



# Traitabilité des sols pollués

Guide méthodologique pour la sélection des techniques  
et l'évaluation de leurs performances



DOCUMENT DE REFERENCE

**ADEME**



Agence de l'Environnement  
et de la Maîtrise de l'Energie

# SOMMAIRE

<b>1</b>	<b>Description des techniques de traitement</b>	<b>3</b>
1.1	<b>Techniques de séparation</b>	<b>5</b>
1.1.1	Tri par des techniques physiques ou physico-chimiques	5
1.1.2	Lavage par agents chimiques ou tensio-actifs	7
1.1.3	Extraction sous pression réduite et extraction multiphasique	15
1.1.4	Désorption thermique	21
1.1.5	Bio – lixiviation	27
1.1.6	Phytoremédiation par phytoextraction	37
1.2	<b>Techniques de stabilisation – immobilisation des polluants</b>	<b>41</b>
1.2.1	Phytoremédiation par phytostabilisation	41
1.2.2	Stabilisation physico-chimique	45
1.2.3	Bio-immobilisation	47
1.3	<b>Techniques de dégradation des polluants</b>	<b>51</b>
1.3.1	Traitement biologique des composés organiques	51
1.3.2	Oxydation chimique in situ	62
<b>2</b>	<b>Déroulement du programme à l'origine de la méthodologie</b>	<b>64</b>
2.1	Partenaires à l'origine de la réalisation de la méthodologie	64
2.2	Problématiques de travail	65
2.3	Choix des objectifs pour l'étude	66
<b>3</b>	<b>Résultats de l'évaluation des essais de traitement de sol</b>	<b>70</b>
<b>4</b>	<b>Validation et mise à jour de la méthode</b>	<b>234</b>

# 1 Description des techniques de traitement

L'objectif de ce chapitre consiste à présenter le principe des différentes techniques prises en compte dans ce guide, les modalités de leur application, leurs variantes possibles ainsi que le retour d'expérience dont elles bénéficient. Le lecteur est invité à se reporter à la section bibliographique placée à la suite de ce chapitre pour plus d'informations.

Les 11 familles ou ensembles de techniques retenus pour le programme sont :

- Les tris physiques ou physico-chimiques,
- Le lavage par agents chimiques ou tensio-actifs,
- L'extraction sous pression réduite et extraction multiphasique
- La désorption thermique
- La phytoextraction
- La biolixiviation
- La stabilisation physico-chimique
- La bio-immobilisation
- La phytostabilisation
- La biodégradation
- L'oxydation chimique in situ

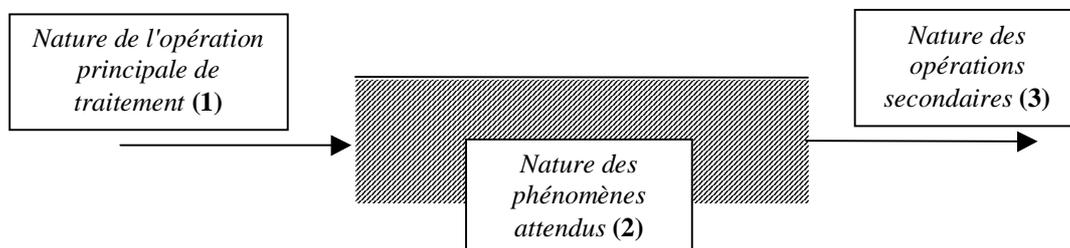
Elles peuvent être regroupées en sous-groupes. Ainsi on peut distinguer :

- les techniques visant à séparer les polluants de la matrice solide,
- les techniques ayant pour but de stabiliser les polluants,
- les techniques dont le but est de dégrader les polluants.

Leur présentation ci-après suit cette classification.

Pour chaque technique, un schéma de principe est présenté selon l'un des deux modèles suivants selon le mode de mise en œuvre de la technique :

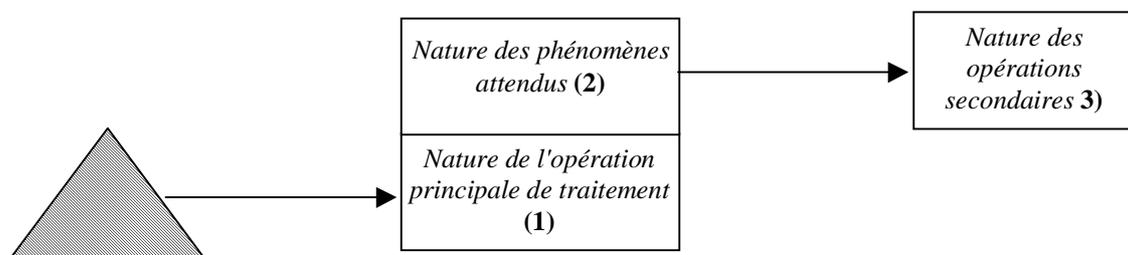
### **Techniques in situ**



**Figure 1 – Schéma de principe général de techniques de traitement in situ**

- (1) *par exemple* : application d'un vide partiel ; élévation de la température ; semence de végétaux ; mise en contact d'agents chimiques avec le sol ; apport d'oxygène
- (2) *par exemple* : aspiration de la phase gazeuse du sol ; désorption de la phase gazeuse du sol ; transfert des métaux dans les végétaux ; immobilisation des polluants ; dégradation des polluants
- (3) *par exemple* : captage et traitement des gaz extraits ; récolte et traitement des végétaux

### **Techniques sur site et hors site**



**Figure 2 – Schéma de principe général de techniques de traitement sur site ou hors site**

- (1) *par exemple* : application de principes physiques de séparation ; mise en contact d'agents chimiques en solution avec le sol ; mise en contact d'agents tensio-actifs en solution avec le sol ; élévation de la température du sol ; activation du métabolisme de microorganismes en contact avec le sol en solution
- (2) *par exemple* : séparation de la fraction de sol la plus riche en polluants ; solubilisation des polluants ; désorption de la phase gazeuse du sol ; immobilisation des polluants ; dégradation des polluants
- (3) *par exemple* : élimination de la fraction enrichie du sol ; séparation de la phase liquide ; traitement des effluents liquides ; recyclage de l'agent chimique ; recyclage du tensio-actif ; captage et traitement des gaz extraits ; surveillance du comportement du sol traité

## 1.1 Techniques de séparation

### 1.1.1 Tri par des techniques physiques ou physico-chimiques

Les procédés par tri physique ou physico-chimique ont pour cible les contaminations liées aux constituants solides du sol. Ils ne s'adressent pas aux pollutions des phases gazeuses ou dissoutes.

L'objectif des traitements par tri est de réduire la masse de matériaux contaminés en séparant les particules contaminantes des particules "propres". Cela permet, à partir des sols initiaux, d'obtenir deux matériaux distincts :

- d'un côté, un produit correspondant à une part importante des solides du sol, ne contenant plus qu'une infime proportion des contaminants présents au départ, avec une teneur permettant de banaliser ces matériaux,
- d'un autre côté, un résidu, de volume réduit, renfermant la quasi-totalité des polluants. Le confinement ou l'inertage ne porte alors que sur cette fraction résiduelle, d'où une réduction importante des coûts.

Les procédés de traitement par tri physique ou physico-chimique utilisent un ensemble de techniques qui se classent en fonction de la principale propriété des constituants du sol qu'elles mettent en avant pour effectuer la séparation. On distingue ainsi :

- les séparations granulométriques (par trommel, crible, hydrocyclone, etc.),
- les séparations gravimétriques (par spirale, table à secousse, etc.),
- les séparations magnétiques (basse intensité, haute intensité, etc.),
- la flottation (séparation utilisant les différences de propriété de surface – hydrophobie – entre constituants du sol).

Le schéma de principe d'un tel procédé se présente donc comme suit :

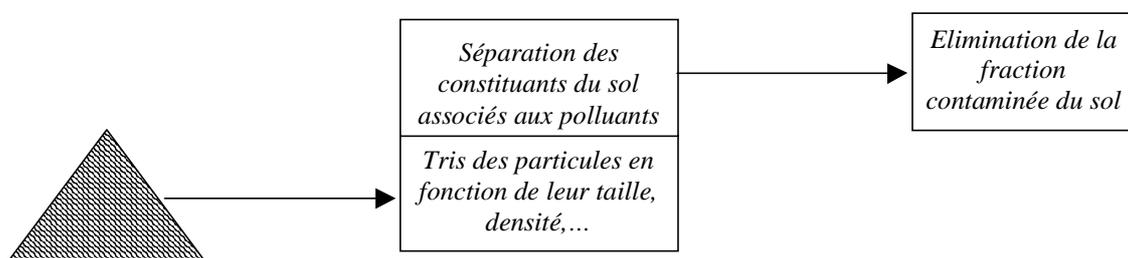


Figure 3 - Schéma de principe des procédés de tri par des techniques physiques ou physico-chimiques.

## Techniques de séparation - Tris physiques ou physico-chimiques

---

Les techniques de tris physiques et physico-chimiques sont employées dans de nombreux procédés de traitement de sols ou de sédiments, à une échelle industrielle (usine de Moerdijk d'Arcadis, de Weert de BSN, procédé Lurgi Deconterra, etc. ). Souvent ces procédés combinent plusieurs de ces techniques: séparations granulométriques par cribles et par hydrocyclones, séparation magnétique, séparation gravimétrique par spirales, etc.

Ces techniques peuvent s'utiliser pour une large gamme de contaminants : pollutions métalliques, organiques ou mixtes (organiques et métalliques) ou même radioactives [7]. Mann [11], par exemple, rappelle dans son article les résultats d'un ensemble de projets réalisés aux USA et pour lesquels des mélanges de contaminants métalliques (chrome-nickel-cuivre, cuivre-plomb-zinc ), des contaminants organiques (naphtalène, etc.) ou des pollutions mixtes ont été traités.

Outre les techniques de tri, ces procédés comportent généralement des opérations complémentaires de préparation mécanique (attrition, débouillage) et / ou de traitement des rejets (séparation solide-liquide,...). Ces opérations font partie intégrante des procédés et doivent être prises en compte dans l'évaluation technico – économique de ceux-ci. Elles sont donc souvent abordées lors de l'évaluation de la traitabilité.

Parfois les procédés combinent des méthodes physiques et des extractions chimiques qui sont décrites dans le chapitre sur le lavage chimique.

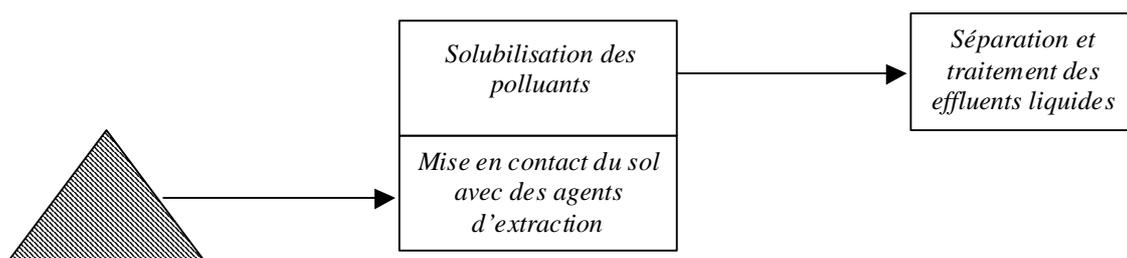
## 1.1.2 Lavage par agents chimiques ou tensio-actifs

L'extraction par lavage est une méthode de dépollution de sols qui consiste à extraire le ou les polluants par dissolution à l'aide d'un réactif approprié dans le but de « laver » le sol en mobilisant le contaminant sans le détruire ou dans certains cas en le transformant par réaction chimique. Le schéma de principe de ces procédés est présenté ci-après.

Les agents d'extraction utilisés dans des opérations de dépollution ou en cours d'évaluation sont extrêmement variés (eau seule, acides, bases, oxydants, réducteurs, complexants, solvants organiques, tensio-actifs, ...) et sont sélectionnés selon la nature du sol et de la pollution.

La technique de traitement de sols pollués par lavage au moyen d'agents tensio-actifs est très souvent envisagée dans les cas les plus courants de pollution organique des sols, c'est-à-dire ceux qui concernent les hydrocarbures d'origine pétrolière. C'est dans ce type d'application, préférentiellement vis-à-vis de pollution par des gazole, fiouls, pétrole brut, HAP, purs ou en mélange, que la technique de lavage par agents tensio-actifs est décrite ici.

Lorsqu'elle est mise en œuvre sur site ou hors site, la technique du lavage par agents chimiques ou tensio-actifs génère deux phases, l'une solide constituée de la grande majorité du sol, l'autre liquide constituée de l'agent d'extraction et des éléments qu'il a mobilisés. Ces deux phases sont ensuite séparées. Cette opération s'effectue par drainage du sol (cas du lessivage en tas, etc.) ou par des méthodes usuelles de séparation solide - liquide : décantation, filtration, centrifugation,... La phase liquide, qui contient les contaminants extraits, fait généralement l'objet d'un traitement d'épuration ou de régénération.



**Figure 4 - Schéma de principe des procédés de lavage par agents chimiques ou tensio-actifs sur site ou hors site**

Lorsqu'elle est mise en œuvre in situ, la technique du lavage par agents chimiques ou tensio-actifs génère une phase liquide constituée de l'agent d'extraction et des éléments qu'il a mobilisés. Cette phase doit être recueillie pour éviter le transfert de la pollution au droit et autour du site. Cette opération s'effectue par pompage.

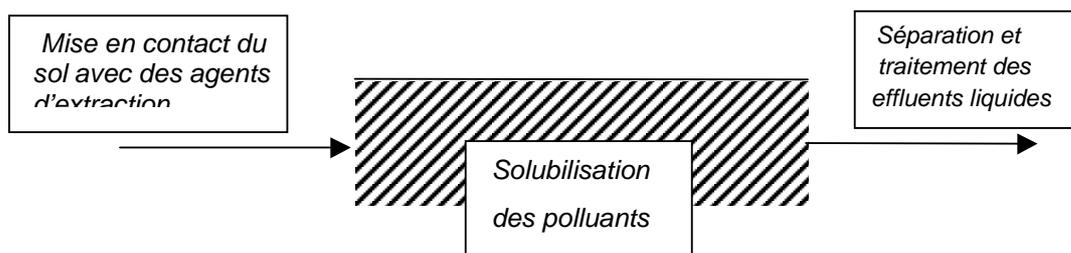


Figure 5 - Schéma de principe des procédés de lavage chimique in situ

Les techniques de lavage de sol peuvent se classer en techniques par percolation et techniques par agitation.

### 1.1.2.1 Techniques par percolation

La mise en œuvre d'un lavage par percolation peut s'effectuer soit in situ, soit, plus fréquemment, sur site ou hors site.

#### Techniques in situ

Le traitement s'effectue sur le sol en place. Les solutions de réactifs sont injectées par pompage ou arrosage au niveau des contaminations. Après percolation et mise en solution des polluants, les eaux souterraines sont récupérées par des structures de drainage (forages, tranchées drainantes, etc...), puis sont traitées et le plus souvent réinjectées dans le sous-sol.

Le lavage chimique in situ est une technologie de dépollution innovante. La mise en œuvre de techniques de dépollution in situ conventionnelles, comme par exemple le « *Pump & Treat* » ou l'extraction des gaz du sol (« *Soil Vapour Extraction* » ou « *Soil venting* ») se traduit très fréquemment par des durées de dépollution très longues et un délai d'atteinte des objectifs de dépollution difficile à pronostiquer. Bien qu'ayant la réputation d'être coûteuses et de manquer de projets de références, les techniques de dépollution innovantes peuvent aujourd'hui pallier aux inconvénients de temps/coûts de fonctionnement des techniques classiques. Les techniques de lavage in situ figurent parmi ces nouvelles technologies. Elles ont été développées aux Etats-Unis depuis le début des années 90. Elles constituent par ailleurs une alternative intéressante aux unités de lavage sur site ou hors site mobiles ou semi mobiles car elles sont particulièrement bien adaptées à certaines situations particulières dans lesquelles l'excavation n'est pas ou difficilement envisageable (accessibilité de la zone source, risques inhérents à l'excavation, etc.).

Leur mise en œuvre est recommandée dans les cas où, en sus d'une configuration de site favorable, elles peuvent apporter des solutions aux problèmes d'encombrement et géotechniques associés aux techniques sur site ou hors site nécessitant excavation.

## Techniques de séparation - Lavage par agents chimiques ou tensio-actifs

Le traitement par lavage chimique in situ peut s'intégrer à un train de mesures/opérations de dépollution selon les conditions du site, la stratégie de dépollution suivie et les objectifs à atteindre.

On considère 2 cas de figure pour la mise en œuvre des techniques de lavage in situ :

- 1- Techniques de lavage spécifiques aux sources situées dans la zone non saturée (ZNS),
- 2- Techniques de lavage spécifiques aux sources situées dans la zone saturée (ZS),

Les techniques de lavage in situ peuvent être regroupées en 3 catégories :

- 1. Le lavage hydraulique de la zone saturée soutenu par des agents surfactants (« Surfactant flushing »)**
- 2. le lavage hydraulique de la zone saturée soutenu par co solvation (« co solvent flushing »)**
- 3. le lavage chimique des sols (« Soil flushing »).**

La mise en contact des polluants in situ avec les agents chimiques et/ou la récupération des polluants/agents chimiques s'effectue au moyen d'une boucle hydraulique qui permet par ailleurs, par une maîtrise des écoulements locaux, de se prémunir de tout impact non contrôlé sur la qualité des eaux souterraines. **En ce sens, cette technique peut être considérée comme une technique de soutien des techniques classiques de « Pump & Treat ».**

Les mécanismes en jeux sont les suivants :

1. La solubilisation et une mobilisation par réduction des forces de rétention capillaires par des agents tensio-actifs pour les polluants organiques en phase,
2. une augmentation de la solubilité dans l'eau des polluants organiques,
3. Une solubilisation par déplacement des conditions eh/pH du milieu pour les métaux.

Le dimensionnement d'une opération de traitement par lavage chimique in situ et par conséquent le processus décisionnel ayant conduit au choix de la technique sont complexes. La faisabilité et l'efficacité de cette technique reposent sur :

- La capacité du milieu poreux à véhiculer le flux d'agent chimiques vers le domaine pollué,
- La capacité de l'agent chimique à mobiliser/extraire le polluant,
- La capacité du milieu poreux du domaine pollué à assurer le contact des masses de polluants avec l'agent chimique,
- La capacité du milieu poreux à véhiculer le flux de solution d'agent chimique et de polluant en aval du domaine pollué vers des dispositifs d'extraction hydrauliques,
- La capacité du polluant à être séparé de la solution d'agent chimique.
- L'innocuité de la technique vis-à-vis de la santé humaine et de la ressource en eau.

## Techniques de séparation - Lavage par agents chimiques ou tensio-actifs

---

La caractérisation hydrodynamique du site à dépolluer, bien souvent préliminaire à la nécessaire modélisation hydrodynamique et hydrodispersive, est donc un élément crucial dans l'analyse de la faisabilité technique du traitement. Les pilotes réalisés depuis ces 15 dernières années ont démontré que les échecs ou les faibles rendements de l'extraction étaient plus souvent liés à une mauvaise maîtrise des écoulements des eaux souterraines, des solutions d'agents chimiques, des polluants mobilisés qu'à une mauvaise formulation de la solution d'agents chimiques. Une connaissance complète des caractéristiques du milieu poreux, des écoulements multi phasiques, et des mécanismes physiques en jeu sont requis pour le dimensionnement.

La technologie du lavage in situ est interdisciplinaire ; elle fait appel à d'autres compétences et expertises que celles demandées pour les techniques sur site et hors site : hydrogéologie, modélisation, géotechnique, ingénierie des techniques séparatives, etc.

### **Techniques ex-situ**

Les techniques ex-situ de traitement chimique par percolation consistent principalement en des lessivages de sol en tas. La première étape du traitement consiste en la mise en place des infrastructures : aires étanches de lessivage, bassins de gestion des solutions et effluents, unité de traitement des effluents. Puis le tas est constitué, sur une hauteur qui est fréquemment de l'ordre d'un à deux mètres. La solution réactive est ensuite injectée au sommet du tas via des dispositifs d'arrosage (rampe d'aspersion, arroseurs,...). Elle percole à travers ce dernier, entraînant les contaminants en solution, puis atteint la couche de drainage préparée à la base du tas et est ainsi récupérée et acheminée jusqu'à un bassin ou une cuve de stockage. Cette solution est ensuite traitée dans l'unité de traitement des effluents puis soit recyclée pour le lessivage des tas, soit rejetée. L'opération de lessivage dure usuellement plusieurs mois et l'aspersion par la solution réactive s'effectue le plus souvent de manière discontinue. Des bilans périodiques par mesures des teneurs solides résiduelles (après carottage du tas) et analyse des volumes et teneurs des effluents, permettent de suivre la dépollution et de vérifier le niveau d'extraction atteint.

#### **1.1.2.2 Techniques par agitation**

Il s'agit de procédés exclusivement ex-situ dans lesquels les sols sont mis en contact avec la solution dans des réacteurs agités.

Ces procédés comportent systématiquement une première phase de préparation du sol. Elle consiste en l'élimination, par criblage, des éléments grossiers qui ne peuvent être gérés par les réacteurs agités : galets, etc...

