface sol-air atmosphérique		
chambre à flux à suivi direct, y compris mesure	3 minutes à 20 minutes (selon seuil recherché) + mise en place	20 - 40
chambre à flux à intégration (sur adsorbant)	de l'ordre de 20 - 40 minutes + mise en place	8 - 20
chambre à balayage	de l'ordre de 2 à 3 heures + mise en place et équilibre	2 - 4

La préparation du matériel comprend également le calibrage des pompes et des analyseurs.

Dans des conditions favorables (sol relativement perméable, météorologie favorable) et une caractérisation ne nécessitant pas de LQ inférieure à environ $10 \mu\text{g}/\text{m}^3$, environ 15 à 20 points de prélèvement et de mesure peuvent être réalisés par jour sur site, en réalisant une perturbation limitée de la surface du sol, dans de bonnes conditions de représentativité.

6.6 Conclusion – analyse coût-bénéfice

L'interprétation des résultats des analyses de gaz du sol est aidée par les informations sur la composition des paramètres globaux de ces gaz (teneur globale en COV, gaz traceurs de l'air du sol (radon, CO₂, voire CH₄)) qui vont permettre de mieux renseigner l'origine des gaz prélevés et leur répartition spatiale.

La description du protocole détaillé d'échantillonnage et d'analyse est ainsi nécessaire pour interpréter le résultat d'analyse du fait de la difficulté d'obtenir un échantillon de gaz du sol représentatif de l'espace poral que l'on souhaite investiguer ou suivre dans le temps.

La présence d'un blanc de terrain (air ambiant), voire d'un blanc de laboratoire, est également conseillée de manière générale, voire recommandée dans le cas de la recherche de composés en trace.

Enfin dans le cas de sol peu perméables, ou de conditions météorologiques moins favorables du fait de la saturation en eau de la porosité du sol, les prélèvements et analyses de gaz du sol sont plus délicats à réaliser et à interpréter. Des prélèvements passifs peuvent alors plus facilement fournir une aide, en particulier pour la phase de délimitation de panache ou de criblage de source dans le sol.

Les analyses de gaz permettent de fournir une indication à coût faible à modéré de la présence de composés volatils dans les sols, en fonction des composés recherchés et de la mise en place ou non de piézair permettant de réaliser un suivi dans le temps des composés recherchés.

Le coût de réalisation d'un piézair équipé en PEHD de un pouce et de 1 m de profondeur est de l'ordre de 150 – 200 € HT par point.

Dans le cas d'une campagne classique pour une configuration de 10 piézairs, comprenant l'implantation, la réalisation de 2 campagnes de prélèvements et d'analyses de COHV en laboratoire avec suivi des paramètres de prélèvement par PID et la fourniture de deux rapports, le coût sera de l'ordre de 10 000 € HT.

Les informations fournies par ces piézairs permettront de fournir des données représentatives de la qualité de l'air du sol et d'optimiser les éventuelles reconnaissances ultérieures (implantation des sondages, piézomètres).

L'interprétation des résultats de ces analyses de gaz du sol nécessitera de connaître l'environnement géologique et hydrogéologique du site étudié, ainsi que les conditions particulières de prélèvement.

Les normes et méthodologies

Du fait de l'abondance des normes dans le domaine de la mesure des gaz et de celle des gaz intérieur, seules les normes plus spécifiques aux gaz du sol ou appliquées plus spécialement à ce domaine ont été reproduites ci-dessous.

Norme française :

XP-X 31-612 relative aux mesures in situ des COV dans les gaz du sol.

Normes ISO :

NF ISO 10381-7 : Qualité du sol – Echantillonnage Partie 7 : Lignes directrices pour l'investigation et l'échantillonnage des gaz du sol.

Les prescriptions allemandes VDI (Verein Deutscher Ingenieure) :

VDI-Richtlinie 3865, Blatt 1/Part 1, 1992, Measurement of organic soil pollutants, Measurement of volatile halogenated hydrocarbons in soil, Planning of soil gas measurements

VDI-Richtlinie 3865, Blatt 2/Part 2, 1998, Measurement of organic soil pollutants, Techniques of active sampling of soil gas

VDI-Richtlinie 3865, Blatt 4/Part 4, 2000, Measurement of organic soil pollutants; gas chromatographic determination of volatile organic compounds in soil gas; Direct measurement

Les prescriptions du HLUg (Hessisches Landesamt für Umwelt und Geologie) :

Hessisches Landesamt für Umwelt und Geologie (HLUG), Untersuchung von altlastenverdächtigen Flächen und Schadensfällen, Handbuch Altlasten, Band 3 Teil 2, 2002, ISBN 3-89026-801-3

Hessisches Landesamt für Umwelt und Geologie (HLUG), Chemische analytische Untersuchungen von Altlasten – Laborverfahren, Stoffsammlung, Handbuch Altlasten, Version 3.0, Band 3 Teil 4, 2003, ISBN 3-89026-804-8

Les prescriptions suisses de l'office fédéral de l'environnement (OFEV) :

AAE OFEV 1998 : prélèvement d'échantillons et analyse de gaz interstitiel, en cours de révision dans le cadre du réseau « Chloronet »

Les méthodologies françaises :

Ademe, 2009, « Traitabilité des sols pollués, Guide méthodologique pour la sélection des techniques et l'évaluation de leurs performances »,

Come, J. M., M. Quintard, et al., 2006a, "Organo-chlorés aliphatiques-Modélisation de leur devenir dans les aquifères." Guide Méthodologique ADEME - Programme R&D MACAOH.