## Techniques de séparation - Lavage par agents chimiques ou tensio-actifs

---

Puis, le sol est mis en pulpe, en une ou plusieurs étapes, avec la solution réactive, dans un réacteur agité. Le contact sol – solution est maintenu le temps nécessaire pour permettre à la cinétique de mise en solution des contaminants d'atteindre le niveau recherché. Cette durée peut être atteinte soit au sein du même réacteur fonctionnant en discontinu, soit par le biais d'une cascade de réacteurs en série se déversant les uns dans les autres (fonctionnement continu). L'agitation dans les réacteurs maintient les solides en suspension dans la phase liquide et accélère considérablement les cinétiques d'échanges. Le type de réacteur dépend des réactifs utilisés et du constructeur : par exemple les réacteurs peuvent être entièrement clos (utilisation de solvant volatils), à double enveloppe (pour le contrôle de la température), l'agitation peut être mécanique (pales de rotor) ou hydrodynamique, etc...

Après les étapes de mise en solution, les deux phases, solide et liquide, sont ensuite séparées par des méthodes usuelles de séparation solide-liquide : décantation, filtration, centrifugation, ... La phase liquide, qui contient les contaminants extraits, fait alors l'objet d'un traitement : régénération, neutralisation, etc.... Le solide quant à lui est généralement rincé pour éliminer la solution contaminée résiduelle.

Les méthodes de lavages chimiques ont déjà fait leur preuve dans un grand nombre de cas ; pour mémoire nous citerons un certain nombre d'entre eux.

Ainsi, Anjou Recherche a développé un procédé de traitement du chrome par extraction chimique en réacteur agité. Il a été testé à une échelle pilote semi-industrielle de débit nominal 100 kg/h [13]. Il comporte une première étape de tri granulométrique pour enlever la fraction grenue (>100µm) non polluée, puis une mise en solution, par un agent oxydant, du chrome contenu dans la fraction fine (l'oxydation transforme le Cr<sub>III</sub> en Cr<sub>VI</sub> plus mobile). Ces opérations sont suivies d'une séparation solide-liquide par filtre presse. Le traitement de la phase liquide est ensuite effectué par procédé physico-chimique : acidification, réduction, précipitation et floculation, avec de nouveau une séparation solide-liquide pour séparer l'effluent traité du précipité renfermant le chrome.

Pour traiter des contaminations par des polluants organiques, l'extraction est parfois réalisée par un solvant. En France, une unité industrielle, gérée actuellement par Sita FD, utilise ce principe pour le traitement notamment des HAP, hydrocarbures et PCB. Le solvant utilisé est du dichlorométhane. Après les étapes d'extraction des polluants et de séparation liquide - solide, une distillation de la phase liquide est effectuée pour permettre le recyclage du solvant dans le circuit. Le solvant résiduel encore présent dans les terres est éliminé par une extraction par de la vapeur [16].

De nombreuses sociétés ont développé des technologies (laveurs malaxeurs en trommels ou cellules agitées) et des procédés de lavage à l'eau. Parmi celles-ci, on citera Alfa-Laval (Suède), Lurgi (Allemagne), Bilfinger (Allemagne), Heidemij (Hollande), Klockner (Hollande), Westinghouse (Etats-Unis).

## Techniques de séparation - Lavage par agents chimiques ou tensio-actifs

---

Des études menées à l'IFP sur différents types de sols pollués par des hydrocarbures ont donné, à l'échelle du laboratoire et du petit pilote, les résultats suivants :

- cas d'une pollution par du fioul lourd n°2 : il est impératif de travailler à une température de 60-70°C. Aucune technique ou formulation de lavage n'a permis le lavage de la fraction granulométrique inférieure à 200 µm. En revanche, des teneurs résiduelles de l'ordre de 1 g/kg peuvent être obtenues sur la fraction granulométrique supérieure à 200 µm,
- cas de sols pollués par des goudrons de houille : il existe un gros problème d'agglomération des fines qui rend toute opération de lavage problématique,
- cas de sables pollués par du gazole ou du fioul domestique : il n'y a pas de problème en absence d'argiles et donc de fines pour atteindre des valeurs résiduelles en hydrocarbures de l'ordre de 0,5-1,0 g/kg sol,
- cas de sols hétérogènes pollués par des fractions lourdes d'hydrocarbures dont la teneur représente 72 % des composés pyrolysables. La concentration en hydrocarbures totaux est comprise entre 17,1 et 22,3 g/kg. Sur la fraction granulométrique supérieure à 200 µm, qui représente 70 % du sol, la teneur résiduelle en hydrocarbures, obtenue par lavage avec le tensio-actif non-ionique NP9 à 5 g/l, est de 1,9 g/kg. Les hydrocarbures se retrouvent concentrés sur la fraction de fines (26 g/kg). Compte tenu de la présence de composés lourds, un test de traitabilité a été complété par une pré-imprégnation du sol pollué avec un solvant organique à 10 % en masse (le ketrul), suivi du lavage avec du NP9 à 5 g/l. En terme d'efficacité, peu de différences sont observées, avec un lavage seul, sur la fraction >200 ppm. Sur le lavage des fractions <200 µm, un effet positif de l'action du solvant est observé, à condition d'y adjoindre une étape finale de centrifugation. Dans ce cas, la teneur résiduelle en hydrocarbures est de 13 g/kg contre 26 g/kg pour l'essai réalisé avec seulement le tensio-actif.

La bibliographie n'explore que rarement l'influence de la matrice, néanmoins celle-ci est déterminante à deux niveaux :

- D'une part, en raison du contrôle direct qu'exercent les constituants du sol sur la redistribution des polluants entrant dans le sol de part leur nature (argiles, oxyhydroxydes, matière organique, ...), leur proportion et des équilibres chimiques qu'ils génèrent (y compris activité biologique). A titre d'exemple, pour une même source de pollution atmosphérique (issue de la métallurgie des non-ferreux), les distributions du plomb dans le sol peuvent être très distinctes, selon la nature du sol (sol de bois ou de champ agricole). Pour les polluants organiques, des essais de sorption sur de la kaolinite ont montré une capacité de rétention d'hydrocarbures augmentée d'un facteur mille si cette dernière est préalablement enrobée de matière organique (à surface spécifique approximativement équivalente) (Travaux de Saada et al. [26]). Dans ces deux cas, les conséquences sur les potentialités de traitement seront déterminantes.

## Techniques de séparation - Lavage par agents chimiques ou tensio-actifs

---

- D'autre part, indépendamment même de l'influence de la matrice sur les polluants, la plus ou moins grande proportion de certains constituants aura un rôle déterminant sur les possibilités de traitement (exemple des carbonates de calcium qui entraînent une forte consommation d'EDTA, au détriment des phases porteuses des polluants et rendent le lavage non compétitif)



# Techniques de séparation – Extraction sous pression réduite et extraction multiphasique

## 1.1.3 Extraction sous pression réduite et extraction multiphasique

Dans la **zone insaturée**, une pollution organique peut se trouver sous quatre formes différentes:

- la phase solide, c'est-à-dire adsorbée sur les particules de sol,
- la phase organique libre (PLNA),
- la phase liquide aqueuse (composés organiques dissous),
- la phase gazeuse (air et vapeurs organiques).

Des phénomènes d'échange se produisent entre ces phases. A l'équilibre, les concentrations de tous les composés dans chaque phase peuvent être décrites par des équations d'équilibre et des coefficients de partage. Ces équilibres sont schématisés ci-dessous :

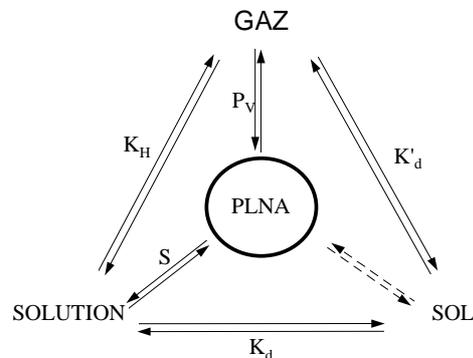


Figure 6 - Représentation des équilibres entre les phases dans la zone insaturée

Lors du traitement par extraction sous pression réduite, l'extraction des gaz du sol réduit la concentration des composés organiques dans la phase gazeuse et déplace les équilibres entre la phase gazeuse et les autres phases dans le sens de l'évaporation.

Le principe du traitement de sols pollués par extraction sous pression réduite peut être schématisé ainsi :

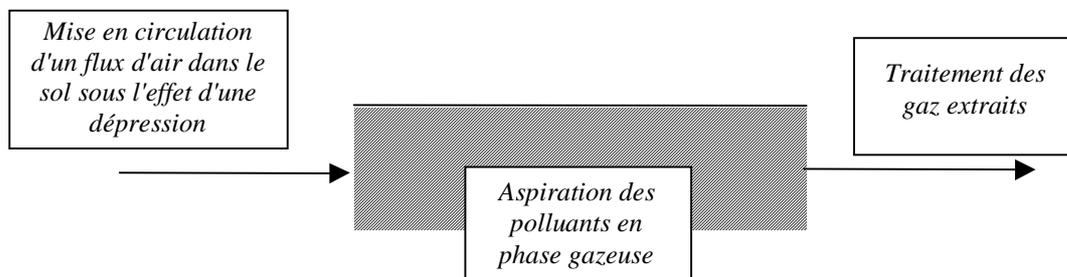
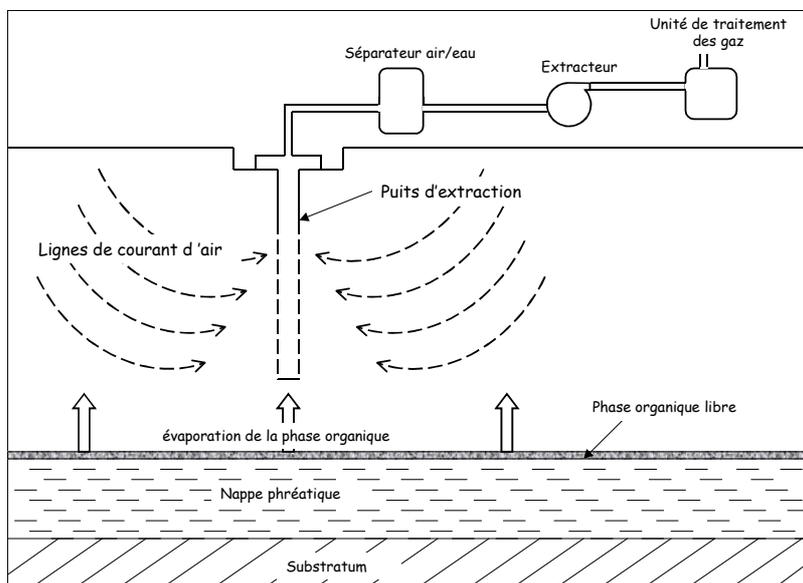


Figure 7 - Schéma de principe du traitement de sols pollués par extraction sous pression réduite

L'extraction sous pression réduite ou extraction par air vacuum ou Soil Vapor Extraction (SVE) consiste en une extraction des gaz du sol sous vide partiel à l'aide d'une pompe.

## Techniques de séparation – Extraction sous pression réduite et extraction multiphasique

La dépression créée, de l'ordre de quelques centaines de millibars, provoque une forte aspiration de la phase gazeuse du sol qui se fait ressentir dans un rayon de quelques mètres à quelques dizaines de mètres selon les caractéristiques du sol (nature, structuration, perméabilité) et qui entraîne les polluants volatils.



**Figure 8 - Description schématique du procédé d'extraction sous pression réduite**

Un système d'extraction sous pression réduite met en œuvre :

- un réseau de puits d'extraction munis d'un conduit d'aspiration, de diamètre variable (5 à 30 cm) selon la technologie et de profondeur variable selon la profondeur de la zone polluée,
- une pompe à vide,
- une jauge à vide pour mesurer la dépression,
- un débitmètre pour contrôler le flux de gaz,
- un système de traitement des vapeurs

et optionnellement:

- une couverture imperméable pour éviter les infiltrations d'eau pendant le traitement et étendre le rayon d'influence de la dépression issue d'un puits,
- un système de puits d'injection d'air pour travailler en venting,
- un système de séparation air/eau pour protéger la pompe en cas de remontée d'eau et améliorer l'efficacité du traitement des gaz extraits.

Le traitement des gaz extraits peut s'effectuer à l'aide de différentes technologies :

- L'incinération (concentrations des effluents gazeux compris entre 100 et 100 000 ppmV),
- l'oxydation catalytique (500 à 10 000 ppmV),
- l'adsorption sur charbon actif granulaire (0,1 à 100 ppmV) [31]
- le passage sur des biofiltres,
- la condensation [6].

## Techniques de séparation – Extraction sous pression réduite et extraction multiphasique

Sur le site de Verona Well dans le Michigan (USA) fortement contaminé par des solvants chlorés et des BTX, la décontamination par venting a duré 3 ans. Au démarrage, les teneurs dans le sol dépassaient  $1 \text{ g.kg}^{-1}$  pour chacun des polluants présents. Entre mars 1987 et octobre 1990, le dispositif de venting a fonctionné 400 jours et a extrait près de 100 tonnes de polluants. Après 125 jours de fonctionnement, les teneurs dans le sol étaient ramenées entre 1 et  $12 \text{ mg.kg}^{-1}$  selon les produits; après 400 jours, elles étaient inférieures à  $0,1 \text{ mg.kg}^{-1}$  ce qui correspondait aux objectifs de décontaminations exigées par l'administration [6].

La société Terra Vac, Inc. a été chargée d'installer et de tester un système de dépollution par extraction sous pression réduite sur le site de Belleview, Floride, USA. Ce site était occupé par une station service, dont les réservoirs d'essence sans plomb ont fuit ( $38 \text{ m}^3$  entre 1979 et 1980). Cette pollution a été détectée à cause de fortes odeurs de benzène dans l'eau de consommation. La nappe phréatique dans cette région de Floride est en effet la première source d'eau potable. L'aquifère est constitué de limons karstiques très poreux et très perméables (jusqu'à  $2,5.10^{-3} \text{ cm.s}^{-1}$  et une moyenne de  $10^{-4} \text{ cm.s}^{-1}$  sur 6 m de profondeur). Dans un premier temps, le département de l'environnement de Floride a souhaité une étude de pilote sur site prouvant l'efficacité de traitement par extraction sous pression réduite. Les premiers résultats sur pilote ont été excellents puisque 10 tonnes d'hydrocarbures ont été prélevées en trois semaines d'exploitation, avec une vitesse moyenne de  $400 \text{ kg.jour}^{-1}$  et des pointes de  $900 \text{ kg.jour}^{-1}$  [28].

Connor [29] présente le cas d'un site d'une ancienne station service à Wayland dans le Massachussets (USA) sur lequel des réservoirs de gasoil ont fuit. Le niveau piézométrique de la nappe se situe à 2m de profondeur et le sol est constitué d'un mélange peu perméable de sable (moyen à fin) et de sédiments. Etant donné la faible profondeur de sol à traiter, l'installation proposée par la société CONTINENTAL RECOVERY SYSTEMS, INC. a été réalisée horizontalement. Trois tranchées de 3m de long ont été disposées en parallèle, avec un espacement de 6m environ, raccordées à la même pompe. Les vapeurs extraites ont été adsorbées sur un lit de 350 kg de charbon actifs granulaires, régénérés à l'aide de la vapeur d'eau à 700-1000 mbar provenant d'une chaudière installée sur le site. Le mélange de vapeur eau/gasoil a été refroidi dans un condenseur et le gasoil pur a alors été récupéré dans un séparateur de phase. L'eau a été recyclée vers la chaudière à vapeur après être passée à nouveau sur un lit de charbon actif afin d'éliminer les traces résiduelles de gasoil. En quatre mois, 570 L de gasoil pur ont été récupérés.

Après les accidents de Chavanay et de La Voulte (Ardèche) provoquant une forte pollution des sols en essence, le BRGM a conduit la dépollution de ces deux sites avec succès, grâce notamment à l'utilisation de la technique d'extraction par air vacuum. A Chavanay, suite au déraillement d'un train de wagons-citernes (décembre 1990), 250 à  $300\text{m}^3$  d'essence se sont infiltrés dans le sol et sont allés contaminer la nappe phréatique. Outre la mise en place d'un piège hydraulique et le pompage écrémage de la phase surnageante en surface de nappe, la dépollution du sol a été réalisée par extraction sous vide, par l'intermédiaire de 90 puits d'aspiration connectés à un réseau mis en dépression (250 millibars). Les teneurs en gaz, observées dans la zone polluée, atteignaient couramment plusieurs milliers de  $\text{ppm.m}^{-3}$  après l'accident. L'objectif de dépollution dans le sol fixé à moins de  $10 \text{ mg.kg}^{-1}$ , a été atteint en mai 1993, après 14 mois de traitement [6].

# Techniques de séparation – Extraction sous pression réduite et extraction multiphasique

## Cas de l'extraction multiphasique

Le terme « extraction multiphasique » connu également sous l'acronyme MPE (Multi-Phase Extraction) englobe toutes les techniques de remédiation in situ qui extraient simultanément plus d'une phase à partir d'un puits. Ces phases incluent généralement l'air (c.-à-d., phase gazeuse comprenant la vapeur organique) et l'eau (c.-à-d., phase aqueuse comprenant les constituants dissous), et peuvent inclure la phase liquide non aqueuse NAPL. La terminologie présentée par EPA, 1997 (US environmental protection agency) distingue l'extraction double phase « **Dual Phase Extraction** » (DPE) de l'extraction biphasique « **Two Phase Extraction** » (TPE), de la manière suivante :

Les **systèmes DPE** ou les systèmes à deux pompes représentent tout simplement une combinaison des systèmes d'extraction sous pression réduite et des systèmes d'extraction des eaux souterraines (pump and treat). Ces systèmes de dépollution tendent à être plus flexibles, ils peuvent être appliqués dans plusieurs conditions (par exemple, fluctuations importantes du niveau de la table d'eau).

Dans l'extraction double phase (DPE), le gaz et les liquides de sol sont extraits vers la surface dans des conduites séparées mais avec le même puits. Le schéma qui décrit cette configuration est présenté ci-dessous. La pompe submersible installée en bas du puits sert à extraire la phase liquide, qui peut être NAPL et/ou eaux souterraines, pour l'envoyer au système postérieure de traitement.

Le gaz du sol est simultanément extrait en appliquant un vide à la tête du puits. Il est ensuite envoyé vers un séparateur gaz-liquide avant de subir un traitement de dépollution (adsorption sur charbon actif par exemple). La DPE est essentiellement un perfectionnement de l'extraction sous pression réduite qui permet l'extraction d'eaux souterraines et du gaz de sol dans le même puits.

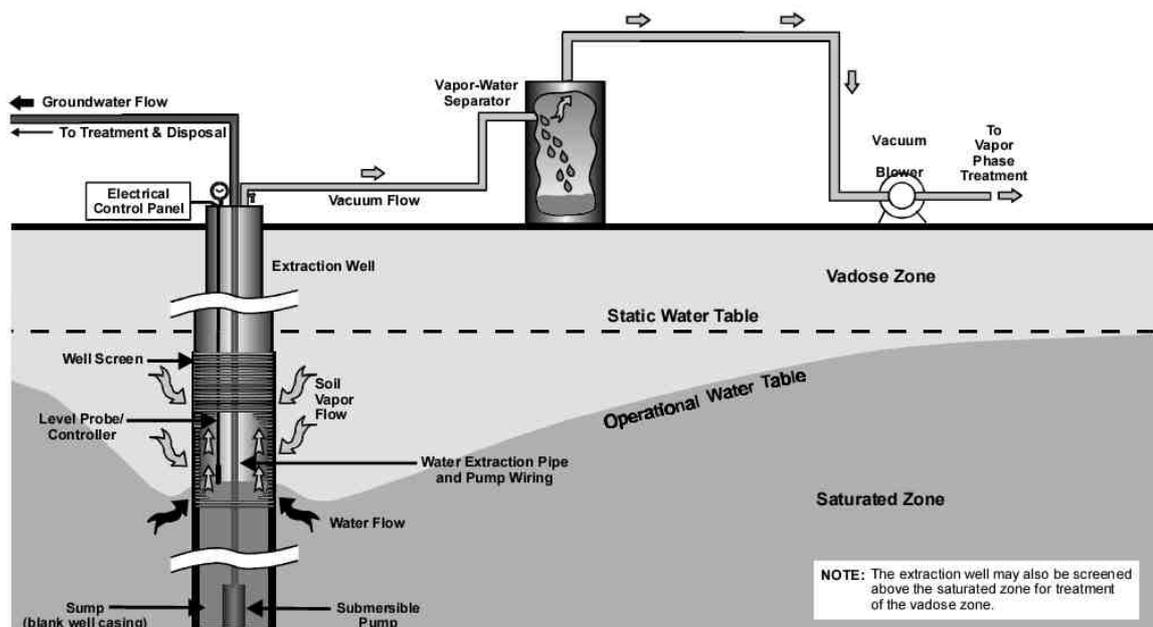


Figure 9 - Description schématique du procédé d'extraction double phase (EPA, 1999)

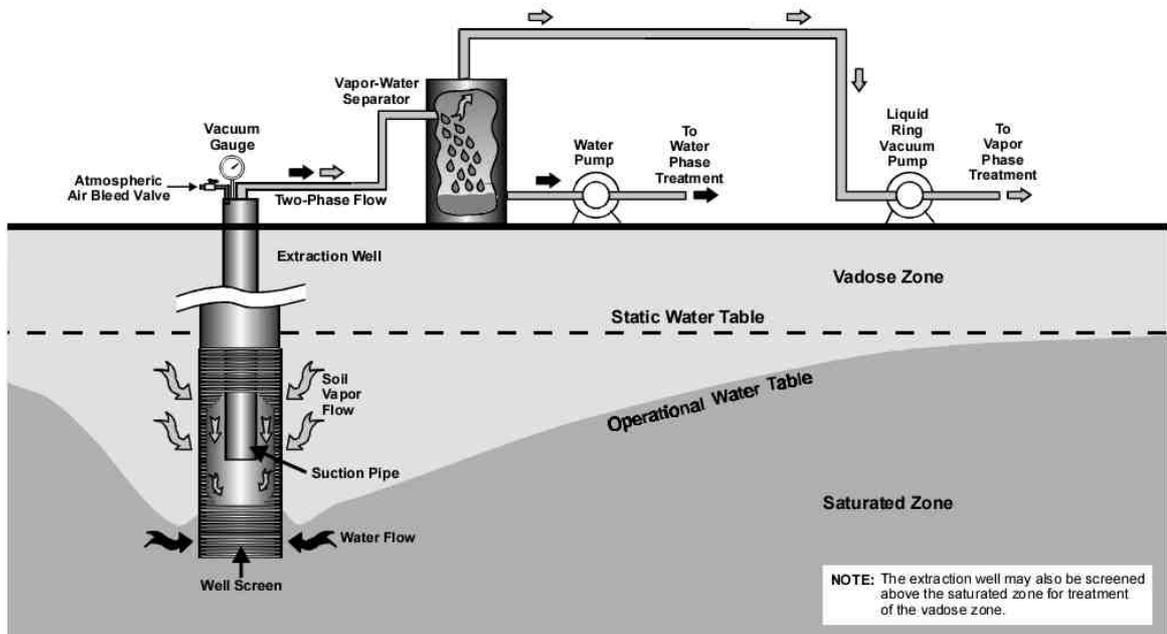
## Techniques de séparation – Extraction sous pression réduite et extraction multiphasique

Selon le type d'application, les systèmes à deux pompes peuvent employer des pompes submersibles électriques ou pneumatiques pour extraire les eaux souterraines. Dans le cas de l'extraction d'un produit libre tel que la phase liquide non aqueuse légère (LNAPL), les pompes submersibles pneumatiques sont souvent employées (EPA, 1996).