Come, J. M., M. Ropars, et al., 2006b, "Organo-chlorés aliphatiques-Caractérisation d'une zone source dans les aquifères." Guide Méthodologique ADEME - Programme R&D MACAOH.

Come, J. M., S. Kaskassian, et al., 2006c, "Organo-chlorés aliphatiques-Atténuation naturelle dans les aquifères." Guide Méthodologique ADEME - Programme R&D MACAOH.

Saada, A, Blanc C., Colombano S., Zornig C., 2011, « Protocole opérationnel d'utilisation de l'Atténuation naturelle dans le contexte réglementaire français », rapport du projet ATTENA- Phase 2

Les méthodologies américaines - Prescriptions de l'US EPA et organismes affiliés :

Cal/EPA Department of Toxic Substances Control (DTSC), 2003, Advisory Active Soil Gas Investigations

Cal EPA, 2005, Vapor Intrusion Guidance

Cal EPA, Active soil gas investigation, march 2010, Cal EPA, Ca-EPA- Soil gas Advisory (www.dtsc.ca.gov)

ITRC (Interstate Technology & Regulatory Council (ITRC)) 2007, Vapor Intrusion Pathway: A Practical Guideline. January, pour l'échantillonnage des gaz du sol

U.S. Environmental Protection Agency (EPA), 2007, Final Project Report for Development of Active Soil Gas Sampling Method. Office of Research and Development, National Exposure Research Laboratory, Las Vegas, Nevada. EPA/600/R-07/076.

- US EPA, 1998, Environmental technology verification report, soil gas sampling sampling technologies, W.L. Gore & associates Inc, Gore-sorber® water Quality Monitoring, EPA/600/R-97/150
- US EPA, 1998, Environmental Technology Verification Report: Passive Soil Gas Sampler, Quadrel Services, Inc. (Quadrel), EMFLUX®, EPA/600/R-98/096).
- US EPA, 2000, Environmental technology verification report, groundwater sampling technologies, W.L. Gore & associates Inc, Gore-sorber® Screening Survey, EPA/600/R-00/091
- U.S. EPA, 2010, Innovations in Site Characterization : Streamlining Cleanup at vapor intrusion and Product Removal Sites Using the Triad Approach : Hartford Plume Site, Hartford, Illinois
- U.S. EPA, 2010, Temporal variation of VOCs in Soils from Groundwater to the Surface/Subslab – APM 349 – EPA/600/R-10/118

Bibliographie thématique

Echantillonnage, atténuation

- Guérin V. , Rouvreau L., Hubé D., Saada A ; Flum M., Hartmann T., Mouriot F., , 2009, « L'échantillonnage des eaux souterraines. Pourquoi et comment aller plus loin que la norme X31-615 ? », communication au colloque ADEME 2009
- Hers I., Atwater J., Li L., Zapf-Gilje R., 2000, "Evaluation of vadose zone biodegradation of BTEX vapours", J. cont. Hydr., 46 (2000), 233-264.
- Hubbé, D., 2008, « Le comment des diagnostics, Dimensionnement et réalisation des diagnostics », journées techniques d'information et de retour d'expérience de la gestion des sols pollués, MEEDDAT, septembre 2008, présentation BRGM du 17 septembre 2008
- Hulot C., Gay G., Hazebrouck B., Thiam A., Marot F.(2010) - Transfer of volatile compounds from soil: comparison between predictions and field measurements with different models; development of the VOLASOIL model for a depleting source. In FZK and TNO, editors, 11th International FZK/TNO Conference on Contaminated Soil, 14 pages. October 22-24, 2010, Salzburg, Austria.
- Hulot C. Hazebrouck B., Gay G., Marot F., 2009, Emission de polluants gazeux dans les bâtiments à partir d'un sol pollué : comparaison mesures sur sites et modélisations. 2ième rencontre nationale de la recherche sur les sites et sols pollués, Paris 20 et 21 octobre 2009, ADEME.
- Saada, A., Benoit, Y. Guérin, V., Blanchet, D. Béranger, S., Gourry, J.C., C. Zornig, 2008, Expérimentation de terrain en vue d'une étude de caractérisation de l'atténuation naturelle, Rapport BRGM-RP-56194-FR, 251 p., 81 fig., 47 tab., 6 annexes.
- INERIS (1996) - "Adsorption and solid adsorbents for VOC sampling applications".

Prélèvement dynamique de gaz du sol et mesures de paramètres de migration des gaz du sol

- Cunningham J.A., Rahme H., Hopkins G.D., Lebron C., Reinhard M., 2001, "Enhanced In Situ Bioremediation of BTEX-contaminated Groundwater by Combined Injection of Nitrate and Sulfate", Env. Science & techn., vol. 35, n° 8, 1163-1670
- DiGiulio, D. C., Paul C., Scroggins B., Cody R., Willey R., Clifford S., Mosley R., Lee A., Christensen K., 2006, "Assessment of Vapor Intrusion in Homes Near the Raymark Superfund Site Using Basement and Sub-Slab Air Samples", EPA/600/R-05/147.
- DiGiulio, D. C., Paul C., Scroggins B., Cody R., Willey R., Clifford S., Mosley R., Lee A., Christensen K., Coasta R, 2006, "Comparison of geoprobe PRT and AMS GVP Soil Gas Sampling Systems With Dedicated Vapor Probes in Sandy Soils at the Raymark Superfund Site", EPA/600/R-06/11.
- Haggerty, R, Schroth, M.H, Istok, J.D., 1998, "Simplified method of Push-Pull test data Analysis for determining In Situ reaction rate Coefficients", Ground water, Vol 36, March/April 1998
- Hers L, Zapf-Gilje R., Li L. Atwater J, 2000, "Measurements of in situ gas-phase diffusion coefficients", Env. Techn. Vol 21, pp 631-640
- Istok J.D., Humpfrey M.D., Schroth M.H., Hyman M.R., O'Reilly K.T., 1997, « Single-well, « Push-Pull » Test for In Situ Determination of Microbial Activities", Ground water, vol. 35, n°4, July-August 1997
- Lahvis, A.M., Barhe, A.L., 1996, "Estimating of rates of Aerobic Hydrocarbon Biodegradation by Simulation of Gas transport in the Unsaturated Zone", Water Ressources Research, vol. 32, No. 7, Pages 2231-2249, July 1996

Tartre, A, 1997, "development of an Assessment method to monitor Soils Around Underground petroleum Storage tanks : In situ GEN-VOC technology –project summary", The national Contaminated Sites remediation program, Development and Demonstration of Site remediation technology (DESRT), Environnement, Canada, 1997

Tartre, A, 2006, In Situ measurement of induced contaminant flux, in Gas Transport in Porous Media, 319-330, 2006, Springer

Echantillonnage de flux de gaz du sol

Jellali, S. 2000. Pollution d'aquifères poreux par les solvants chlorés, mécanismes de transport avec échanges entre phases, expérimentations sur site contrôlé avec le trichloréthylène. Ph.D. thesis. University of Louis Pasteur. Strasbourg. France.

Jellali, S., H. Benremita, P. Muntzer, O. Razakarisoa, and G. Schäfer. 2003. A large-scale experiment on mass transfer of trichloroethylene from the unsaturated zone of a sandy aquifer to its interfaces. J. Contam. Hydrol. 60:1-2:31-53.

Malherbe L., Hulot C., Pokryszka Z., Rouïl L. (2003) - Caractérisation des flux émis par un sol pollué. Revue Déchets Sciences et Techniques, 4ème trimestre 2003, p 16-19

Pokryszka Z., Tauziède C. ,1999, Method of measuring surface emissions of methane. Int. Conf on latest achievements in the field of mine ventilation, fire and methane hazard fighting, Szczyrk, Poland.

Pokryszka Z., Tauziède C., Cassini Ph. ,1995, Developpement and validation of a method for measuring biogas emissions using a dynamic chamber. 5th International Landfills Conference - Sardinia'95, Cagliari

Tillman F. D., Choi J. W., Smith J. A. ,2003,. A comparison of direct measurement and model simulation of total flux of volatile organic compounds from the subsurface to the atmosphere under natural field conditions. Water Resour. Res., 39(10): 1284-

Analyse des gaz du sol

Frezier A. et Zdanevitch I., 2002. Etude des tubes à diffusion pour la mesure des COVs dans la chambre d'exposition de l'INERIS. Rapport INERIS n°DRC-02-39251-AIRE-805.

INERIS, 2010, Gestion des sites et sols pollués, Caractérisation de la qualité de l'air ambiant intérieur en relation avec une éventuelle pollution des sols par des substances chimiques volatiles et semi-volatiles, INERIS, DRC-10-109454-02386B, 26 juin 2010.

TEC (Techniques de l'ingénieur), Desauziers V., « analyse des COV en traces dans l'air ».