D'autres configurations de DPE peuvent être également employées. L'extraction de la phase liquide peut se faire en installant une pompe à double-diaphragme dans la tête du puits à la place de la pompe submersible (EPA, 2005).

Les **systèmes TPE** d'extraction à une seule pompe (Two phase extraction) représentent une adaptation récente de la technique d'extraction multiphasique employée depuis longtemps dans le cadre de la remédiation du sous-sol. Les systèmes d'extraction à une seule pompe sont généralement plus efficaces pour les sols de faible perméabilité, cependant il est difficile de les mettre en application aux sites où les fluctuations du niveau des eaux souterraines sont importantes.

Dans ce procédé, la phase gazeuse et les phases liquides sont extraits simultanément, sous la dépression créée par une pompe installée en haut du puits d'extraction, dans la même conduite (tube d'aspiration). Le schéma présenté ci-après décrit la configuration commune de la technique.



**Figure 10 - Description schématique du procédé d'extraction biphasique (EPA, 1999)**

Le tube d'aspiration peut extraire une combinaison de NAPL et/ou d'eaux souterraines, et de gaz de sol. Ces phases sont ensuite envoyées en surface vers un séparateur gaz-liquide. Dans le cas où une extraction de NAPL est prévue, un séparateur huile-eau peut être installé en aval du séparateur gaz-liquide (EPA, 2004).



### 1.1.4 Désorption thermique

Le chauffage d'un sol pollué permet d'en libérer les composés volatils, par un processus de désorption thermique des polluants. En effet, les pressions de vapeur des fractions polluantes adsorbées, augmentent lorsque la température du substrat augmente. Ceci entraîne le départ des polluants en phase gazeuse, les vapeurs désorbées étant en général extraites en continu. Les niveaux de température nécessaires au processus de désorption, dépendent de la masse moléculaire moyenne des produits à désorber. Plus celle-ci est grande, plus la température nécessaire au traitement devra être élevée, pour une même durée de traitement.

On travaille en général à deux niveaux de température :

- 250-450 °C : c'est la désorption dite à basse température, utilisée pour les polluants les plus volatils (par exemple, gasoil)
- 450-650 °C : c'est la désorption thermique dite à moyenne température, utilisée pour les composés les plus lourds (par exemple, goudrons, H.A.P.)

Cette désorption thermique est en général effectuée en atmosphère réductrice (oxygène inférieur à 2 %), les vapeurs désorbées étant extraites en continu, déplaçant ainsi l'équilibre de désorption dans un sens favorable. En fonction de la teneur en oxygène existante au sein de l'unité de désorption, des processus d'oxydation partiels des vapeurs combustibles peuvent avoir lieu au sein du réacteur. De même, en fonction du niveau de température utilisée, des processus de pyrolyse interne peuvent être observés.

Les vapeurs de désorption sont en général envoyées vers un dispositif de traitement aval dans lequel les polluants sont soit récupérés (condenseur, adsorption sur charbon actif), soit détruits (postcombustion). Les gaz produits sont ensuite filtrés et traités (voie sèche ou voie humide) avant rejet à l'atmosphère.

Les sols dépollués sont par la suite refroidis à l'air ou à l'eau dans une unité de refroidissement et réhumidifiés pour éviter toute émission de poussières.

Ainsi, les procédés de désorption thermique permettent couramment d'obtenir des rendements de dépollution supérieurs à 95 %, en fonction des températures et des temps de séjour utilisés. Les paramètres opératoires optimums du procédé doivent tenir compte des limitations cinétiques du processus de désorption dépendant du couple substrat/polluant, ainsi que des limitations aux transferts de masse et de chaleur dépendant du substrat (granulométrie, humidité..) et des modes de transferts thermiques mis en œuvre dans l'unité de désorption. En particulier, la présence d'une forte humidité initiale de la terre réduit le rendement global de désorption à même temps de séjour.

Le schéma de principe de la désorption thermique est donné ci-dessous :

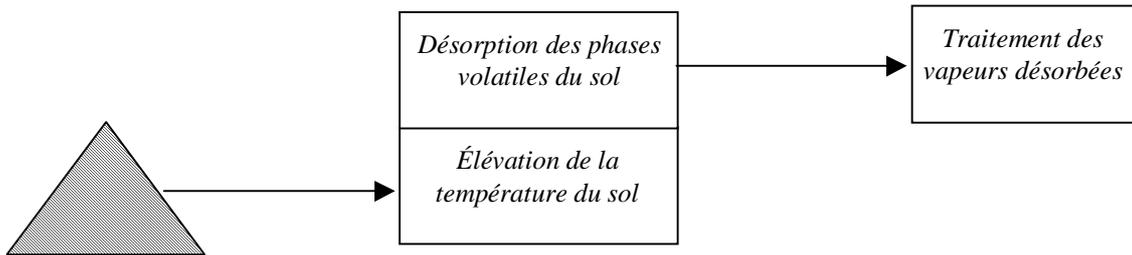


Figure 11 - Schéma de principe du traitement de sols pollués par désorption thermique

Les modes de transfert de chaleur et de matière qui ont lieu sont fonctions du type de désorbeur. Les mécanismes de transfert sont résumés ci-dessous :

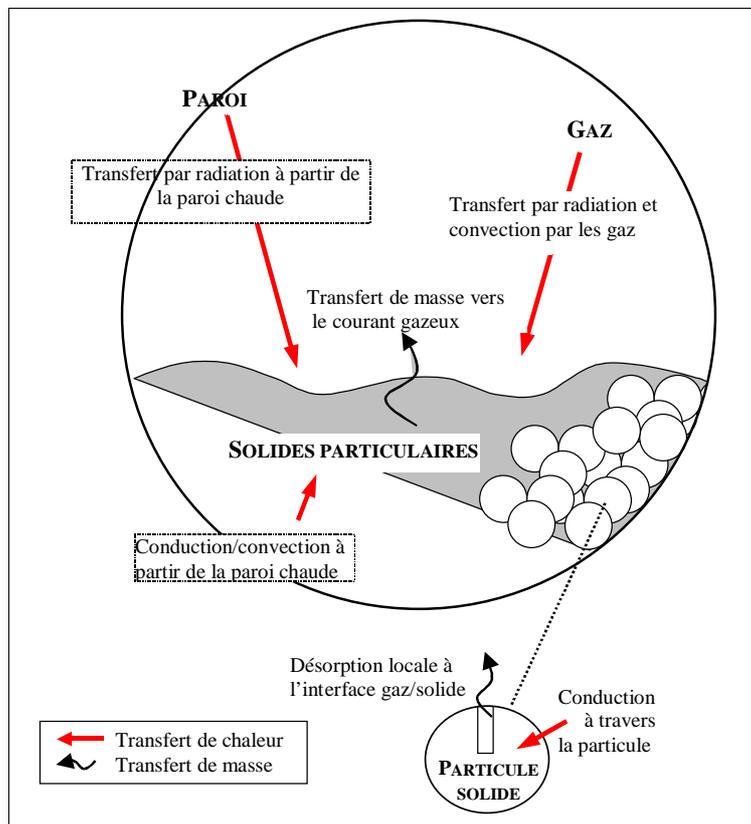


Figure 12 - Phénomènes de transfert lors du processus de désorption

Les procédés de désorption thermique à basse température ont l'avantage d'être peu "agressifs" pour les terres et de ne pas aboutir à une minéralisation complète de celles-ci. Leur efficacité a d'ores et déjà été prouvée pour les dérivés du benzène non halogénés (benzène, toluène, xylène, ...) et les composés halogénés aliphatiques. Cette méthode devrait également être efficace pour les aromatiques halogénés non polaires (chlorobenzène, dichlorobenzène), les phénols, les composés nitrés et les HAP (anthracène, biphényl, chrysène, naphtalène, pyrène, ...). Par contre, les niveaux de température appliqués pourraient être insuffisants pour vaporiser les composés halogénés cycliques aliphatiques (éthers, esters, ...), certains composés halogénés (PCB, dioxines et furannes) et les métaux (à l'exception du mercure).

Les procédés de désorption moyenne température, mettent en jeu des niveaux de température permettant non seulement la désorption mais également la destruction pyrolytique partielle des composés polluants contenus dans les terres.

Un des points fondamentaux du fonctionnement des désorbeurs thermiques est le mode de transfert de chaleur utilisé. Les unités de désorption sont généralement classés en deux groupes : les désorbeurs à chauffage direct, et ceux à chauffage indirect. Un exemple simplifié des deux types est donné dans la Figure 13.

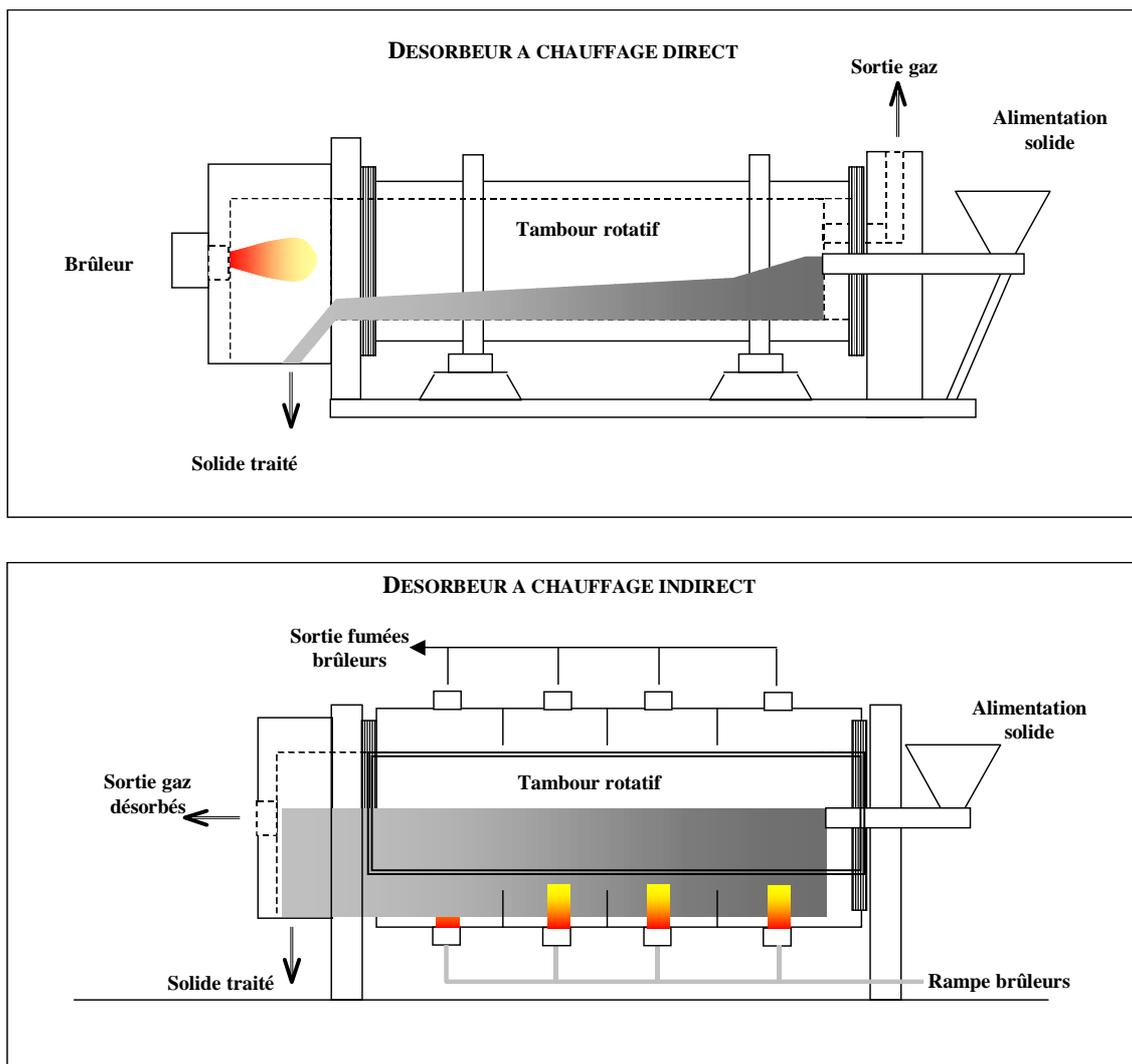


Figure 13 - Types de désorbeurs par mode de chauffage

Les désorbeurs à chauffage direct utilisent un brûleur (à propane ou gaz naturel), placé dans la chambre de désorption. Les fumées générées transfèrent leur énergie calorifique par contact direct (convection et radiation) vers le solide à traiter. Les contaminants volatilisés sont emportés par les gaz chauds pour être traités en aval. Ces désorbeurs sont généralement moins chers à construire et ont une grande capacité de traitement. Ils sont plus simples à mettre en marche que les désorbeurs à chauffage indirect. Par contre, ils sont limités aux sols à pouvoirs calorifiques modérés et dont l'humidité ne dépasse pas les 25 %. Ils ont aussi un relativement grand volume de gaz à traiter par unité de masse de solide.

Les désorbeurs à chauffage indirect transfèrent la chaleur à travers une paroi par conduction (double enveloppe chaude, traçage électrique...).. L'intérêt du mode de chauffage indirect est d'éviter le mélange des fumées de combustion avec les vapeurs organiques désorbées, minimisant à la fois les volumes de gaz à traiter en aval, ainsi que les taux d'envol particulaire.

## Techniques de séparation - Désorption thermique

---

Les vapeurs désorbées sont extraites en continu. Ces dernières sont collectées et traitées séparément. Ces désorbeurs indirects sont généralement moins sensibles au contenu calorifique des sols. Certains types sont d'ailleurs adaptés au traitement des sols très humides.

La désorption thermique in situ est une technologie émergente, pouvant traiter le sol et les sédiments pollués en les chauffant au moyen de couvertures thermiques (thermal blankets) placées sur les zones de contaminations peu profondes (< 0,61 m) ou au moyen de tubes chauffants (thermal wells) pour les contaminations plus profondes.

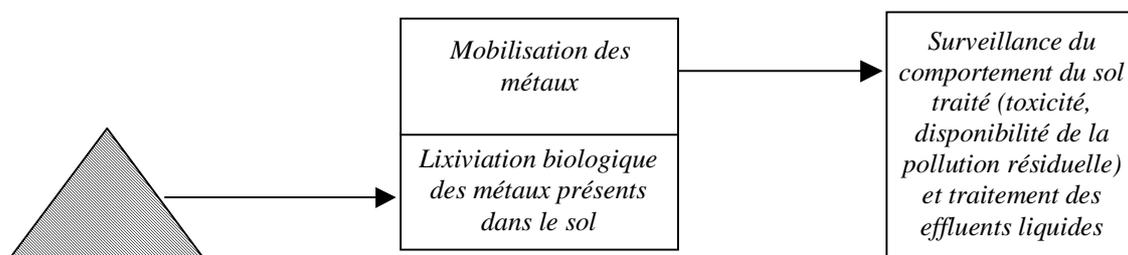
Ce type de traitement est bien adapté au cas des contaminations par hydrocarbures volatils ou semi-volatils (VOC et SVOC), par HAP, PCB, dioxines/furanes, par des pesticides ou d'autres composés organiques. Le procédé a été développé à travers un programme de recherche conjoint entre les industriels TerraTherm, RT Environmental et General Electric. La technologie a été démontrée sur différents sites avec des résultats satisfaisants à chaque fois.

Les mécanismes de la désorption in situ sont identiques à ceux de la désorption thermique ex situ décrite précédemment.



### 1.1.5 Bio – lixiviation

La bio-lixiviation (ou bio-extraction) est une famille de traitement permettant l'extraction biologique des polluants inorganiques cibles initialement présents sous formes insolubles [57]. La solubilisation dans l'eau des espèces inorganiques polluantes s'effectue sous l'action des micro-organismes du sol ou de micro-organismes exogènes sélectionnés pour leur capacité à solubiliser les métaux et métalloïdes cibles. Par conséquent, cette technique implique nécessairement un post-traitement d'épuration ou de régénération de la phase liquide après extraction des métaux. Les applications potentielles de la bio-lixiviation dans le domaine de la dépollution s'inspirent de celles de l'industrie minière où des techniques de bio-lixiviation sont utilisées pour récupérer les métaux de minerais appauvris [54] [55] [61] [53] [59] [63] [70]. Le schéma de principe du traitement par bio-lixiviation des sols pollués est présenté dans la figure suivante :



**Figure 14 - Schéma de principe du traitement par bio-lixiviation des sols pollués par des métaux**

Les techniques d'extraction biologique peuvent se classer en deux catégories distinctes :

- Techniques de bio-lixiviation par percolation correspondant soit à un traitement in situ de la matrice polluée (dans la mesure où la nappe phréatique est également touchée par la pollution), soit à un traitement on-site ou ex-situ dans des installations industrielles,
- Techniques de bio-lixiviation par agitation où le sol conditionné sous la forme d'une boue (pulpe ou slurry) ou d'une suspension de sol dans une phase aqueuse subit un brassage physique avec la phase liquide dans des réacteurs agités. Il peut s'agir de traitements sur site ou hors site. Cette catégorie permet d'envisager un traitement avec renouvellement du sol en continu.

La bio-lixiviation des métaux et métalloïdes peut s'effectuer soit en conditions anaérobies, soit en conditions aérobies suivant des métabolismes microbiens distincts. Le choix des conditions de traitement dépend de la nature des liaisons entre la matrice et les polluants inorganiques à traiter. Les techniques de traitement par bio-lixiviation aérobie et anaérobie peuvent être considérées comme étant encore à l'heure actuelle au stade de développement. D'un point de vue pratique et pour limiter les risques de pollution de la nappe phréatique, ces techniques de lavage nécessitent l'excavation des terres et leur mise en place sur des plates-formes permettant la gestion et le traitement des lixiviats générés en cours de traitement.

La mise en place de post-traitements (généralement physico-chimiques) des lixiviats est indispensable pour concentrer ou précipiter les polluants inorganiques en solution. Les eaux traitées peuvent être recyclées et réutilisées pour préparer les solutions nutritives nécessaires aux traitements. L'utilisation de dispositifs étanches est nécessaire pour réduire les risques de pollution en cours de traitement. Les conditions spécifiques des traitements aérobies et anaérobies de bio-lixiviation sont précisées dans les paragraphes suivants.