Annexe 1

PRELEVEURS PASSIFS

DRAFT - V2

Principe des dispositifs de prélèvement passif

Le dispositif Beacon Passive Soil Gas (PSG) Sampler (anciennement EMFLUX)

Le système Beacon PSG Sampler comprend une cartouche d'environ 5 cm de long, l'outil d'insertion de celle-ci dans le sol et l'analyse de celle-ci. Ce collecteur passif comprend ainsi 100 mg d'adsorbant placé dans un vial en verre fermé par un bouchon plastique constituant la cartouche. Cette cartouche est disposée dans le sol après avoir été ouverte et retournée. Cette cartouche est installée à la profondeur désirée puis récupérée.



Vial contenant le préleveur passif, d'après Beacon Environmental Services, Inc,

Deux rapports relatant trois évaluations de cette technique ont été consultés (US EPA, 1998, 2010). Le rapport de l'US EPA de 1998 relate une étude plus ancienne de 1989 présentant une bonne corrélation entre les teneurs en nappe et les teneurs observées par le dispositif EMFLUX® (coefficient de corrélation de 0,91).

Le rapport de l'EPA de 1998 fait état d'une bonne détection (avec une sensibilité pouvant être supérieure à celle de la méthode par prélèvement actif) et d'une bonne évaluation des tendances entre les méthodes passives et actives, mais observe l'absence de corrélation entre les mesures par dispositifs passifs et les mesures par prélèvement dynamique.

Le rapport conclut à l'utilisation de cette méthode en phase de criblage des sources et du panache de vapeurs (identification et délimitation de l'extension), aux fins d'orienter l'échantillonnage des sols et des eaux.

La conversion est réalisée par une équation reliant la masse de contaminant détectée dans le vial et la concentration de contaminant des gaz du sol est décrite ci-dessous :

$$C = 10^3 * K W / (T R)$$

Avec :

C : concentration en gaz du sol (ng/l)

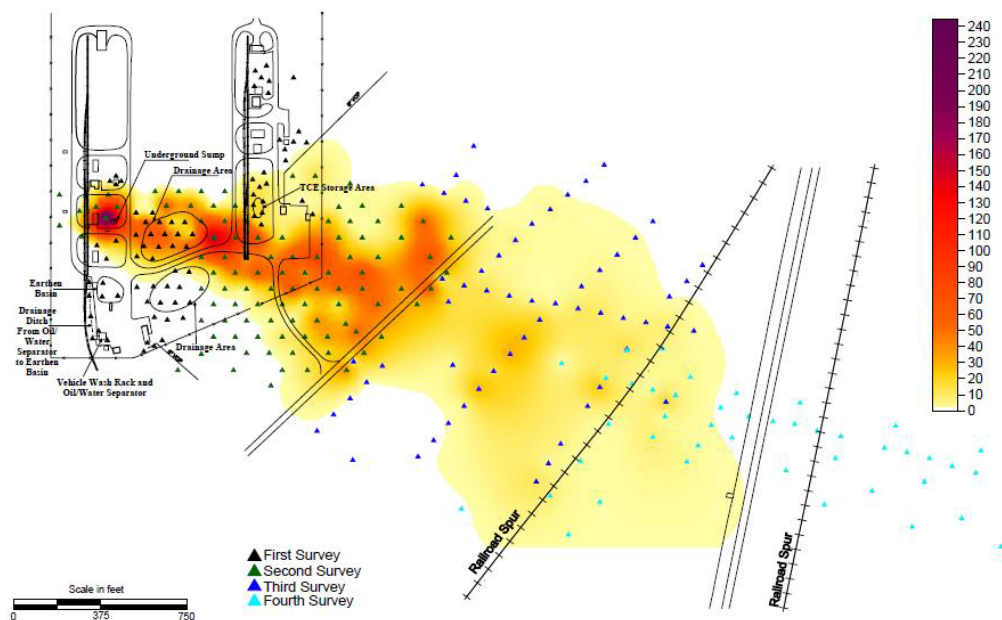
K : constante de la cartouche (s/cm³)

W : masse de contaminants détectée (ng)

T : durée de la période de collecte des gaz du sol (s)

R : facteur de récupération de l'adsorbant () : ce facteur est spécifique et lié à chaque combinaison contaminant/adsorbant (COHV, HCT, HAP)

Le principal inconvénient provient de l'absence de corrélation entre les valeurs obtenues par ce système et la méthode de référence consistant à un prélèvement par méthode dynamique. La mise en place et le retrait sont rapide (moins de 5 minute/échantillon). La durée de mise à l'équilibre (48 à 72 heures) apparaît suffisante pour l'utilisation en screening (90 \$ à 200 \$(1998)/ échantillon, dont 30% de coût de laboratoire, variant selon la technique employée).



Extension de panache de gaz de TCE obtenue par 4 campagnes de collecte de dispositif EMFLUX®, recalibrées. (d'après Beacon Environmental Services, Inc).

Cette méthode a été également testée sur le site de Hartford (US EPA, 2010) avec un bilan mitigé. La méthode de prélèvement dynamique est préférée pour ce type de site (contamination de petite à grande échelle par les hydrocarbures pétroliers).

Les méthodes optiques embarquées de screening rapides utilisées en conjonction avec la méthode de prélèvement dynamique des gaz est sol apparaissent les plus efficaces pour ce type de site (pétrolier).

Gore-sorber® de W.L. Gore & Associates

L'échantillonneur Gore-sorber® comprend une membrane imperméable à l'eau GORE-TEX®, perméable aux vapeurs, et chimiquement inerte, contenant plusieurs adsorbants. Le module, de 15 cm de long, est identifié par un référence unique et enfermé dans un vial en verre (coût : 125\$ à 240\$, en fonction des analyses). Ce module est mis en place dans le niveau crépiné du piézair et sécurisé avec un fil. Après une période d'équilibre (typiquement de 2 semaines), le module est retiré et retourné dans son vial de stockage.

L'échantillonneur Gore sorber® peut être utilisé sur des périodes plus longues (10 à 14 jours), permettant la détection de cheminement de vapeurs.



Module Gore Sorber® d'après la brochure Gore® surveys

Ce type de membrane est également utilisé pour l'échantillonnage passif des eaux, en sélectionnant des membranes moins perméable à l'eau, en fonction de la profondeur d'installation des échantillonneurs passifs. Dans le cas de l'échantillonnage des eaux, une corrélation élevée (plus de 0,97) a pu être observée entre ce type d'échantillonneur passif et les teneurs en nappes (US EPA, ETV, 1998, 2000).

Ces méthodes passives ont été jugées moins fiables que les méthodes classiques dynamiques sur le site de Hartford où une grande quantité d'hydrocarbures (BTEX) a été reconnue. Un biais (sous estimation forte des valeurs) a été mis en évidence sur ce site.

Ces systèmes dépendent de la diffusion des contaminants dans le sol et donc des paramètres liés à cette diffusion (type et porosité du sol, saturation en eau, concentration en contaminants et taux de diffusion, taux de matière organique). Dans le cas où le transport de gaz est assuré par un phénomène convectif au sein d'une porosité secondaire ou macroporosité de fissure/fracture, ces dispositifs apparaissent moins bien adaptés. Contrairement au prélèvement actif qui sollicite cette porosité secondaire, le prélèvement passif ne sollicite que le phénomène de diffusion, plus lent qui prend donc en compte un volume plus faible de sol. Le pompage barométrique (variation journalière de pression atmosphérique) influence néanmoins probablement ces dispositifs, et induit une fraction de transport convectif, lorsqu'ils sont placés à faible profondeur.

La fiabilité procurée par l'utilisation de ces préleveurs passifs est jugée (US EPA, 2010) comparable à la technique de mesure d'espace de tête (avec PID/FID) pour les prélèvements de sol, avec l'avantage d'une mesure immédiate pour la mesure en espace de tête. La limitation remarquée provient de la présence de zone hétérogène de faible perméabilité sur le site étudié (Hartford, US EPA, 2010). La présence de « faux négatifs » est donc à prendre en considération.

PRELEVEMENT ACTIF PAR METHODE DES FLUX INDUITS DES GAZ DU SOL

DRAFT - V2

Prélèvement actif par méthode des flux induits in situ

Principe de la méthode

La méthode consiste principalement à une extension du pompage actif : on cherche à suivre et à estimer un flux induit de polluant dans une cavité du sol ou une zone plus perméable en observant les variations de concentrations en vapeur ou gaz, lié à un taux d'entrée de polluant dans la cavité, pour un volume considéré comme confiné ou raisonnablement confiné (Tartre, 2006). Un équivalent de flux de vapeur généré et libéré in situ peut être déduit de ce taux en divisant celui-ci par la surface de la cavité créée.

L'interprétation consiste à analyser la mise en place de ce taux d'entrée de polluant, le temps de latence, la pente de la courbe de rebond pour déduire la proximité et l'importance de la source en COV sous un flux donné de gaz.

On distingue essentiellement :

1/ La période de purge où un flux advectif est imposé au sol.

En présence de sources sous forme libre ou adsorbée, un semi-équilibre se forme, qui est corrélé à la concentration des composants dans le sol (Tartre, 1997) dans la zone vadose. Cette méthode est applicable au BTEX et COHV.

Cette méthode peut être appliquée en injectant un traceur pour pouvoir évaluer le flux transitant à travers le sol, ou en injectant et récupérant le même débit dans un espace confiné connu (cavité de sondage) dans le cas de sol moins perméable. Dans le cas de matériaux peu perméable, c'est la macro perméabilité de fissure et fracture qui est alors explorée (Tartre, 2006).