### **1.1.5.1 Bio-lixiviation anaérobie des métaux**

#### Principe de la bio-lixiviation anaérobie directe

En absence d'oxygène (conditions anaérobies strictes), certaines bactéries sont capables d'utiliser certains polluants inorganiques comme accepteur final d'électrons dans la chaîne respiratoire. Pour certains métaux et métalloïdes, cette réduction peut s'accompagner d'une mobilisation du polluant lorsque la forme réduite est plus soluble que la forme oxydée dans les conditions de pH et de potentiel redox Eh du sol. Il s'agit d'une réduction dissimilatrice par action directe sur les espèces polluantes cibles. Les exemples les plus documentés sont la réduction anaérobie du Fe(III) en Fe(II) et la réduction anaérobie du MnO<sub>2</sub> en Mn(II) [64] [62] qui font intervenir des micro-organismes hétérotrophes du genre *Clostridium* et *Bacillus*. Elle nécessite la présence de composés organiques facilement assimilables (acides organiques de préférence) permettant de fournir l'énergie et le carbone organique nécessaires pour la croissance microbienne des bactéries anaérobies qui sont pour la plupart hétérotrophes. De même, l'arsenic sous la forme d'arséniate (As V) peut être directement réduit en arsénite (As III, plus soluble) par certaines bactéries sulfato-réductrices (BSR) qui l'utilisent comme accepteur final d'électrons dans la chaîne respiratoire [69] [66].

#### Principe de la bio-lixiviation anaérobie indirecte

##### **1.1.5.1.1 - Métaux piégés dans les (oxy)-hydroxydes de fer, de manganèse ou d'aluminium :**

Le fer joue un rôle prépondérant dans la fixation des métaux lourds dans les sols. Essentiellement sous la forme d'oxydes de fer, les multiples charges de surface négatives dans les conditions classiques de pH-Eh des sols facilitent l'adsorption ionique des métaux mobilisables. De nombreuses espèces métalliques ou métalloïdes sont également présentes au sein de la structure ferrique sous une forme co-précipitée avec les oxydes de fer.

La réduction du fer ferrique en fer ferreux peut alors entraîner indirectement la libération des métaux ou métalloïdes adsorbés ou co-précipités avec les oxydes de fer dans la mesure où les conditions de pH et de potentiel redox permettent de maintenir les espèces métalliques libérées en solution. On parle donc de bio-lixiviation anaérobie indirecte des polluants inorganiques. Signalons que la réduction du fer est plus lente lorsque qu'il est sous forme cristalline.

## Techniques de séparation - Bio-lixiviation

- Sources d'énergie : **Substrats organiques**  $\rightarrow H^+ + ATP + \text{métabolites} + e^-$
- Accepteurs d'électrons :  
 $Fe(OH)_3 + 3H^+ + e^- \rightarrow Fe^{2+} + 3H_2O$   
 $MnO_2 + 4H^+ + 2e^- \rightarrow Mn^{2+} + 2H_2O$

Ce mécanisme de dissolution réductrice entraîne la libération des métaux associés aux oxydes de fer et de manganèse.

### 1.1.5.1.1.2 - Métaux piégés dans la fraction organique du sol

Dans la mesure où une partie de la pollution inorganique serait localisée dans la fraction organique du sol, la biodégradation de la matière organique en condition anaérobie peut faciliter indirectement la libération des métaux ou métalloïdes dans la phase liquide du sol. Les acides organiques produits ont un pouvoir de chélation qui tend à maintenir les métaux ou métalloïdes en solution.

### Dispositifs de traitement par bio-lixiviation anaérobie

#### 1.1.5.1.1.3 Traitements par percolation (traitements statiques)

Les terres polluées sont excavées, placées dans des bassins étanches, et noyées de façon à maintenir une lame d'eau d'une dizaine de centimètres au-dessus de la phase solide. Des nutriments (éthanol, méthanol, et/ou acétate, glucose ou autre substrat) sont injectés dans la lame d'eau de façon à percoler à travers le sol dans un mouvement descendant. La phase liquide est récupérée à la base du bassin, traitée de façon à éliminer les métaux dissous, et réutilisée pour préparer la solution nutritive. Il est possible de recouvrir le bassin afin de limiter l'oxygénation de la lame d'eau, évitant ainsi la re-précipitation des métaux dans la zone supérieure de la couche de sol.

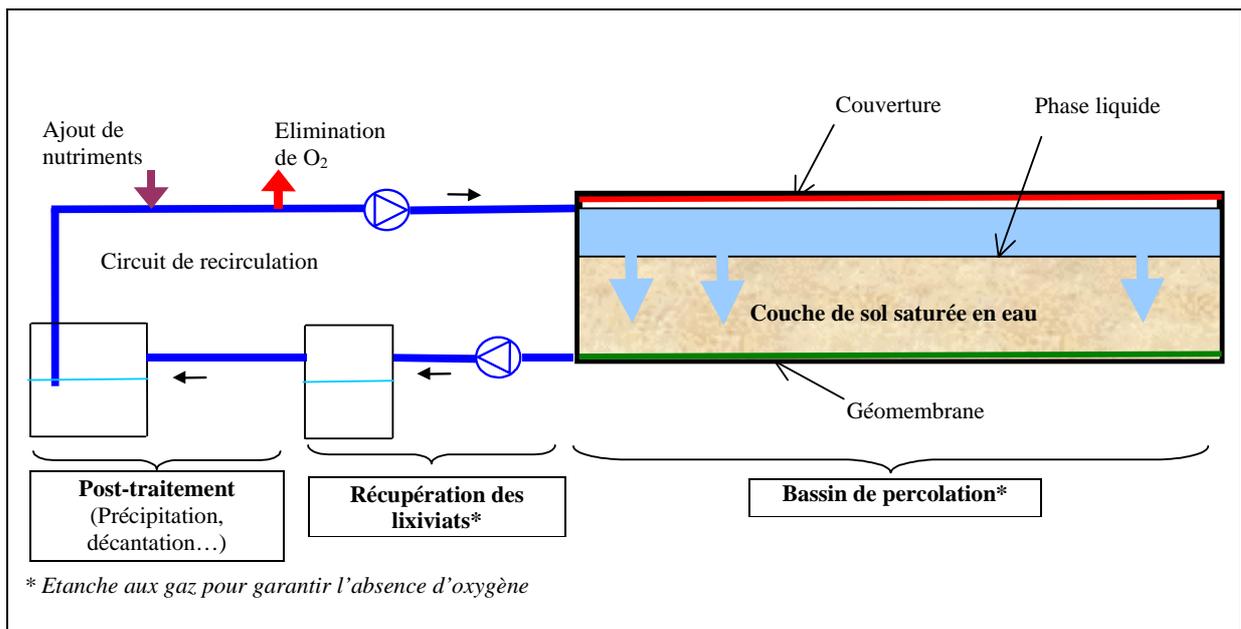


Figure 15 - Bio-lixiviation des métaux en conditions anaérobies : traitement par percolation.

### 1.1.5.1.1.4 Traitements par agitation (traitements en bio-réacteurs)

Les terres polluées sont excavées et mises en pulpe dans des réacteurs étanches. Il peut être nécessaire d'éliminer les blocs et les particules grossières par des pré-traitements physico-chimiques. La pulpe est additionnée de nutriments (éthanol, méthanol, acétate, glucose ou autre substrat), éventuellement d'un agent chélatant tel que l'EDTA, puis agitée de façon continue ou discontinue. Le traitement est suivi d'une séparation liquide/solide, puis du traitement de la phase liquide pour élimination des métaux dissous. Le traitement dynamique peut être réalisé en continu ou en discontinu.

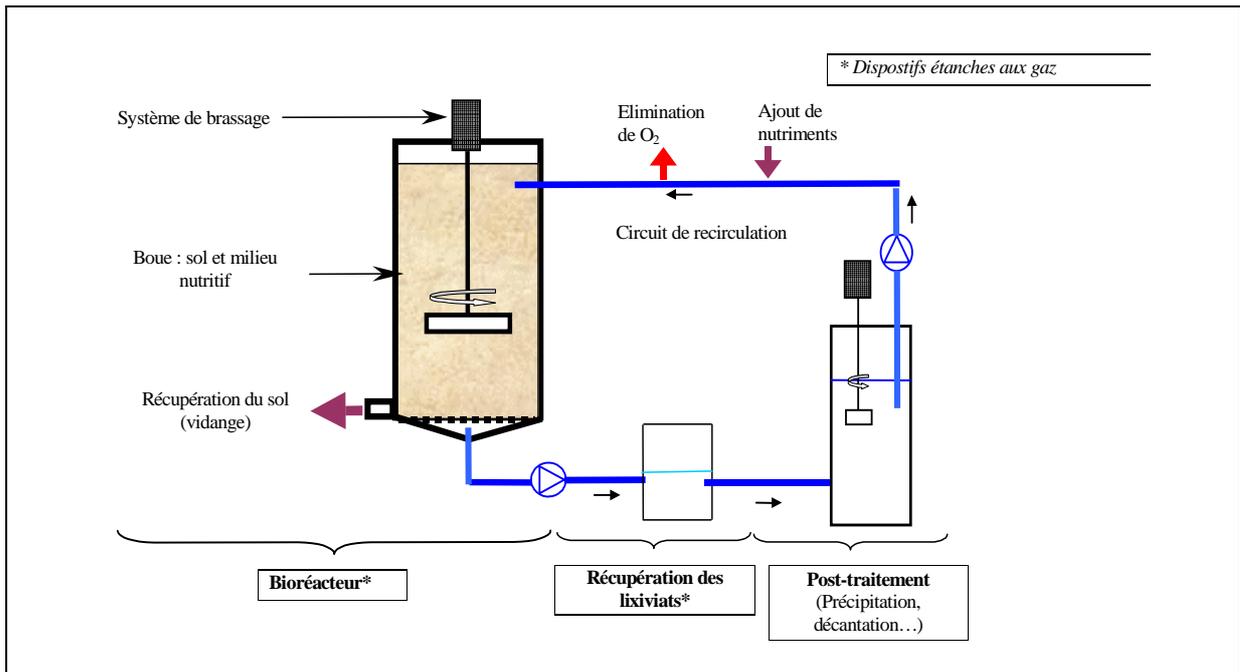


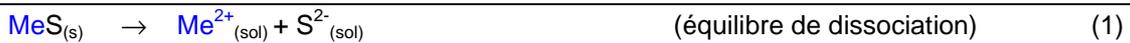
Figure 16 - *Bio-lixiviation des métaux en conditions anaérobies traitement en bioréacteur.*

### 1.1.5.2 *Bio-lixiviation aérobie des métaux*

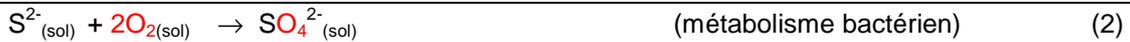
Ces techniques de **bio-lixiviation aérobie** ou **bio-oxydation** reposent sur la capacité de certains micro-organismes à oxyder directement ou indirectement des composés minéraux conduisant à la production de sels métalliques solubles (oxydation des sulfures en sulfates) ou d'acides (oxydation de composés soufrés par exemple) qui peuvent entraîner le lessivage des métaux [57]. L'extraction des métaux à partir de minerais ou d'autres matériaux solides peut être effectuée suivant un métabolisme bactérien utilisant des voies **directe** et **indirecte**.

## Principe de la bio-lixiviation aérobie directe

Dans la lixiviation bactérienne directe oxydative (ou bio-oxydation directe), les bactéries attaquent à l'aide de leurs enzymes les polluants inorganiques insolubles et susceptibles de se solubiliser après oxydation dans les conditions de pH-Eh généralement rencontrées dans les sols (les sulfures métalliques par exemple). Dans ce processus, pour retirer de l'énergie de substances minérales, les bactéries transfèrent des électrons des sulfures métalliques ou du soufre par exemple vers l'oxygène qui joue le rôle d'accepteur final et est réduit en eau. Si le sulfate du métal considéré est soluble, on assiste à la solubilisation du métal sous sa forme cationique à partir du sulfure insoluble [55]. Pour un métal divalent, le processus est le suivant :



L'ion sulfure est capturé par le système enzymatique de la bactérie et oxydé en sulfate suivant la réaction :



La réaction (2) déplace progressivement l'équilibre (1) vers la droite. La réaction globale est donc la suivante :



Les sulfures métalliques (monosulfures ou de polysulfures) peuvent être à base de fer (pyrites) ou à base d'autres métaux tels que la galène (PbS), la molybdénite (MoS<sub>2</sub>)... Les principales espèces bactériennes impliquées dans ce type de bio-lixiviation sont *Thiobacillus ferrooxidans* et *Thiobacillus thiooxidans.*, bactéries aérobies chimiolithoautotrophes [57].

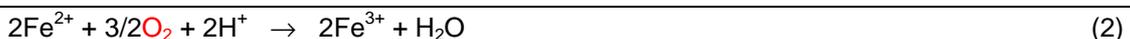
## Principe de la bio-lixiviation aérobie indirecte

On distingue principalement deux types de mécanismes de bio-lixiviation aérobie indirecte : oxydation des sulfures métalliques par l'intermédiaire des ions ferriques générés par voie microbienne et dissolution de la phase porteuse sous l'effet de la baisse du pH.

Certaines bactéries sont capables de produire un agent qui oxyde chimiquement les sulfures métalliques [60]. Lorsque le milieu est acide, il s'agit généralement de l'ion ferrique produit à partir de l'oxydation de l'ion ferreux. Fe<sup>3+</sup> oxyde les sulfures métalliques selon la réaction suivante :



Ainsi, au cours de cette réaction, du fer ferreux est formé mais ce dernier est rapidement réoxydé par des bactéries telles que *Thiobacillus ferrooxidans* ou *Leptospirillum ferrooxidans* selon la réaction suivante :



## Techniques de séparation - Bio-lixiviation

---

Le fer ferreux est stable en solution acide et la lixiviation par le seul fer ferrique s'arrêterait rapidement en l'absence de bactéries pour régénérer le fer ferrique. Il est à noter que cette réaction est accélérée par la présence de micro-organismes capables d'oxyder le fer telle la bactérie *Thiobacillus ferrooxidans* [54] [65]. Dans ce mécanisme, les bactéries n'ont donc pas besoin d'être au contact direct avec les sulfures métalliques.

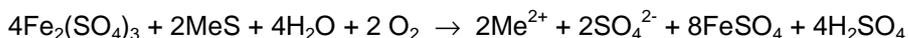
Lorsque le soufre se forme, la présence de bactéries telles que *Thiobacillus ferrooxidans* ou *T. thiooxidans* est indispensable pour oxyder celui-ci en acide sulfurique et entretenir ainsi la solubilisation du métal.



La production d'acide sulfurique maintient l'acidité de la solution à un pH favorable au développement des bactéries ferro-oxydantes et sulfoxydantes et à la solubilisation des métaux. Ce processus résulte donc de l'action de plusieurs espèces bactériennes sulfo-oxydantes que sont *T. thiooxidans*, *T. ferrooxidans* et *L. ferrooxidans*. Ces bactéries sont capables d'oxyder les formes réduites du soufre (sulfure, soufre, sulfite, thiosulfate ou les ions polythionates).

La baisse du pH peut conduire également à la solubilisation des (oxy)hydroxydes de fer de manganèse et d'aluminium (libération du fer sous la forme Fe(III) pour pH < 2 et Eh > 800 mv). La solubilisation de la gangue (phase porteuse) favorise ainsi la libération dans la phase aqueuse des métaux et métalloïdes initialement piégés dans la mesure où ces espèces sont solubles dans l'eau dans les conditions de pH-Eh obtenues. En absence de sulfure S<sup>2-</sup> ou de soufre S<sup>0</sup>, l'ajout de soufre S<sup>0</sup> s'avère indispensable pour la biogénèse de l'acide sulfurique par les thiobacilles [57].

Le processus global de lixiviation indirecte peut donc s'écrire comme suit :



### Dispositifs de traitement par bio-lixiviation aérobie

Les techniques de traitement de biolixiviation aérobie des sols pollués par des métaux consistent principalement à mettre en place les conditions de traitement permettant de garantir l'activité optimale des micro-organismes responsables de la lixiviation des métaux. Le choix entre les traitements statiques et les traitements en bioréacteurs dépend essentiellement des volumes de terre à traiter.

## 1.1.5.2.1.1 Traitements par percolation (traitements statiques)

Traitements des sols sous la forme de tas confinés comme par exemple des **biopiles** ou **biotertres** (« heap » et « dump leaching ») sur géomembrane (Figure 17) ou bacs type lysimètres (« Vat leaching ») (Figure 18) équipés d'un dispositif de récupération des lixiviats et d'une installation de précipitation des métaux et métalloïdes extraits (bassin de récupération des lixiviats et post-traitement physique et/ou chimique des lixiviats avant recyclage).

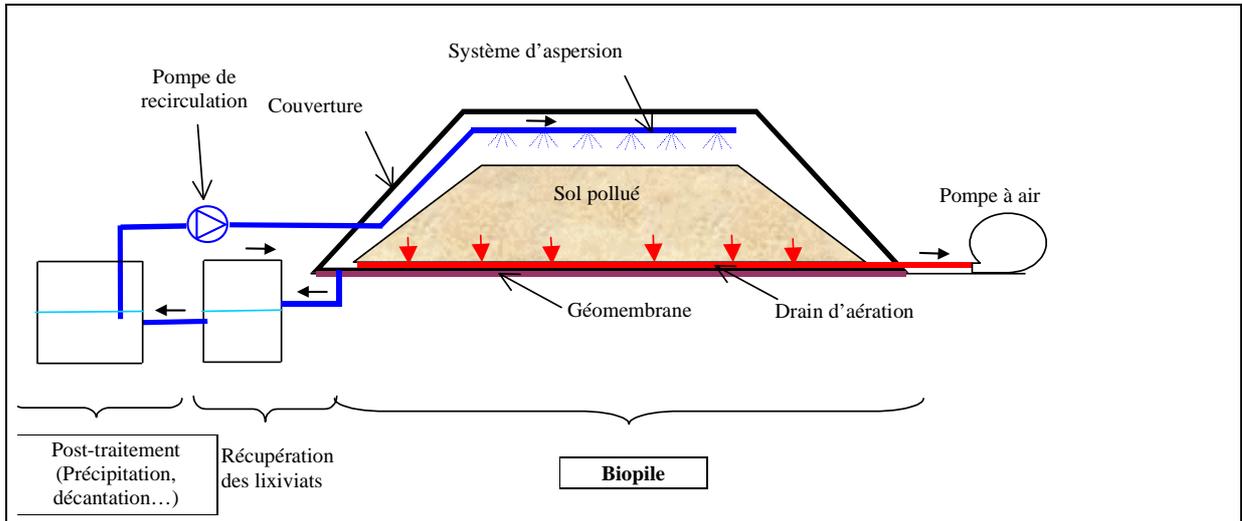


Figure 17 - Bio-lixiviation des métaux et métalloïdes en conditions aérobies : traitement en biopile.

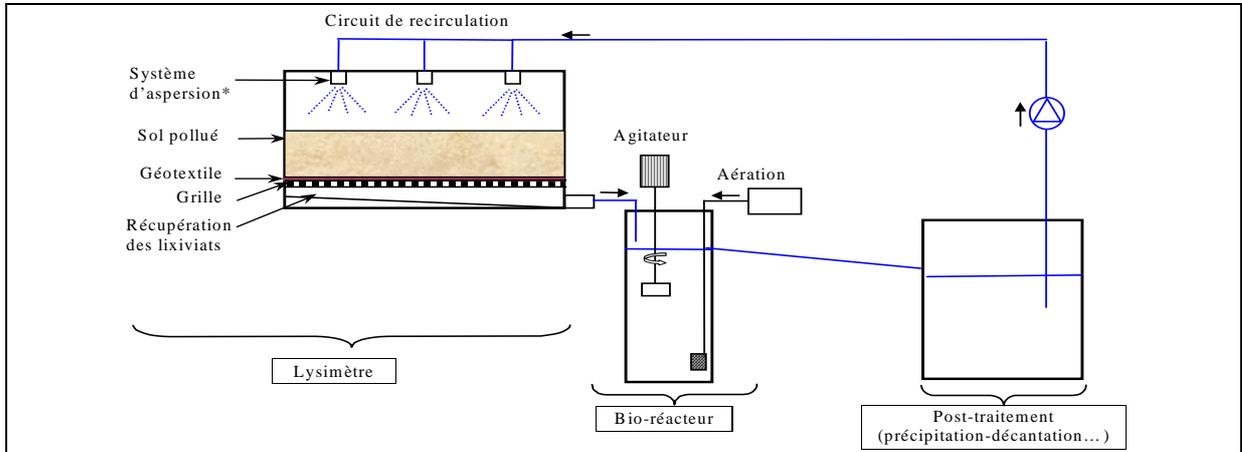


Figure 18 - Bio-lixiviation des métaux et métalloïdes en conditions aérobies : traitement en lysimètre.

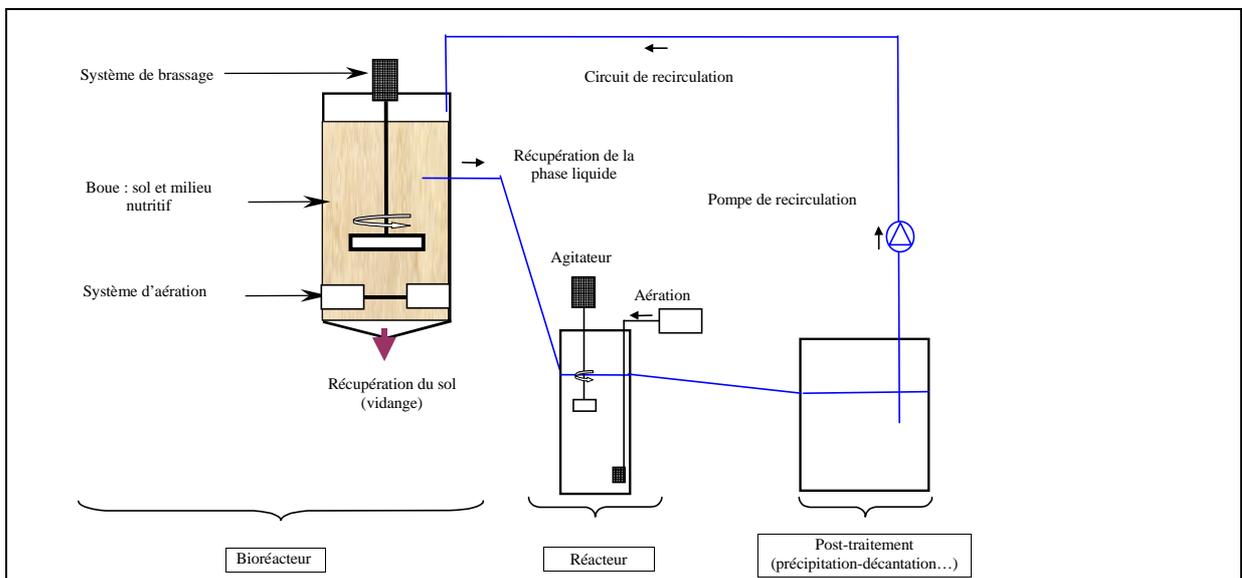
## 1.1.5.2.1.2 Traitements par agitation (traitements en bio-réacteurs)

### 1.1.5.2.1.2.1 Réacteurs bioslurry

Après excavation, les terres polluées sont placées dans le réacteur avec un ratio sol/milieu liquide nutritif permettant la formation d'une boue (ou pulpe) susceptible d'être malaxée et aérée (Figure 19). Le lixiviat est récupéré dans la zone basse du pilote afin d'être traité (post-traitement physique et/ou chimique d'élimination des polluants inorganiques) et recyclé dans le bioréacteur.

Trois options sont possibles concernant la gestion de la phase liquide :

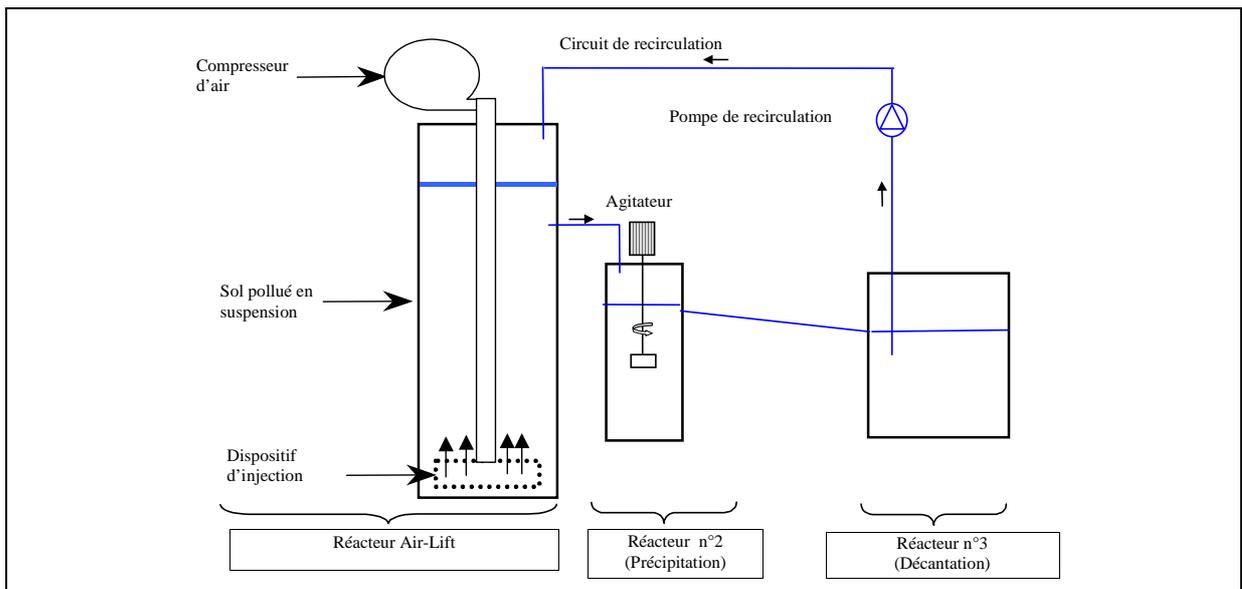
- Traitement du sol sous la forme d'une boue sans remplacement de la phase liquide. C'est la configuration la plus simple envisageable dans le cas de terres faiblement polluées. En cas de fortes pollutions, la bio-lixiviation peut être limitée par la solubilité des polluants inorganiques (solubilité qui dépend de Eh-pH),
- Traitement S-B-R (Sequencing Batch Reactor) : Traitement avec renouvellement de la phase liquide (étape de décantation) pour s'affranchir des limites de solubilité et remplacer le milieu nutritif,
- Traitement du sol sous la forme d'une boue avec remplacement en continu de la phase liquide. Cette configuration permet d'éviter la saturation de la phase liquide.



**Figure 19 - Bio-lixiviation des métaux et métalloïdes en conditions aérobies : traitement en bioréacteur bioslurry.**

## 1.1.5.2.1.2.2 Réacteurs Air-Lift

Après excavation, les terres polluées sont placées dans le réacteur avec un ratio sol/milieu liquide nutritif permettant la formation d'une suspension de sol (Figure 20). Les particules de sol sont brassées et maintenues en suspension dans le milieu nutritif liquide sous un flux permanent d'air comprimée qui favorise l'homogénéisation et l'oxygénation de la suspension de sol. Après traitement, l'effluent est traité pour éliminer les particules solides (décantation) et les polluants inorganiques en solution (précipitation). Ces post-traitements successifs doivent permettre de recycler les solutions dans le réacteur principal.

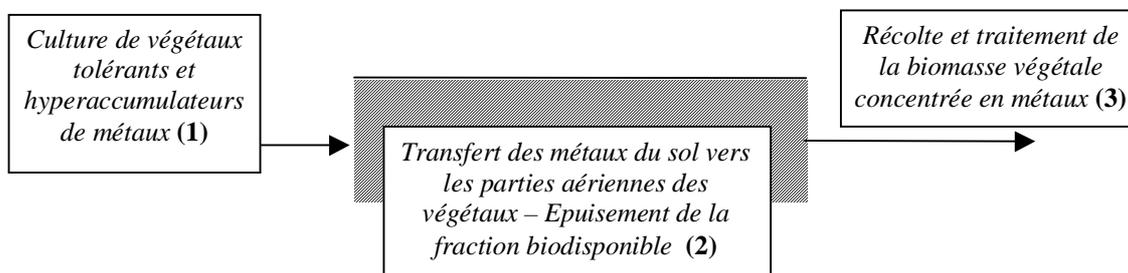


**Figure 20 - Bio-lixiviation des métaux et métalloïdes en conditions aérobies : traitement air-lift.**



### 1.1.6 Phytoremédiation par phytoextraction

Le principe du traitement de sols pollués par phytoextraction peut être schématisé ainsi :



**Figure 21 - Schéma de principe du traitement de sols pollués par phytoextraction**

Remarque : la phytoextraction est également envisageable en technique sur site ou hors site, après excavation des terres à traiter. Les légendes (1), (2) et (3) sont alors les mêmes que dans le cas d'applications *in situ*.

Actuellement, il n'existe pas de technique de décontamination de faible coût qui serait appropriée à la décontamination de sols faiblement contaminés par des métaux tout en leur conservant leur fertilité après l'extraction des polluants. La phytoremédiation concerne l'utilisation de plantes adaptées et de pratiques agronomiques appropriées pour réduire les risques de dissémination des polluants métalliques à partir de sites pollués par entraînement des métaux hors du site sous formes soluble, particulaire ou associée à la biomasse végétale [33] [35] [41] [45] [46] [47] [48] [49].

L'implantation d'un couvert végétal permet de répondre aux objectifs (1) d'immobilisation ou de confinement de la pollution sur le site et (2) de traitement conduisant à son extraction et à sa concentration dans la biomasse végétale. Deux aspects de la phytoremédiation doivent donc être considérés : la phytostabilisation qui a lieu avec l'installation d'un couvert végétal et la phytoextraction.

La phytoextraction utilise des espèces végétales sauvages hypertolérantes et/ou hyperaccumulatrices capables de prélever des métaux toxiques dans les horizons de surface des sols et de les accumuler dans leurs parties aériennes. Ces plantes hyperaccumulatrices sont endémiques de sites métallifères et ont la capacité d'accumuler des métaux à des concentrations pouvant atteindre et dans certains cas dépasser 2 % dans la matière sèche des parties aériennes [34] [37] [39] [42] [43] [44] [51].

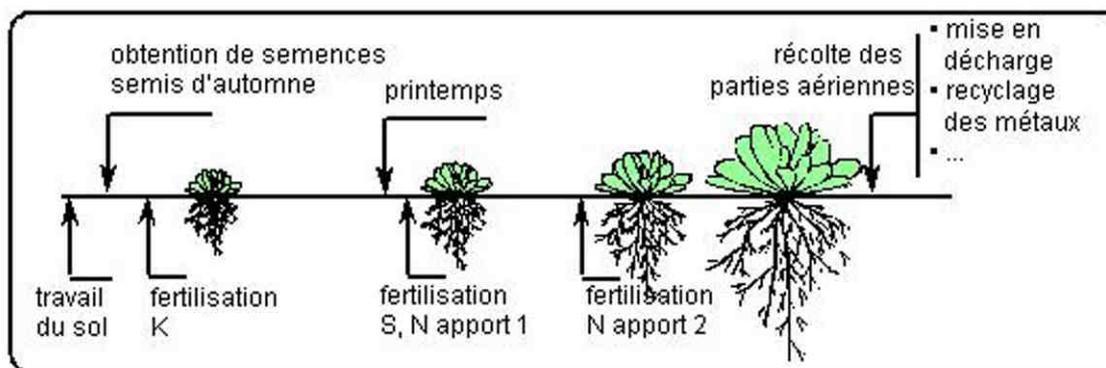
Après culture, la biomasse serait récoltée et la biomasse incinérée afin de réduire les volumes à traiter et de concentrer les métaux dans les cendres. Celles-ci pourraient par exemple être mises en décharge ou recyclées en métallurgie.

## Techniques de séparation - Phytoextraction

La phytoextraction des métaux limite ainsi leur accumulation dans les sols, leur lessivage et leur transport par érosion éolienne ou hydrique. Le traitement peut concerner des sols industriels ou encore des sols agricoles ayant reçu des épandages de déchets urbains ou industriels.

La phytoextraction est une des seules voies pour l'extraction sélective des métaux des sols, offrant de plus la possibilité de récupérer les métaux extraits. L'activité biologique et la structure des sols sont préservées après traitement.

La technique serait d'un coût faible atteignant environ 50 000 à 70 000 euros pour la phytoremédiation contre 450 000 euros pour une excavation suivie d'un stockage. Cette technique biologique extensive pouvant concerner de grandes surfaces est également efficace pour la revégétalisation de sites dégradés. Il faut néanmoins noter que la phytoextraction est une technique de traitement en développement.



**Figure 22 - Phytoextraction : proposition d'itinéraire technique simplifié pour la culture de plantes hyperaccumulatrices de métaux [46]**

Les fondements scientifiques de la phytoextraction reposent sur les relations sol-plante et les transferts sol-plante des métaux :

- tolérance/résistance de certaines espèces végétales aux métaux ou aux multipollutions,
- existence d'espèces végétales hyperaccumulatrices de métaux qui transfèrent des métaux en quantité élevée du sol vers leurs parties aériennes [40] [44] [52],
- développement racinaires des espèces hyperaccumulatrices dans les zones polluées d'un sol hétérogène [50]
- développements agronomiques et domestication de plantes hyperaccumulatrices sauvages [49],
- effet d'un couvert végétal tolérant sur la stabilisation physique et chimique des sols,
- effets de plantes hyperaccumulatrices sur la quantité de métaux biodisponibles des sols [36] [38] [47].

Quelques limites de la technologie sont, dans l'état actuel des connaissances :

- la profondeur d'enracinement des végétaux limitée aux horizons de surface,
- l'obtention de semences de végétaux sélectionnés à partir d'espèces sauvages,
- le maintien de l'état sanitaire des cultures (attaques parasitaires, maladies),
- la sensibilité des plantes hyperaccumulatrices à certains constituants du sol,
- les risques de transferts dans la chaîne alimentaire de métaux hyperaccumulés,
- l'extraction limitée à deux ou trois métaux simultanément par une culture mono-spécifique de plante hyperaccumulatrice.

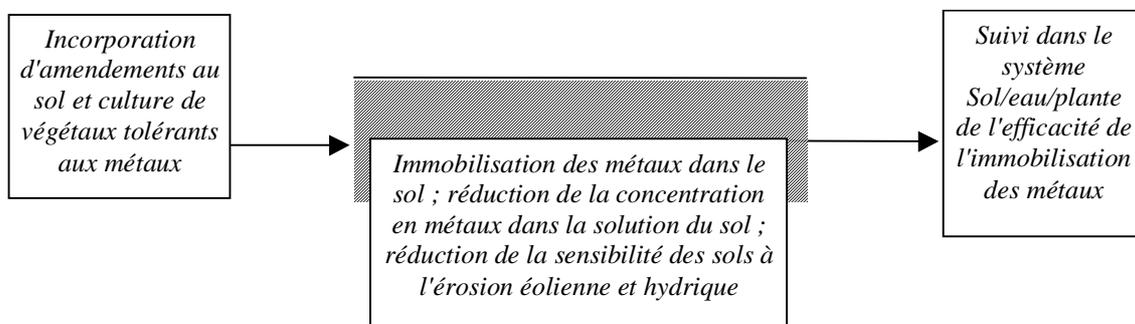
Les résultats d'applications industrielles réalisées sur différents sites et des difficultés parfois rencontrées sur le terrain montrent que :

- La phytoextraction est une technique en développement pour laquelle les traitements à échelle industrielle ne sont pas nombreux. Il y a essentiellement eu des expérimentations de terrain sur des sites industriels (fonderies de métaux non ferreux, cokeries, ...) et des sites agricoles (périphérie de sites industriels, épandage de déchets). Les principales difficultés sont inhérentes à la culture de végétaux sauvages et à l'adaptation de l'itinéraire cultural (semis, fertilisation, irrigation, traitements phytosanitaires, récolte).
- La phytoextraction concerne des métaux biodisponibles des sols. Certaines expérimentations de terrain (sur sites pollués par du plomb) ont utilisé des agents chélatants comme l'EDTA (éthylène-diamine-triacétique) pour mobiliser des métaux et les rendre biodisponibles. Cette pratique peut générer un risque de dissémination massif des métaux vers les eaux.



## 1.2 Techniques de stabilisation – immobilisation des polluants

### 1.2.1 Phytoremédiation par phytostabilisation



**Figure 23 - Schéma de principe du traitement de sols pollués par phytostabilisation**

Un sol industriel nu peut être soumis à des phénomènes d'érosion ou de lessivage aux conséquences graves sur l'écosystème s'il y a dissémination de substances toxiques en quantités incompatibles avec son bon fonctionnement [96]. Une voie de remédiation de sites pollués par les métaux est alors la phytostabilisation [93] qui, contrairement à la phytoextraction, ne permet pas d'extraire les métaux des sols [93] [94].

La phytostabilisation, aussi appelée immobilisation *in situ*, est l'utilisation combinée d'amendements et d'un couvert végétal adapté pour réduire la concentration en éléments en traces dans la solution du sol et leur transfert vers d'autres compartiments de l'écosystème.

Cette technique consiste à apporter dans les horizons de surface du sol des phases minérales ayant une forte capacité à fixer les métaux [95] [98] [99]. Le choix de l'amendement ou de la combinaison d'amendements et du couvert végétal est orienté pour que l'effet d'immobilisation soit durable.

L'immobilisation est basée (1) sur la sorption des métaux sur des surfaces minérales ou organiques ou (2) sur la formation de particules isolant les métaux dans leur structure. De plus, un changement de conditions physico-chimiques du sol, tel que l'augmentation de pH induite par certains amendements, peut conduire à une immobilisation des métaux.

Les principaux matériaux proposés pour atteindre les objectifs d'immobilisation *in situ* des métaux sont (1) les minéraux phosphatés (hydroxyapatite, scories phosphatées), (2) les amendements calciques ( $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{Ca(OH)}_2$ ,  $(\text{Ca, Mg})\text{CO}_3$ ), (3) les aluminosilicates purs ou associés (zéolites, cendres cycloniques telles que la béringite, argiles), (4) les oxydes ou hydroxydes de Fe, Al et Mn et (5) divers substrats organiques (composts, tourbes, ...) [100].

## Techniques de stabilisation - Phytostabilisation

---

Il a été mis en évidence que l'hydroxyapatite, la béringite, la grenaille d'acier, et l'association grenaille d'acier-béringite sont des amendements efficaces pour stabiliser les métaux des sols [99]. Leurs effets semblent être reproductibles pour des sols présentant des caractéristiques physico-chimiques contrastées et contaminés par des sources variées [92].

L'érosion et l'adhésion des particules de sol aux plantes sont des processus qui mettent surtout en jeu les particules les plus fines qui transportent de façon majoritaire les éléments en traces et surtout le plomb.

La stabilisation par l'incorporation dans le sol d'amendements peut être améliorée en immobilisant les métaux grâce à un couvert végétal tolérant à la pollution [92] [98] [99]. Cette technique combinée montre qu'une méthode biologique peut compléter la fonction d'une méthode physico-chimique par piégeage de la pollution.

La technique de phytostabilisation est par exemple prometteuse pour deux éléments toxiques, le chrome et le plomb et peut plus généralement permettre de limiter la dissémination des éléments en traces et de certains polluants organiques [97].

La phytostabilisation se produit naturellement sur certains sites où un couvert végétal s'installe spontanément. Elle est alors applicable à de nombreuses situations et à des pollutions multimétalliques.

Dans le cadre de démonstrations réalisées à grande échelle, l'effet combiné des amendements et de l'installation d'un couvert végétal semble efficace et persistant dans le temps. Il faudra toutefois prévoir et maintenir un suivi de la dynamique des métaux dans le système sol-eau-plante après traitement.

De plus, la phase fixatrice ne doit pas produire d'effet secondaire indésirable sur la fertilité physique (structure) et chimique (présence et disponibilité des éléments nutritifs).

Les fondements scientifiques de la phytostabilisation reposent sur les relations sol-plante et les transferts sol-plante des métaux :

- propriété fixatrice des métaux de certains amendements incorporés seuls ou en association dans les horizons de surface des sols,
- tolérance/résistance de certaines espèces végétales aux métaux ou aux multipollutions,
- développements agronomiques et domestication de plantes hypertolérantes sauvages,
- effet de la mise en place d'un couvert végétal tolérant sur la stabilisation physique et chimique des sols,
- effets combinés de l'apport d'amendements et de cultures de plantes hypertolérantes sur la quantité de métaux mobiles et biodisponibles des sols.

Quelques limites de la technologie sont, dans l'état actuel des connaissances :

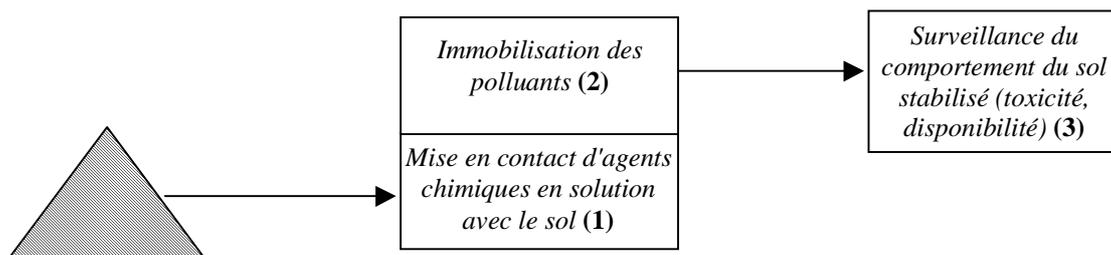
- la profondeur d'incorporation des amendements et d'enracinement des végétaux est limitée aux horizons de surface des profils de sols,
- les éventuels effets secondaires : les mécanismes d'immobilisation de certains éléments métalliques toxiques et non essentiels peuvent également s'appliquer à des éléments nutritifs essentiels (oligo-éléments, phosphore, ...) entraînant de possibles phénomènes de carence,
- les métaux ne sont pas extraits des sols et restent présents sous des formes peu ou pas mobiles éventuellement mobilisables par des modifications de conditions physico-chimiques des sols. Un suivi dans le temps du degré d'immobilisation des métaux dans les sols est indispensable.



### 1.2.2 Stabilisation physico-chimique

La stabilisation physico-chimique désigne l'ensemble des techniques qui consistent à réduire le risque de dissémination d'éléments polluants, principalement en les immobilisant sous une forme moins soluble et/ou moins toxique par la mise en œuvre de mécanismes physico-chimiques.