2/ La période de rebond où un flux diffusif s'établit.

Ce flux diffusif provient de l'imposition d'un gradient de concentration dans les gaz du sol. L'estimation des flux diffusifs provient alors directement de l'interprétation des courbes de rebond.

Une analogie peut être faite avec l'interprétation des essais de pompage des eaux souterraines. Les profils physico-chimiques avant et après purge permettent de suivre la progression au sein de l'ouvrage d'eaux d'origines variables si celles-ci présentent des paramètres physicochimiques suffisamment distincts. Cela permet de comparer les états d'équilibre au sein du piézomètre avant et après purge, et ainsi d'appréhender les mouvements d'eau créés par la purge et le prélèvement (Guérin V. *et al.*, 2009).

Il faut noter que cette méthode d'interprétation des flux induits de gaz du sol est protégée par un brevet aux U.S.A. et Canada.

Application de la méthode

Cette méthode est appliquée lors d'un suivi et enregistrement des paramètres des gaz du sol par sonde (Ecoprobe®, Gasclam®, ou autre dispositif) et l'utilisation de deux débits de pompage, un débit élevé induisant un transfert convectif forcé vers l'ouvrage, puis un débit faible simulant des conditions de transfert en régime diffusif.

Il faut noter que le débit même faible de pompage dans le trou nu ou le piézair induit un transfert mixte convecto-diffusif, du fait de la dépression générée.

Une variante consiste à réaliser une recirculation des gaz dans le trou nu ou le piézair par la mise en place d'une double ligne d'air (injection/extraction), pour pouvoir observer un régime réellement diffusif.

Variante : Prélèvement actif et suivi des gaz du sol par méthode de type « Push-pull » (injection et extraction avec suivi des gaz du sol)

Les tests de type « push-pull » ont été utilisés dès la fin des années 1990 dans les aquifères pour estimer à petite échelle la dégradation (Istok J.D *et al*, 1997), puis pour évaluer plus précisément le taux de biodégradation dans les aquifères (Cunningham J.A. *et al*, 2005).

Cette méthode d'injection-extraction (push-pull test) a été appliquée aux gaz (Gas Push-Pull Test, « GPPT ») dans la zone vadose pour permettre une évaluation quantitative du potentiel de dégradation du méthane par les bactéries aérobies méthanotrophes. La méthode consiste en une injection et extraction contrôlée de méthane et d'oxygène, ainsi que de gaz traceur (Ar, Ne, He) dans la zone vadose.

Cette méthode est également utilisée pour la mesure des coefficients de diffusion effective in situ des gaz⁷. La méthode d'injection-extraction des gaz permet de valider les relations empiriques utilisées pour estimer la diffusion effective in situ des contaminants recherchés.

⁷ Celle-ci utilise généralement un gaz traceur non réactif tel que l'hélium (Hers. L *et al*, 2000). Les coefficients de diffusion effective sont généralement estimés à partir des coefficients de diffusion de la substance recherchée dans l'air, puis des corrections liés à la présence de l'eau et de la tortuosité engendrée par le milieu poreux

Annexe 3

FICHE DE PRELEVEMENT DE GAZ DU SOL

Date :		Code de gestion:			
SITE (dont commune, département):		ECHANTILLON Nom :		Référence(s)	
				Heure : ____ H ____ déb. pompage	
REALISATION DES PRELEVEMENTS:					
Entreprise:		Département		Signature	
Opérateur:				Heure : ____ H ____ fin pompage	
Contrôleur:					
MODE DE PRELEVEMENT		Type de sondage: <i>Tige creuse</i> diamètre: profondeur: type de sol:		Type de sonde: Profondeur de la sonde:	
				Type de pompe: Vidange:	
CONDITIONNEMENT/CONSERV.		Débit (ml/min)	Durée(s) pompage	Volume(s) pompé(s) (l)	Pompe
LABORATOIRES DE DESTINATION		moyen transport		temps transport	
INERIS: Chimie organique ☐ Laboratoire gaz ☐ Chimie minérale ☐ Ecotoxicologie ☐ Autre laboratoire 1 Autre laboratoire 2					
DESCRIPTION ECHANTILLON					
Couleur: oui non Description:					
Odeur		Type d'odeur			
☐ 1: sans ☐ 2: faible ☐ 3: moyenne ☐ 4: forte		☐ 01: "acide"/phéno 05: fraîche 09: mat. fécales ☐ 02: ammoniacale 06: H ₂ S 10: solvants ☐ 03: aromatique 07: huile minérale 11: terre ☐ 04: chlorée 08: marée 12: autre (à préciser)			
PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES			CONDITIONS ENVIRONNANTES		
air du sol PID/FID (ppm) _____ (Sur-)Pression (mba) dP: _____ P: _____ % oxygène (vol) _____ % CO ₂ (vol) _____ % CH ₄ (vol) _____ % CO (vol) _____ H ₂ S (ppm) _____ Autre: _____			atmosphère Type de temps: - Aujourd'hui: - Jours précédents: Revêtement sol: Remarque, croquis, réf. photo:		
NOM/LOGO DU CLIENT			 INSTITUT NATIONAL DE L'ENVIRONNEMENT INDUSTRIEL ET DES RISQUES		
FICHE SIGNALÉTIQUE DE PRÉLÈVEMENT D'AIR DU SOL					