Le principe de la stabilisation physico-chimique peut être schématisé ainsi :



**Figure 24 - Schéma de principe du traitement de sols pollués par stabilisation physico-chimique**

Remarque : la stabilisation est également envisageable en technique in situ. Les légendes (1), (2) et (3) sont alors les mêmes que dans le cas d'applications *sur site ou hors site*.

Une stabilisation physico-chimique peut éventuellement être accompagnée d'une solidification. La solidification s'obtient généralement par l'utilisation de liants minéraux, tels que les clinkers entrant dans la composition de ciments. Les composés présents dans ces matériaux (silicates tri ou bi-calcique, aluminat tri-calcique, aluminoferrite tétra-calcique, gypse...) peuvent aussi permettre des immobilisations en mettant en jeu certains des mécanismes cités ci-après.

La technique de stabilisation peut mettre en œuvre de nombreux mécanismes chimiques.

Afin de transformer en une forme moins soluble et/ou moins toxique des éléments polluants, on retrouve :

- Les mécanismes d'insolubilisation, par précipitation : formation d'hydroxydes, de sulfures, de phosphates, de carbonates...
- Les mécanismes d'adsorption sur des matrices spécifiques : hydroxydes métalliques, argiles, matières organiques, ou sur certains constituants de matrice cimentaire (aluminium, fer, matrices où les surfaces spécifiques augmentent avec l'hydratation...).
- Les mécanismes de neutralisation, complexation : acides, bases...
- Les mécanismes d'oxydo-réduction pour diminuer la solubilité de certains éléments ou les rendre moins toxiques (exemple :  $\text{Cr}^{\text{VI}} \rightarrow \text{Cr}^{\text{III}}$ ).
- Les réactions de substitution, où les ions polluants peuvent être échangés avec d'autres ions alcalins ou alcalino-terreux et ainsi être fixés dans la structure cristalline de certains minéraux (argiles, silico-aluminates...).

## Techniques de stabilisation – Stabilisation physico-chimique

---

Tous ces mécanismes restent liés aux conditions de milieu ou aux conditions opératoires. On peut ainsi citer : plage de pH, conditions redox, solubilité, saturation en eau...

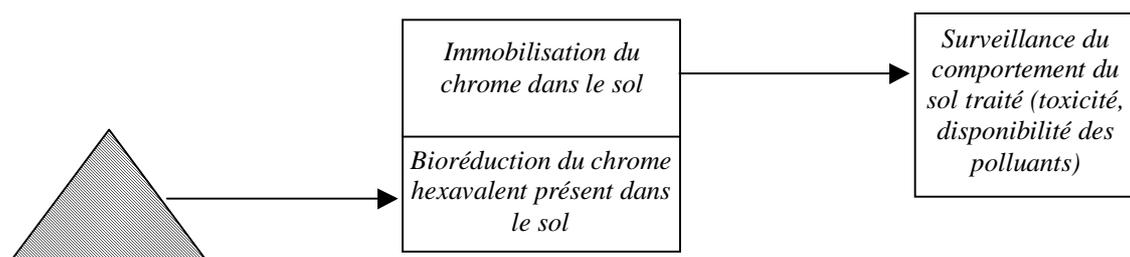
Outre ces mécanismes chimiques, il est aussi possible d'obtenir une solidification notamment dans le cas de l'utilisation de liants hydrauliques (ciments, chaux, plâtre...). On réduit ainsi :

- les transferts des agents extérieurs (oxygène, eau, acidité...) vers le sol pollué,
- les transferts des polluants potentiellement mobilisables vers l'extérieur,
- les phénomènes d'oxydation éventuellement pénalisant (cas des sulfures par exemple),
- la mobilité d'éléments au sein de la matrice.

### 1.2.3 Bio-immobilisation

#### 1.2.3.1 Présentation générale

L'immobilisation des métaux dans la matrice sol doit permettre de limiter les risques de transfert vers la nappe phréatique. Cette technique de traitement biologique de bio-réduction s'applique essentiellement aux cas des espèces métalliques facilement mobiles car très solubles dans l'eau et facilement mobilisables dont la forme réduite est peu soluble dans l'eau dans les conditions de pH et de potentiel redox classiquement rencontrées dans les sols. C'est le cas par exemple du chrome (VI) très soluble dans l'eau [76]. Sa (bio)-réduction conduit à la formation d'hydroxyde de chrome peu soluble dans l'eau. Dans la suite du document, nous focaliserons nos réflexions sur le traitement par bio-immobilisation des sols pollués au chrome (VI). Le principe du traitement par bioréduction des sols pollués par du chrome (VI) est présenté dans la figure suivante :



**Figure 25 - Schéma de principe du traitement par bio-réduction de sols pollués par du chrome (VI)**

La réduction biologique du chrome (VI) en chrome (III) peut s'effectuer soit en conditions anaérobies soit en conditions aérobies suivant des métabolismes microbiens distincts [91] [75]. Il s'agit d'une technique existant uniquement au stade de la recherche qui n'a pas encore connue d'applications industrielles pour le traitement de sols pollués [81]. Techniquement, le traitement de bio-immobilisation doit être effectué sur des sols excavés et disposés de manière à permettre la circulation de solutions nutritives au travers du sol et favoriser ainsi l'activité bio-réductrice endogène ou exogène du sol. L'utilisation de dispositifs étanches équipés d'un système de drainage permet d'une part de réduire les risques de pollution au cours du traitement et, d'autre part, de faciliter la récupération de lixiviats et leur recirculation au travers de la couche de sol. Les conditions spécifiques des traitements aérobie et anaérobie de bio-immobilisation seront précisées dans les paragraphes suivants.

### **1.2.3.2 Bio-immobilisation anaérobie**

#### Principe de la bio-immobilisation anaérobie directe

En absence d'oxygène, certaines bactéries sont capables d'utiliser le chrome (VI) comme accepteur final d'électron dans la chaîne respiratoire [89] [90] [77]. La bio-immobilisation directe par des bactéries anaérobies facultatives ou strictes implique dans de nombreux cas des enzymes (réductases) produites par les micro-organismes. La réduction enzymatique du chrome (VI) a également été mise en évidence chez les bactéries sulfato-réductrices (BSR) [87].

#### Principe de la bio-immobilisation anaérobie indirecte

La bioréduction indirecte est possible notamment sous l'action des BSR en conditions anaérobies strictes [86]. En effet, le chrome (VI), par exemple, est alors réduit par les sulfures produits par les BSR à partir des sulfates présents dans le milieu ou apportés. En effet, les BSR sont capables de réduire les sulfates en sulfures, la formation de sulfures s'accompagnant alors d'une précipitation des métaux sous la forme de sulfures métalliques. Cette technique est par principe utilisable pour tous les métaux lourds mais n'est envisageable que si la fraction de métaux liés aux oxydes de fer ou de manganèse est très minoritaire. Dans le cas contraire, la sulfato-réduction peut en effet s'accompagner d'une réduction des oxydes de fer et de manganèse avec solubilisation des métaux qui leurs sont associés. Cette technique de bioréduction des métaux par les BSR est surtout envisageable dans le cas où les métaux seraient présents dans le sol sous la forme de sulfates métalliques solubles dans l'eau. En absence de sulfates dans le sol, il faut envisager d'en apporter dans le milieu pour permettre la sulfato-réduction.

#### Dispositifs de traitement par bio-immobilisation anaérobie

##### **1.2.3.2.1.1 Traitements par percolation (traitements statiques)**

Les terres polluées sont excavées, placées dans des bassins étanches, et noyées de façon à maintenir les conditions d'anoxie (absence d'oxygène) permettant de favoriser l'activité microbienne de bio-réduction du chrome (VI) en chrome (III). Il est préférable de recouvrir les bassins à l'aide d'une membrane synthétique étanche au gaz afin de limiter l'oxygénation de la phase liquide supérieure. La phase liquide est récupérée à la base du bassin par pompage pour être injectée au-dessus du tas (après ajout si nécessaire de nutriments). Le dispositif de traitement par bio-immobilisation anaérobie du chrome (VI) est présenté dans la Figure 26.

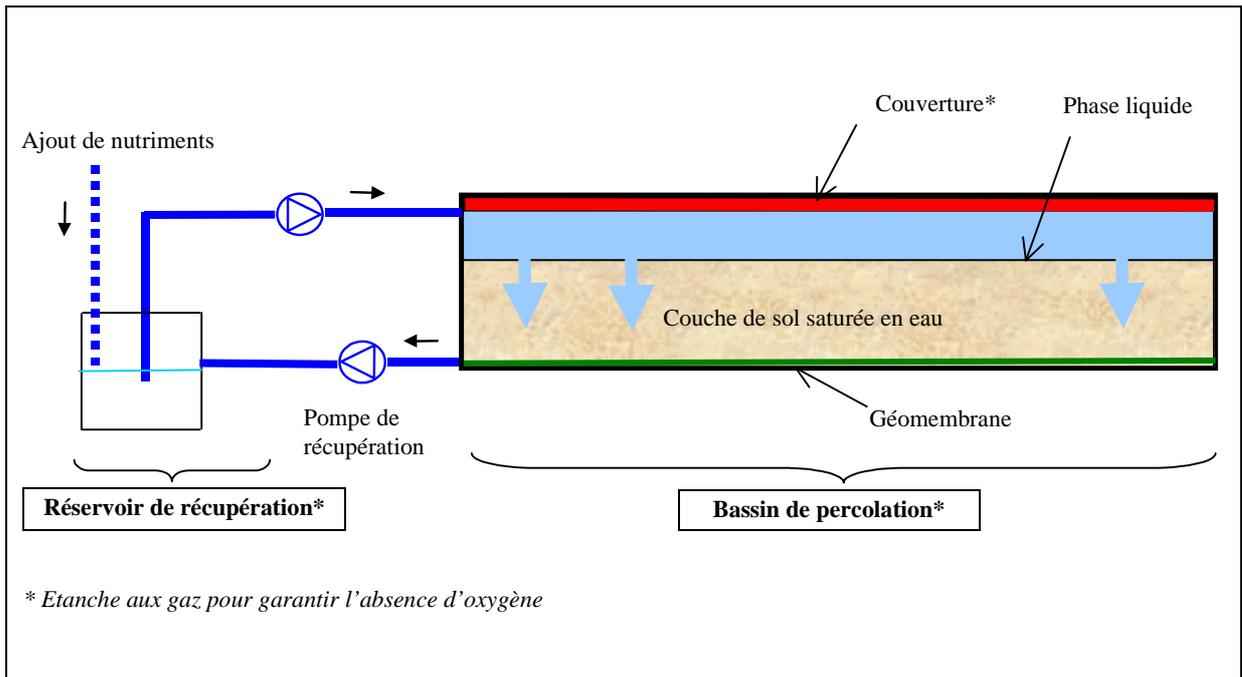


Figure 26 - Bio-immobilisation du chrome (VI) en conditions anaérobies : traitement par percolation.

1.2.3.2.1.2 Traitements par agitation (traitements en bio-réacteurs)

Les terres polluées sont excavées et mises en pulpe dans des réacteurs étanches. Il peut être nécessaire d'éliminer les blocs et les particules grossières par des pré-traitements physico-chimiques. La pulpe est additionnée de nutriments puis agitée de façon continue ou discontinue.

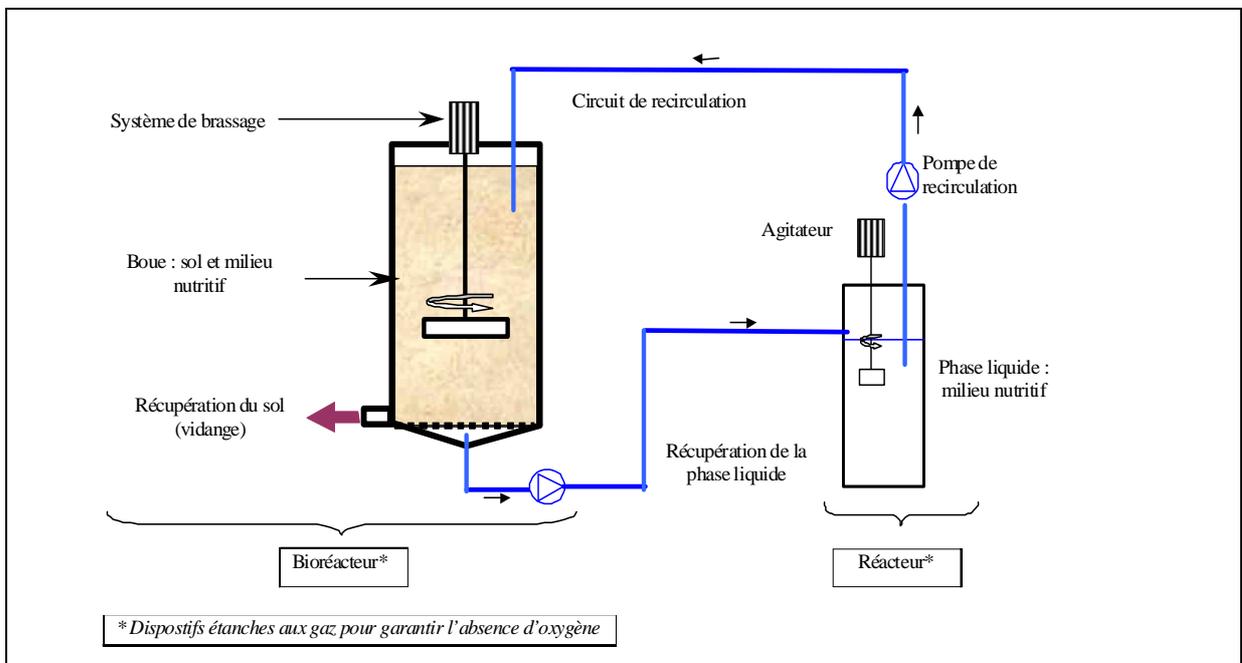


Figure 27- Bio-immobilisation du chrome (VI) en conditions anaérobies : traitement en bioréacteur.

### 1.2.3.3 *Bio-immobilisation aérobie*

#### Principe de la bio-immobilisation aérobie

Le principe de bio-immobilisation aérobie est spécifique à la pollution par du chrome (VI). Il consiste à réduire le Chrome (VI) très soluble dans l'eau en Chrome (III) quasi insoluble à des pH supérieurs à 5. La réduction aérobie du chrome (VI) a été décrite pour la première fois chez une souche du genre *Pseudomonas* isolée de boues polluées par du chrome [88]. Cette souche est capable de réduire le chromate ou le dichromate durant sa croissance aérobie. Depuis, de nombreux autres micro-organismes ont été isolés à partir des sols et des sédiments contaminés ou non par le chrome (VI), pour leur capacité à catalyser la réaction de réduction du Chrome (VI) en Chrome (III) [85] [72] [78] [83] [79]. Cette activité a pour conséquence l'immobilisation du chrome dans la matrice solide et offre ainsi une stratégie potentielle de traitement des sols pollués par du chrome (VI).

Quel que soit le mécanisme mis en œuvre, la réduction du chrome (VI) en chrome (III) se fait essentiellement pendant la phase de croissance des bactéries bien qu'une faible réduction peut avoir lieu pendant la phase de latence. La réduction bactérienne du chrome (VI) en chrome (III) s'effectue au contact ou à l'intérieur même de la cellule. Le chrome précipite sous la forme d'hydroxydes de chrome quasi insoluble à des pH supérieurs à 5. Pour certaines bactéries la bioréduction peut être considérée comme un mécanisme de résistance aux chromates [73] [74]. Pour d'autres, les deux phénomènes sont dissociés [72] [82]. En 1997, une nouvelle souche bactérienne a été isolée au LAEPSI à partir d'un sol pollué par du chrome (VI) pour ses capacités à réduire le chrome (VI) en chrome (III) [79]. Cette souche a été caractérisée comme appartenant au genre *Streptomyces* et plus précisément à l'espèce *thermocarboxydus* et nommée NH50. Les résultats en culture pure au LAEPSI ont permis d'envisager l'utilisation de cette souche dans un procédé de traitement de bio-immobilisation aérobie de sols pollués par du chrome (VI). Le mécanisme de bioréduction du chrome (VI) par *Streptomyces thermocarboxydus* est indirect et encore mal connu [80]. L'influence de plusieurs paramètres physico-chimiques sur la cinétique de bioréduction du chrome (VI) a été étudiée en cultures pures de *Pseudomonas fluorescens* LB 300 et *Streptomyces thermocarboxydus* NH50 : nature et concentration de la source de carbone, pH, concentration en chrome... L'apport d'une source de carbone organique est indispensable aux micro-organismes hétérotrophes responsables de la bioréduction du chrome (VI) en conditions aérobies [84].

#### Dispositifs de traitement par bio-immobilisation aérobie

Le traitement de bio-immobilisation du chrome (VI) dans les sols peut être effectué soit sur une configuration « biotertes » dans des lysimètres soit en bioréacteurs « bioslurry » avec brassage mécanique de la boue. Le choix de la configuration dépend du volume de terre à traiter. Les dispositifs correspondant sont proches de ceux décrits dans la technique de séparation par bio-lixiviation.

## 1.3 Techniques de dégradation des polluants

### 1.3.1 Traitement biologique des composés organiques

Le but des procédés de bioremédiation est d'utiliser au mieux la capacité des microorganismes à transformer, détoxifier et/ou détruire les polluants pour qu'ils ne présentent plus de risque pour l'environnement et la santé humaine. Les polluants doivent être partiellement ou totalement métabolisables par les microorganismes.

Ils peuvent être utilisés seuls ou en combinaison avec d'autres techniques physico-chimiques ou thermiques.

D'une façon générale, la dépollution par voie biologique aboutit rarement à l'élimination totale des polluants dans un sol mais elle contribue largement à la détoxification des sols pollués. Il existe différents types de technologies déjà éprouvées et utilisées à grande échelle selon que le traitement porte sur des pollutions situées en zone non saturée ou en zone saturée et selon le mode de mise en œuvre : le bioventing, le biosparging, le biotertre, le landfarming, la biodégradation stimulée in situ et le bioréacteur.

#### 1.3.1.1 Bioventing

Le principe du traitement de sol par bioventing peut être schématisé de la manière suivante :



**Figure 28 - Schéma de principe du traitement par bioventing de sols pollués par des hydrocarbures**

Le bioventing consiste à stimuler la biodégradation in situ de polluants dans les sols, en fournissant à la microflore en place l'oxygène nécessaire au métabolisme bactérien. L'oxygène, qui est souvent l'élément limitant des actions microbiennes en aérobiose, est fourni par l'injection d'air dans la zone contaminée. La ventilation peut être assurée par injection d'air ou par extraction de la phase gazeuse de la zone insaturée du sol.

A la différence du venting, le traitement par bioventing s'adresse non seulement aux contaminants volatils mais aussi aux composés plus lourds, adsorbés ou non sur le milieu poreux.

## Techniques de dégradation - Biodégradation

Les puits d'injection d'air sont localisés dans la zone de forte contamination, dans le double but d'apporter l'oxygène là où les besoins sont les plus importants et de limiter les transferts des polluants par volatilisation dans l'atmosphère. Les puits d'extraction sont localisés à la périphérie du site dans les zones non contaminées.

Cette disposition des puits ainsi qu'un bon contrôle des débits d'air visent d'une part à optimiser les phénomènes de biodégradation et d'autre part à contrôler les phénomènes de volatilisation des contaminants. Ce dernier point est vraiment important dans la mesure où l'on connaît l'incidence sur les coûts de l'installation en surface d'équipements spécifiquement dédiés au traitement des effluents gazeux.

### 1.3.1.2 Biosparging

Le principe du traitement de sol par biosparging est le même que celui du bioventing à la différence près qu'il porte sur des pollutions situées dans la zone saturée. Ce principe peut être schématisé de la manière suivante :



**Figure 29 - Schéma de principe du traitement par biosparging de sols pollués par des hydrocarbures**

Le biosparging consiste à stimuler la biodégradation in situ de polluants dans les sols, en fournissant à la microflore en place l'oxygène nécessaire au métabolisme bactérien. L'oxygène, qui est souvent l'élément limitant des actions microbiennes en aérobiose, est fourni par l'injection d'air sous pression dans la zone contaminée en zone saturée.

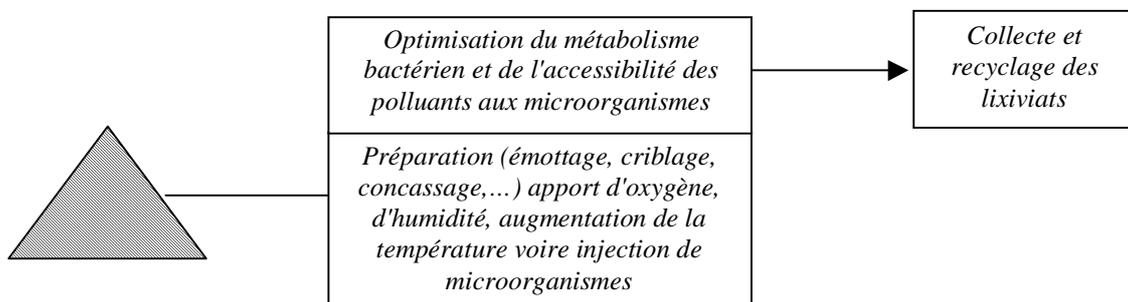
Le traitement par biosparging est adapté pour le traitement de sources de pollution constituées de composés organiques volatiles et d'hydrocarbures pétroliers en zone saturée.