Version 3 - 18/06/02

Annexe 4

TYPE DE SUPPORTS EN FONCTION DES COMPOSES CIBLES (D'APRES INERIS, 2010)

Type	Dénominations commerciales	Applications	Porosité	Granulo- (mesh)	Surface spécifique (m ² /g)	Densité (g/ml)	Stabilité thermique (°C)	Affinité pour l'eau	Désorption
Charbons actifs	Coconut Charcoal (Avesorb CS2) Petroleum Charcoal	Composés non polaires (acétone, benzène, chlorure de vinyle ... (bp de -60 à 50°C))	II	20/40	500 à 2000	0,4	220	hydrophile	Solvant ou Thermodes.
Noirs de carbone graphitisés (GBC)	Carbotrap (B)	C ₃ - C ₁₂ (bp >75°C, amines, cétones, aldéhydes, composés apolaires ...)	NP (sauf Carbotrap X et Carbopack X qui sont poreux)	20/40	100	0,36	> 400	Hydrophobes (les carbotrap X et Y sont les plus hydrophobes)	Solvant ou Thermodes.
	Carbotrap C	C ₈ - C ₂₀ } Alkyls benzène		20/40	10	0,72			
	Carbotrap F	> C ₂₀ } jusqu'à PCB		20/40	5	0,66			
	Carbotrap X	C ₃ - C ₅		20/40	250	0,41			
	Carbotrap Y	C ₁₁ - C ₂₀		20/40	25	0,42			
	Carbopack B (Avesorb CCB1, Carbopack 1)	C ₃ - C ₁₂ (bp >75°C, amines, cétones, aldéhydes, composés apolaires ...)		60 - 80	100	0,36			
	Carbopack C (Avesorb CCB2, Carbopack 2)	C ₈ - C ₂₀ (alkyls benzènes)		60 - 80	10	0,72			
	Carbopack F	> C ₂₀		60 - 80	5	0,66			
	Carbopack X	C ₃ - C ₅		60 - 80	250	0,41			
	Carbopack Y	C ₁₂ - C ₂₀		60 - 80	25	0,42			

M : macropores m : mésopores μ : micropores NP : non poreux

Type	Dénomination commerciale	Applications	Porosité	Granulo. (mesh)	Surface spécifique	Densité (mg/ml)	Stabilité thermique	Affinité pour l'eau	Désorption
Les polymères organiques (suite)	Haye Sep A, B, N, P, T	éthanol							Thermique
	Porapak P	Cétones, aldéhydes, alcools, glycols 50 < bp < 200°C, Mercaptans	M		50 - 100		250		
	Q		m		500 - 600		250		
	R	Formol	m		550 - 750		250		Thermique
	T	50 < bp < 150°C, nitriles volatils, alcools, pyridine	m		250 - 350		190		
Adsorbants Inorganiques	N	Pesticides chlorés ou phosphorés, HAP, PCB	m - M		225 - 350		190		Solvant
	Mousse polyuréthane								
	Silice (Florisil, Chromasil, Porasil, Durapak)	Composés polaires		35/60	300 à 800	0,74	180	Hydrophiles	Solvant
	Alumine activée	C ₂ - C ₅							
	Zéolithes	Ethanolamine, benzène			100 à 300		350		
	Thermotrap TA	Oxydes nitrés, acroléine, formol, méthanol					500	Hydroph.	Solvant, T°
		Amines, cp. oxygénés, cp. halogénés							