Les puits d'injection d'air sont localisés dans la zone de forte contamination, dans le double but d'apporter l'oxygène là où les besoins sont les plus importants et de limiter les transferts des polluants par volatilisation dans l'atmosphère. Dans le cas de polluants volatils, des puits d'extraction sont localisés à la périphérie du site dans les zones non contaminées.

Cette disposition des puits ainsi qu'un bon contrôle des débits d'air visent d'une part à optimiser les phénomènes de biodégradation et d'autre part à contrôler les phénomènes de volatilisation des contaminants.

### 1.3.1.3 Biotertre

Le principe du traitement de sol par biotertre peut être schématisé de la manière suivante :



**Figure 30 - Schéma de principe du traitement par biotertre de sols pollués par des hydrocarbures**

La technique du biotertre ou de l'andain consiste en un traitement biologique des sols excavés placés en tas sur site avec un contrôle des paramètres, comme la concentration en oxygène, l'humidité du sol, la teneur en nutriments minéraux et en microorganismes.

Les plus volumineux sont les biotertres avec des volumes pouvant atteindre plusieurs centaines de m<sup>3</sup> (longueur : plusieurs dizaines de mètres - largeur : plusieurs mètres (<10 m) - hauteur inférieure à 4-5 m). Leur hauteur est limitée pour éviter les problèmes de tassement de la terre qui peuvent intervenir au cours du temps, créant alors des dysfonctionnements dans la distribution des flux gazeux.

L'aération à l'intérieur du biotertre est assurée par une aspiration continue de l'air au travers de tuyaux perforés installés à des hauteurs intermédiaires et connectés à un ventilateur.

Afin d'éviter toute pollution du terrain sur lequel il est installé, le biotertre repose sur une semelle en ciment ou sur une membrane imperméable permettant la collecte et le recyclage des lixiviats.

Pour améliorer les performances d'un tel traitement, il est impératif d'aboutir à des tas de terre ayant la granulométrie la plus homogène possible. Plusieurs opérations préalables à la construction du biotertre peuvent être envisagées seules ou combinées :

- l'émottage et le broyage qui servent à fragmenter les agrégats pour augmenter l'accessibilité des polluants aux microorganismes,
- le criblage ou tamisage qui sépare les gravats, les pierres, qui ne nécessitent pas de traitement biologique,
- le concassage, qui n'est qu'occasionnellement pratiqué parce qu'il représente une technologie lourde et coûteuse,
- l'homogénéisation avant la mise en tas, étape qui permet d'ajouter les solutions de sels nutritifs (apport d'azote et de phosphore), pour subvenir aux carences potentielles en éléments minéraux et pour ajuster la teneur en eau des sols. Un ajout de micro-

## Techniques de dégradation - Biodégradation

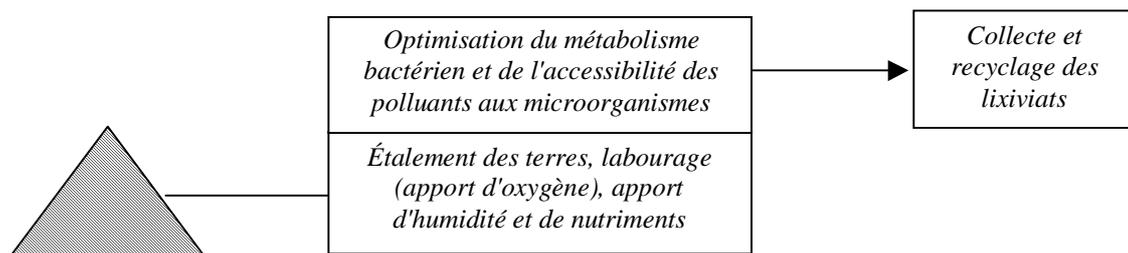
organismes, spécifiquement adaptés au type de pollution en place, est envisageable à ce moment. Cet enrichissement doit conduire à des vitesses de biodégradation plus élevées et donc à des temps de traitement plus courts. Cette microflore ajoutée au sol est souvent le résultat d'une culture en fermenteur effectuée à partir d'isolements microbiologiques pratiqués sur les terres à décontaminer.

L'apport d'un compost (25 à 35 % en masse par rapport à la terre), en fournissant aux micro-organismes en place une matière organique plus facilement métabolisable que la pollution en place, favorise leur croissance et augmente l'activité microbienne. Il représente encore un élément structurant ajouté à la terre dont le rôle est d'assurer une meilleure circulation des flux gazeux et liquides à l'intérieur du tas.

En ce qui concerne les andains, qui sont des plus petits tas de quelques m<sup>3</sup>, le renouvellement de l'atmosphère gazeuse est obtenu par des retournements périodiques (mensuels ou bimestriels) réalisés soit par des pelles mécaniques, soit par des engins retourneurs.

### 1.3.1.4 Landfarming

Le principe du traitement de sol par landfarming peut être schématisé de la manière suivante :



**Figure 31 - Schéma de principe du traitement par landfarming de sols pollués par des hydrocarbures**

Le landfarming consiste en l'épandage en faible épaisseur (de l'ordre de quelques dizaines de centimètres) de sols pollués par des produits organiques, souvent d'origine pétrolière, sur une surface préparée à l'avance, le terrain pouvant être ensuite cultivé. Cet épandage se fait sur des zones soigneusement confinées pour protéger le sous-sol de tout risque d'infiltration, avec l'installation par exemple de films de polyéthylène haute densité, qui doivent pouvoir supporter le passage d'engins de labour.

Le labour des terres permet de contrôler la percolation des contaminants vers les couches plus profondes du sous-sol, tout en assurant la réoxygénation des terres. On profite de cette opération pour ajouter des éléments minéraux tels que des engrais.

### 1.3.1.5 Biodégradation stimulée in situ

Le principe du traitement de sol par biodégradation stimulée in situ peut être schématisé de la manière suivante :



**Figure 32 - Schéma de principe du traitement par biodégradation stimulée in situ de sols pollués**

Cette technique consiste à stimuler la biodégradation in situ de polluants dans les sols, en fournissant à la microflore le paramètre limitant nécessaire au métabolisme bactérien.

L'oxygène, qui est souvent l'élément limitant des actions microbiennes en aérobiose, comme la dégradation des hydrocarbures pétroliers, est fourni sous la forme de composés oxygénés dans la zone contaminée (peroxydes de magnésium, de calcium ou d'hydrogène).

Dans le cas de métabolismes anaérobie, tels que la déchloration réductive des solvants chlorés, les polluants eux-mêmes sont le plus souvent les ultimes accepteurs d'électrons et la stimulation de l'activité bactérienne nécessite alors la fourniture d'un donneur d'électron. Les principaux donneurs d'électron classiquement employés par les bactéries anaérobies responsables de la déchloration anaérobie sont l'hydrogène et l'acétate. Les substrats injectés près des sources de pollution par des solvants chlorés devront donc être susceptibles non seulement de rendre le milieu suffisamment réducteur mais également de produire de l'hydrogène. De tels substrats peuvent être constitués par exemple par des composés solubles tels que des alcools (méthanol, éthanol), de la mélasse, des sucres, des acides gras de faible poids moléculaire.

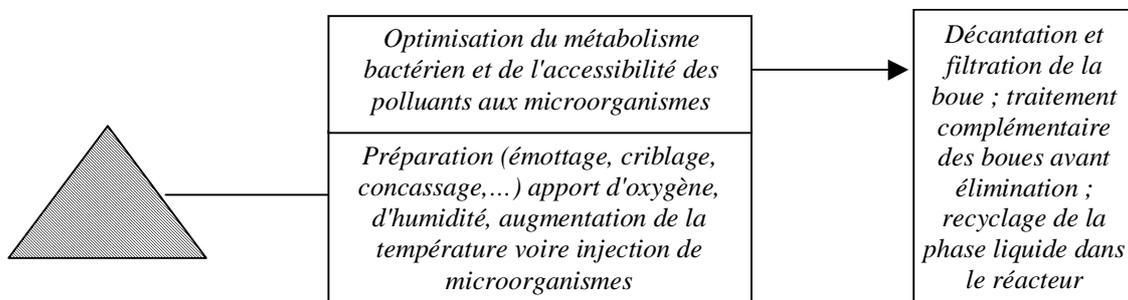
Le traitement de panaches de solvants chlorés par voie biologique in situ donne généralement de bons résultats, en revanche, le traitement de zones sources n'est efficace que lorsque les conditions de contact entre la bactérie responsable de la déhalogénéation et ou les substrats et le polluant sont réunies.

Il existe deux méthodes différentes pour le traitement biologique de zones sources de solvants chlorés en zone saturée :

- Etant donné que la déchloration anaérobie est un processus qui se déroule en phase aqueuse et que les bactéries qui en sont responsables n'attaquent pas directement les phases libres de type DNAPL, la réussite du traitement de zones sources peut être obtenue par une accélération de la dissolution de DNAPL par le biais d'une biostimulation au moyen de substrats organiques solubles ;
- L'injection de substrats de faible solubilité, de type huiles végétales, peut diminuer localement le débit de l'aquifère et augmenter la viscosité de la zone source offrant ainsi de meilleures conditions de contact entre le substrat, la zone source et la fraction aqueuse dissoute, un phénomène de séquestration (conditions préférentielles de solubilité) de la pollution dissoute et une dégradation biologique stimulée des composés solubilisés dans la phase liquide huileuse.

### 1.3.1.6 Bioréacteur

Le principe du traitement de sol par bioréacteur peut être schématisé de la manière suivante :



**Figure 33 - Schéma de principe du traitement par bioréacteur de sols pollués par des hydrocarbures**

Le bioréacteur consiste à traiter les sols pollués conditionnés sous forme de boue, dans un réacteur muni de systèmes d'agitation et d'aération. Ce type de procédé peut être appliqué sur site ou bien hors site. L'emploi de réacteurs agités peut être utile pour des sols généralement difficiles à traiter par d'autres procédés, comme par exemple des sols avec des teneurs en argiles élevées (>40 %). L'avantage de travailler en milieu confiné est de pouvoir optimiser les différents paramètres chimiques et physico-chimiques afin d'aboutir à des vitesses de dégradation maximales.

## Techniques de dégradation - Biodégradation

---

Les terres excavées sont d'abord tamisées pour éliminer les cailloux et les débris et ne garder que des particules dont la taille n'excède pas 4 à 5 mm, qui constituent la fraction du sol sur laquelle est adsorbé l'essentiel de la pollution.

Le sol ainsi tamisé est ensuite mis en suspension dans l'eau, qui peut être l'eau de la nappe contaminée (dans le cas où le réacteur serait installé sur le site), avec des pourcentages en solide compris entre 10 et 50 % en masse.

Cette boue est ensuite introduite dans le réacteur, dans lequel sont ajoutés :

- des nutriments minéraux (sels d'ammonium, phosphates),
- des agents chimiques de régulation du pH du milieu, entre 5 et 8 (valeurs optimales pour l'activité microbologique),
- des tensio-actifs biodégradables, dont l'action de solubilisation de polluants hydrophobes va contribuer à rendre plus accessibles ces contaminants aux micro-organismes, et entraîner une réduction des temps de séjour de la boue dans le réacteur.

Une aération combinée avec un système d'agitation vise à améliorer les transferts d'oxygène et les contacts entre les différentes phases liquide, gazeuse et solide (micro-organismes et particules de terre).

Les réacteurs, dont les volumes peuvent être très importants (plusieurs centaines de mètres cubes), sont soit des simples lagunes construites en terre, soit des cuves cylindriques, couvertes ou non.

L'alimentation du réacteur est soit continue, soit discontinue, les temps de séjour variant avec la biodégradabilité plus ou moins rapide des polluants. En discontinu, ces temps de séjour sont compris entre quelques jours et 1 à 2 mois.

Les micro-organismes sont soit ceux du sol concerné, soit des micro-organismes préadaptés, purs ou en mélange. L'ajout de micro-organismes, au début du traitement pour ensemercer le réacteur, se révèle souvent bénéfique car il accélère la mise en œuvre des processus de biodégradation. Des apports microbiens en cours de réaction sont possibles.

Une fois le traitement achevé, la boue est généralement décantée ou filtrée pour aboutir à deux fractions :

- les solides qui vont éventuellement subir un traitement complémentaire pour abaisser les teneurs en polluants qui pourraient être supérieures aux valeurs souhaitées, avant d'être mis en décharge,
- la phase liquide dont une partie est souvent recyclée pour fabriquer la boue, le reste étant rejeté dans le milieu après avoir subi un traitement d'épuration si nécessaire.

Avec le système de lagunage, seul le liquide est récupéré et les solides laissés sur place.

## Données générales concernant la dégradation biologique des solvants chlorés (Stanford Research Institute - SRI)

Nom	CM	VC	DCM	1,1-DCE	1,2-DICHLOROETHANE
USA 91			2,75E+05		
Europe Ouest 90			3,64E+05		
Monde 95		2,40E+07		3,93E+07	
Monde 97				3,80E+07	
USA 97	5,08E+05		1,45E+05	1,40E+07	
Europe O 97	4,80E+05		2,37E+05	1,00E+07	

Nom	TeCM	TCE	1,1,1-TCA	PCE	CHLOROFORME
USA 91	2,79E+05	1,45E+05	4,77E+05	2,46E+05	1,99E+05
Europe Ouest 90	4,77E+05	2,94E+05		4,72E+05	2,24E+05
Monde 95					
Monde 97					
USA 97	4,90E+04	1,22E+05	1,04E+05	1,53E+05	3,33E+05
Europe O 97	9,00E+04	1,21E+05	4,40E+04	1,80E+05	2,50E+05

**Tableau 29 - Productions mondiales, américaines et européennes des principaux OHV**

Nom	Utilisation
CHLOROMETHANE	Propulseur, Fab. des silicones, Methylcelluloses, Caoutchouc Butyle, herbicides
VINYL CHLORIDE	Fab du PVC (ou Polychlorure de vinyle)
MONOCHLOROETHANE	Intermédiaire chimique, production d'ethylcellulose
DICHLOROMETHANE	Décapant peintures, Aérosols, Dégraissage des métaux, Mousses de Polyurethane, Ag extraction
1,2-DICHLOROETHANE	Intermédiaire dans la fabrication du VC, prod de TCE, PCE et 111 TCA
CHLOROFORME	Solvant d'extraction, Dégraissage Métaux, Réfrigérants (intermédiaire)
TRICHLOROETHENE	Dégraissage des métaux, solvant d'extraction, fab de caoutchouc et élastomères
1,1,1-TRICHLOROETHANE	Nett sec, degreiss. Métal, solvant adhésif
1,1,2-TRICHLOROETHANE	Intermédiaire prod 111TCA et 11DCE
TETRACHLOROMETHANE	Caout. synthétique, Réfrigérants
TETRACHLOROETHENE	Nett. Text., degreiss. métaux, et interm. pour fab. l'ac trichloroacetic et des CFC
O-DICHLOROBENZENE	Herbicides, Fab. des Dichloroanilines
P-DICHLOROBENZENE	Déodorants, Résines

**Tableau 30 - Utilisations industrielles des principaux solvants chlorés**

Les tableaux 29 et 30 ont comme objectif d'essayer d'une part de préciser les quantités d'OHV produites dans les principales zones d'activités industrielles (Tableau 29) et d'autre part de donner un aperçu des principales utilisations industrielles de ces OHV (Tableau 30). Dans ce domaine, il apparaît que plusieurs produits ne sont utilisés que dans les domaines de la chimie industrielle (intermédiaires chimiques pour la fabrication d'autres produits chlorés ou des produits de grandes consommations). Le 1,2-DCA (fabrication du VC) et le VC pour la fabrication du PVC sont dans ce cas. Ces produits ne sont donc pas largement diffusés pour des utilisations courantes. Ce n'est pas le cas des produits que l'on peut qualifier de grand ou semi public, qui concernent les DCM, 1,1,1-TCA et surtout les deux composés les plus impliqués dans les cas de pollution, les TCE et PCE.

Ces données sont confirmées par Fetzner [102] qui dans un travail de synthèse précise que les plus grosses productions concernent les **VC** (5 et 4 millions de Tonnes pour respectivement l'Europe de l'Ouest et les USA en 1985) et le **1,2-DCA** (8 et 7 millions de tonnes pour les mêmes pays et périodes). Comme mis en évidence dans le Tableau 29, les productions sont fluctuantes. Il apparaît cependant que pour des produits industriels importants comme les **TCE** et **PCE**, les productions tendent à diminuer significativement, et plus encore en Europe de l'Ouest qu'aux Etats-Unis.

Principales voies métaboliques concernant les solvants chlorés

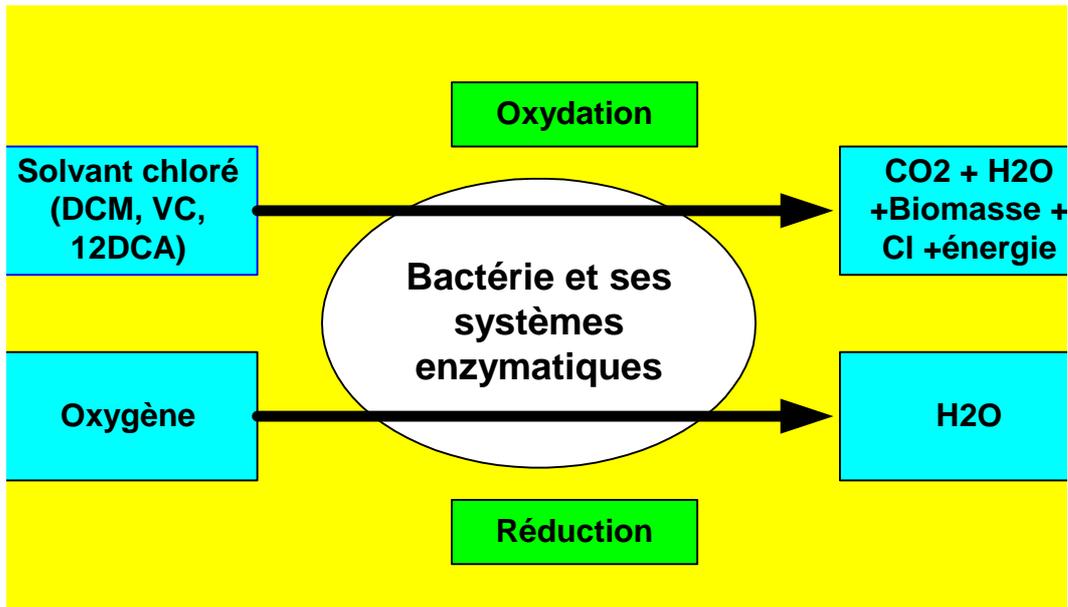


Figure 34 - Schéma de principe de l'oxydation directe de certains solvants chlorés