M : macropores m : mésopores μ : micropores NP : non poreux

Type	Dénomination commerciale	Applications	Porosité	Grand. (mesh)	Surface spécifique (m ² /g)	Densité (g/ml)	Stabilité thermique (°C)	Affinité pour l'eau	Désorption
Les polymères poreux	Tenax TA	C ₃ - C ₁₀ , 100 < bp < 400°C, apolaires avec bp > 100, polaires avec bp > 150	M	60/80	35	0,25	350	Hydrophobes	Solvant, T°
	Tenax GR	C ₇ - C ₁₀ , 100 < bp < 450°C, alkyls benzéniques, PAH, PCD, Alcools lourds	(720 Å)	60/80	35	0,55	350	Hydrophobes	Thermique
	Chromosorb 101	Ex : Organométalliques (Hg)	M (3500Å)		30		275	Hydrophobes	Thermique
	Chromosorb 102	Ex : C ₆ - C ₁₂ , pesticides chlorés, pd oxygé.	M (85 Å)		300 - 400		250	Hydrophobes	Thermique
	Chromosorb 103	Ex : amines	M	40 - 80	15 - 25		275	Hydrophobes	Thermique
	Chromosorb 104		M		100 - 200		250	Hydrophobes	Thermique
	Chromosorb 105	C ₆ - C ₁₂	m		600 - 700		250	Hydrophobes	Thermique
	Chromosorb 106	50 < bp < 200°C	m		700 - 800		225	Hydrophobes	Thermique
	Chromosorb 107		m		400 - 500		225	Hydrophobes	Thermique
	Chromosorb 108		M		100 - 200		225	Hydrophobes	Thermique
	Amberlite XAD - 1	Composés non polaires : hydrocarbures halogénés, pesticides, herbicides, aldéhydes, PCB, composés azotés, dioxines	m (90)		350		200	Moyennement hydrophobes	Solvant
	Amberlite XAD - 2		m (50)	20 - 50	725		200	Moyennement hydrophobes	Solvant
	Amberlite XAD - 4		m (90)		450		200	Moyennement hydrophobes	Solvant
	Amberlite XAD - 7	Composés polaires	M (235)		140		200	Moyennement hydrophobes	Solvant
	Amberlite XAD - 8								
	Amberlite XAD - 9								

M : macropores m : mésopores μ : micropores NP : non poreux

Type	Dénomination commerciale	Applications	Porosité	Granulo. (mesh)	Surface Spécifique (m ² /g)	Densité (g/ml)	Stabilité thermique (°C)	Affinité pour l'eau	Désorption
Tamis Moléculaires carbonés	Carbosieve G	C ₂ - C ₅ (< 60°C < bp < 60° C ; étones)	II (15 à 40 Å)	60/80	820	0,61	> 400	Très hydrophobes	Solvant ou Thermodés. (300 à 400°C)
	Carbosieve S — II								
	Carbosieve S — III (tamisau CMS et 747)								
	Carboxen 563 (Amesap ZE 407, 747, 748 et 749)								
	Carboxen 564 (Amesap ZE 407, 747, 748 et 749)	C ₁ - C ₅ Oxide d'éthylène, CS ₂ , CH ₂ Cl ₂ , CH ₂ Cl, méthanol, éthanol, acétone, cétones (< 100°C < bp < 150° C)	II (15 à 40 Å)	20/45	510	0,53	> 400	Très hydrophobes	Solvant ou Thermodés. (300 à 400°C)
	Carboxen 569			20/45	400	0,50			
	Carboxen 1000 (Amesap ZE 407, 747, 748 et 749, Amesap ZE 407, 747, 748 et 749, Amesap ZE 407, 747, 748 et 749)			45/60 et 60/80	1200	0,44			
	Carboxen 1001			60/80	500	0,61			
	Carboxen 1002	Adapté au prélèvement de petit volumes et de composés très volatils	NP	40/60	1100	0,43			
	Carboxen 1003			40/60	1000	0,46			

M : micropores m : mésopores μ : micropores NP : non poreux

L'ADEME EN BREF

L'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME) est un établissement public sous la triple tutelle du ministère de l'Ecologie, du Développement durable, des Transports et du Logement, du ministère de l'Enseignement supérieur et de la Recherche et du ministère de l'Economie, des Finances et de l'Industrie. Elle participe à la mise en œuvre des politiques publiques dans les domaines de l'environnement, de l'énergie et du développement durable.

Afin de leur permettre de progresser dans leur démarche environnementale, l'agence met à disposition des entreprises, des collectivités locales, des pouvoirs publics et du grand public, ses capacités d'expertise et de conseil. Elle aide en outre au financement de projets, de la recherche à la mise en œuvre et ce, dans les domaines suivants : la gestion des déchets, la préservation des sols, l'efficacité énergétique et les énergies renouvelables, la qualité de l'air et la lutte contre le bruit.



ADEME
20, avenue du Grésillé
BP 90406 | 49004 Angers Cedex 01

www.ademe.fr

ABOUT ADEME

The French Environment and Energy Management Agency (ADEME) is a public agency under the joint authority of the Ministry for Ecology, Sustainable Development, Transport and Housing, the Ministry for Higher Education and Research, and the Ministry for Economy, Finance and Industry. The agency is active in the implementation of public policy in the areas of the environment, energy and sustainable development.

ADEME provides expertise and advisory services to businesses, local authorities and communities, government bodies and the public at large, to enable them to establish and consolidate their environmental action. As part of this work the agency helps finance projects, from research to implementation, in the areas of waste management, soil conservation, energy efficiency and renewable energy, air quality and noise abatement.

www.ademe.fr.



ADEME
20, avenue du Grésillé
BP 90406 | 49004 Angers Cedex 01

www.ademe.fr