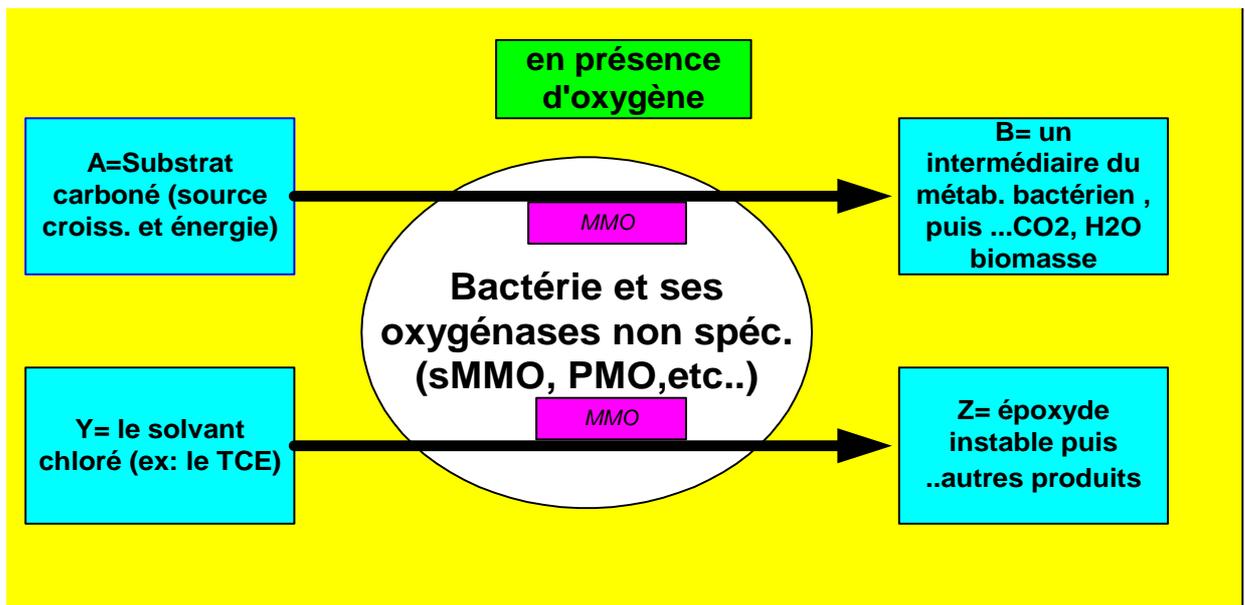


Figure 35 - Principe général du cométabolisme

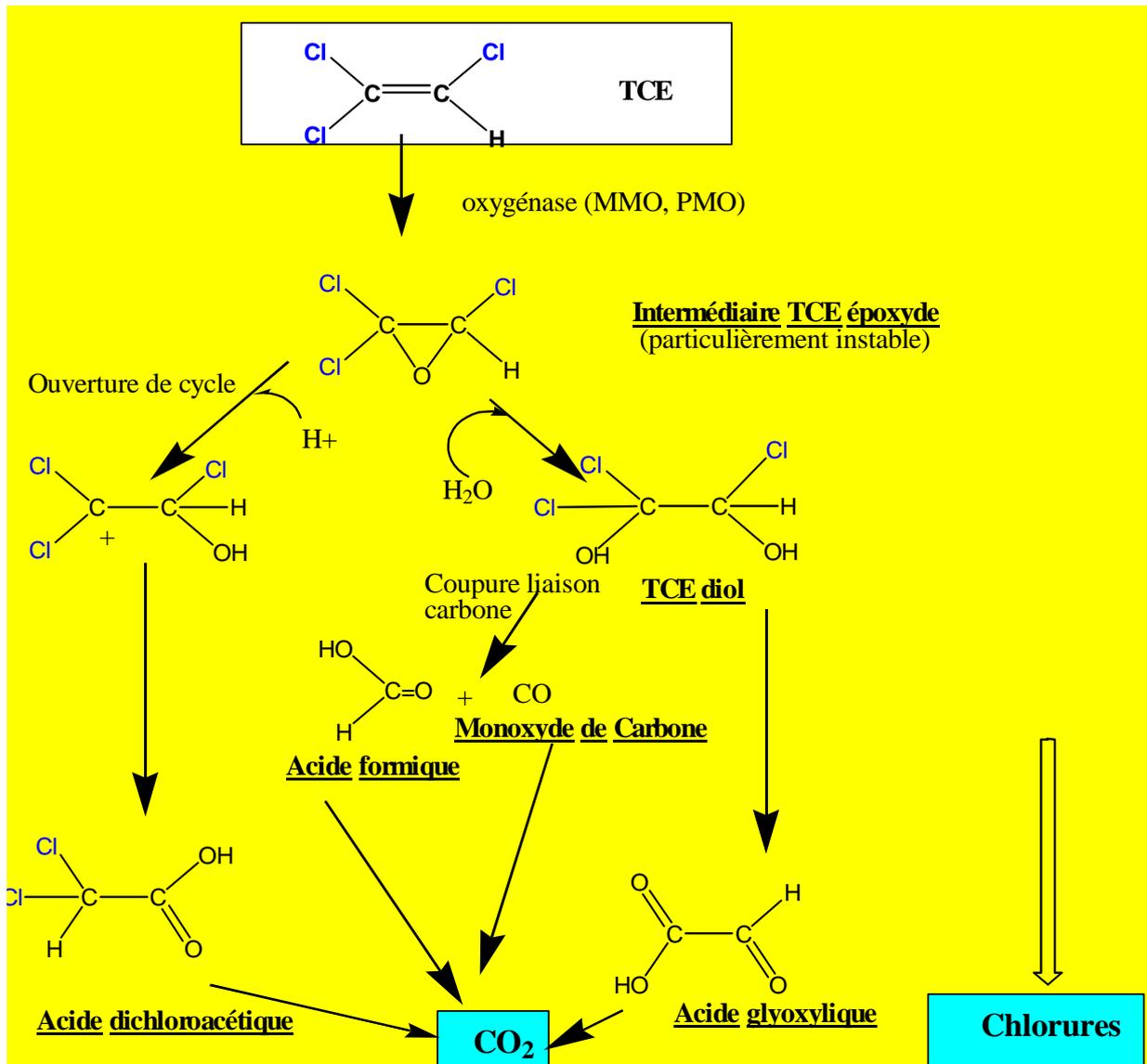


Figure 36 - Oxydation du TCE par la MMO

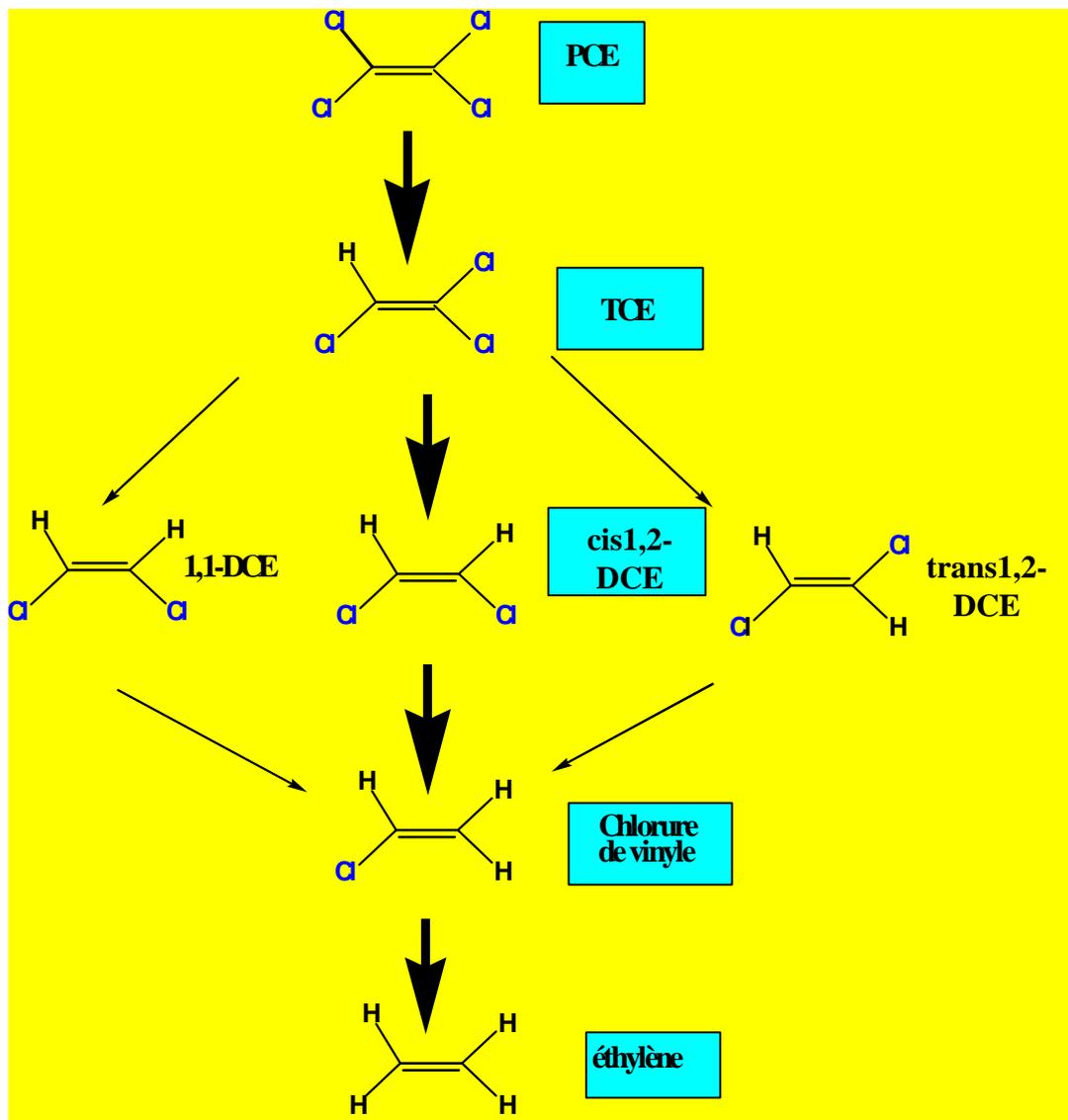


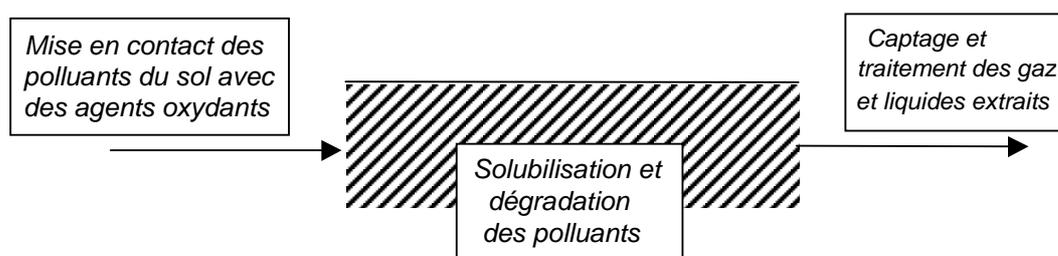
Figure 37 - Schéma général de la dégradation anaérobie du PCE (deshalogénéation réductrice)

### 1.3.2 Oxydation chimique in situ

Le traitement par oxydation in situ est un traitement chimique, qui consiste à générer des réactions au sein de la masse polluée, afin de modifier par oxydation les produits toxiques, en produits acceptables pour l'environnement et la santé, soit une dégradation complète du polluant. Ce traitement est, le plus souvent, utilisé pour le traitement de polluants organiques. Les agents oxydants les plus courants sont le permanganate, l'ozone, le peroxyde d'hydrogène et le persulfate.

Le traitement par oxydation chimique in situ (In situ Chemical Oxidation : ISCO) s'effectue sur le sol en place. Les solutions d'oxydants sont introduites par injection (ou arrosage) au niveau de la pollution.

Le principe de l'oxydation chimique in situ peut être schématisé ainsi :



**Figure 38 - Schéma de principe des procédés d'oxydation chimique in situ**

Les réactions chimiques, entre les oxydants et les polluants vont s'effectuer en phase dissoute. Les oxydants conventionnels n'attaquent pas directement les poches de produits libres de type NAPL (Non Aqueous Phase Liquid : phase liquide non aqueuse). La dégradation s'opère sur les produits dissous.

Sur le plan réactionnel, la réaction d'oxydation est contrôlée par sa thermodynamique et sa cinétique réactionnelle. Cette dernière est déterminante et dépendante de nombreux facteurs : température, pH, concentrations du réactif, catalyseurs, sous produits de dégradation, impuretés (matière organique, antioxydant piègeur « oxidant scavenger »...).

Sur le plan opérationnel, la mise en contact effective de l'oxydant avec le polluant est un élément clef. L'efficacité à dégrader le polluant sera d'autant plus importante que le mode d'injection permettra de mettre en contact les polluants avec la quantité d'oxydant nécessaire. Les polluants les plus stables peuvent être seulement oxydés avec les oxydants les plus forts, ces derniers étant plus rapidement consommés dans les sols, ce qui limite leur migration spatiale.

## Techniques de dégradation – Oxydation chimique in situ

---

L'oxydation in situ est une technique qui peut être mise en application en combinaison avec d'autres techniques. Pour répondre à la complexité de la plupart des sites, plusieurs technologies sont utilisées en même temps ou en différé. L'oxydation peut avoir différents rôles dans le plan de traitement d'un site :

- traitement de « hot-spots » bien localisés ;
- initiateurs de dégradation pour favoriser la dégradation biologique ;
- traitement de la phase dissoute relibérée par la mise en place d'autres techniques ;
- aide à la vaporisation des produits volatiles traités par extraction de vapeur ;
- polissage après un dégrossissage à l'aide d'une autre technique.

La remédiation par oxydation peut s'appliquer au traitement des polluants en zone saturée et en zone insaturée. Cependant, l'analyse de la littérature, montre, qu'elle est le plus souvent utilisée pour le traitement de la nappe. Au sein de la zone saturée, le traitement peut s'effectuer sur la zone source et/ou le panache. Le traitement se fait alors par ajout d'oxydants sous forme de gaz, liquide ou solide.

Dans le cas d'injection d'oxydant gazeux, le traitement comporte une étape de dissolution du gaz dans la phase aqueuse. Lorsque le traitement s'applique à la zone saturée, une attention particulière doit être portée sur l'espace de battement du toit de la nappe. En fonction des types de pollution, cet espace peut être chargé en polluants.

Si le traitement a lieu lorsque le toit est en position basse, la zone de battement non saturée ne doit donc pas être négligée.

Dans le cas de la zone non saturée, les réactions entre oxydant et polluant doivent aussi s'effectuer en phase aqueuse. Lors de l'utilisation d'oxydant liquide, il est donc nécessaire de saturer localement la zone non saturée. Ceci peut nécessiter de mettre en place une infrastructure lourde de barrière hydraulique et/ou de barrière perméable réactive.

Les informations contenues dans ce chapitre, proviennent de différents ouvrages génériques sur les techniques d'oxydation *in situ* (Touzé 2005, ITRC 2005, SERDP 2004) dont les références figurent au chapitre « Références bibliographiques ».

---

## 2 Déroulement du programme à l'origine de la méthodologie

### 2.1 Partenaires à l'origine de la réalisation de la méthodologie

L'élaboration de ce travail méthodologique résulte de la collaboration de huit équipes de spécialistes de chacune des techniques choisies par l'ADEME :

---

**PROCEDIS**

**Gérard ANTONINI**

**Mourad HAZI**

---

**Laboratoire d'Application de la Chimie à l'Environnement**

**Jean CARRE**

**Camille DUTHEIL**

---

**Laboratoire Multimatériaux et Interfaces – Université Claude Bernard Lyon 1**

**Jean-Marie LETOFFE**

---

**Laboratoire d'Analyse Environnementale des Procédés et Systèmes Industriels – Institut National des Sciences Appliquées de Lyon**

**Rémy GOURDON**

**Rémy BAYARD**

---

**Laboratoire de Physico-chimie de la Matière – Bureau de Recherches Géologiques et Minières**

**Pierre CONIL**

**Blandine CLOZEL**

---

**Département Procédés Biotechnologies et Hydrométallurgie – Bureau de Recherches Géologiques et Minières**

**Ioannis IGNATIADIS**

**Fabienne BATTAGLIA-BRUNET**

---

**Département de Microbiologie – Institut Français du Pétrole**

**Daniel BALLERINI**

**Denis BLANCHET**

**Marcel ROPARS**

**Frank HAESELER**

---

**Laboratoire Sols et Environnement – ENSAIA / INRA**

**Christophe SCHWARTZ**

**Catherine SCHMITT**

---

**Service d'Etude des Procédés et Analyses – COGEMA**

**Jacques THIRY**

---

La coordination de ce travail a été confiée à **INSAVALOR - Division POLDEN**.

La procédure qui a conduit à la sélection des équipes chargées des essais et du coordinateur a été initiée sous la forme d'un appel à projet lancé le 21 janvier 1998. Cette sélection s'est déroulée en deux phases :

- à la réception des propositions, une présélection a été effectuée sur les critères de conformité et de qualité.
- après une présentation à laquelle chaque candidat présélectionné a été invité, les propositions ont été examinées par un comité de sélection constitué d'un jury interne à l'ADEME, d'un représentant de l'Agence de l'Eau Rhin-Meuse, d'un représentant d'EPE (Entreprise Pour l'Environnement), d'un représentant du MEDD (Ministère de l'Ecologie et du Développement Durable) et d'un représentant de l'UPDS (Union de Professionnels de la Dépollution des Sites).

## 2.2 Problématiques de travail

Pour chacune des techniques de traitement étudiées, une procédure d'essais en trois étapes (caractérisation complémentaire, essais d'orientation, essais pilotes) a été mise en œuvre sur des échantillons de sol pollué provenant de sites en cours d'étude ou de traitement.

Le choix des sites concernés par l'étude a été décidé sur la base d'une identification des principales problématiques de sols pollués recensées par le Ministère de l'Ecologie et du Développement Durable (1996) et par l'ADEME et de manière à prendre en compte :

- L'ensemble des principaux polluants rencontrés, seuls ou en mélange,
- Les principales activités ou circonstances génératrices de pollutions typiques,
- Le plus possible de configurations rencontrées sur les sites,
- La nécessité de pouvoir tester toutes les techniques de traitement sélectionnées par l'ADEME.

Ainsi, les huit problématiques choisies pour tester la mise en œuvre des procédures d'essai pour chaque technique sont :

1. Ancienne usine à gaz ou cokerie (S1) dont le sol présente une pollution par des HAP,
2. Site de stockage pétrolier (S2) présentant une pollution par du gazole vieilli,
3. Site de traitement de surface (S3) dont le sol présente une pollution par des chromates,
4. Site concerné par les activités de la métallurgie des métaux non ferreux (S4) dont le sol présente une pollution par du plomb et du zinc,
5. Site concerné par la fabrication ou l'utilisation de produits de traitement du bois (S5) dont le sol présente une pollution par du chrome, du cuivre, de l'arsenic et des HAP,
6. Ancienne exploitation minière (S6) dont le sol présente une pollution par de l'arsenic,
7. Site concerné par les activités de régénération de solvants chlorés (S7) dont le sol présente une pollution par des solvants chlorés,
8. Site concerné par une pollution accidentelle aux PCB (S8).

Les caractéristiques des sols prélevés dans le cadre de chacune des problématiques sont présentées plus loin.

A l'issue d'une concertation entre l'ADEME et les différents laboratoires impliqués, le choix a été fait d'attribuer de la manière suivante à chacune des équipes en charge des essais, l'application de leur procédure d'essais sur des échantillons de sols correspondant aux problématiques choisies. Cette répartition des travaux correspond au traitement de trois problématiques en moyenne par technique étudiée, soit au total, 24 combinaisons sol / traitement. Ces combinaisons sont présentées dans le tableau suivant.

Techniques de traitement	Equipe	Problématiques							
		Ancienne usine à gaz - cokerie	Stockage pétrolier	Traitement de surface	Métallurgie des non ferreux	Produits de traitement de bois	Anciennes exploitations minières	Régénération de solvants	Pollution accidentelle aux PCB
Tri Physique / Lavage chimique Lavage solvant organique	BRGM				Tri physique et lavage chimique	Lavage au solvant	Tri physique et lavage chimique		Lavage au solvant
Lavage aux agents tensio-actifs	IFP								
Extraction sous pression réduite	INSA - LTA								
Stabilisation	COGEMA - SEPA								
Traitement thermique	INSA - LTA / PROCEDIS								
Traitement biologique	IFP								
Traitement biologique des pollutions métalliques	INSA - LAEPSI / BRGM			Bio-immobilisation	Biolixiviation		Biolixiviation		
Phytoremédiation	ENSAIA				*				

\* L'ENSAIA a travaillé sur deux sols provenant du même site, l'un non traité et l'autre ayant subi un traitement physico-chimique préalable

## 2.3 Choix des objectifs pour l'étude

Les objectifs de traitement retenus pour la présente étude correspondent pour partie aux seuils provisoires qui ont été établis par le groupe de travail du Ministère chargé de l'environnement, consacré à la réutilisation des terres dépolluées (présentation du BRGM au groupe de travail – 20/04/1999). Ces seuils n'ont pas été validés depuis par le groupe de travail. Ils ne constituent donc pas des valeurs réglementaires mais des objectifs de traitement que l'on se propose d'atteindre dans le cadre de ce programme dont l'objectif consiste à tester des procédures d'essai.

Deux séries de seuils sont proposées ci-après pour constituer les objectifs de traitement des sols pollués.

Ces séries de valeurs seuils font référence à des concentrations dans les percolats obtenus par un essai de percolation en colonne (selon le protocole du projet de norme européenne figurant dans le document N 138 du CEN / TC 292 / WG 6).

Ces concentrations ont été calculées par la modélisation de scénarios simplifiés consistant en l'étude du comportement à la pluie d'un dépôt de matériaux de dimensions fixées et de perméabilité connue sur un système géologique composé d'une zone non saturée et d'un aquifère dont les perméabilités ont été choisies de manière à représenter, peu ou prou, les systèmes parmi les plus couramment rencontrés en France.

Les scénarios proposés ici concernent :

- le stockage en centre de classe 3 (type G) tel qu'il est défini dans le cadre du projet de dispositions réglementaires relatives aux centres de stockage de classe 3 (version du 11.6.98). La série d'objectifs n°1 correspond aux seuils définis pour ce scénario ;
- l'utilisation comme talus routier (2 m x 1 m x 15 000 m), telle que définie initialement dans le cadre du groupe de travail "Réutilisation des terres dépolluées" du Ministère de l'Ecologie et du Développement Durable (compte-rendu de la réunion du 20 avril 1999). La série d'objectifs n°2 correspond aux seuils définis pour ce scénario ;

<b>Paramètres</b>	<b>Objectifs N°1 (mg/l)</b>	<b>Objectifs N°2 (mg/l)</b>
<b>COT</b>	70	-
<b>Indice phénol</b>	0,5	0,1
<b>Somme HAP (16)</b>	0,02	0,0002
<b>Hydrocarbures totaux</b>	5	1
<b>Cyanures totaux</b>	0,3	0,05
<b>Chrome total</b>	0,3	0,05
<b>Plomb</b>	0,3	0,05
<b>Zinc</b>	1,5	5
<b>Cadmium</b>	0,03	0,01
<b>Nickel</b>	0,3	0,05
<b>Arsenic</b>	0,5	0,1
<b>Sélénium</b>	0,05	0,01
<b>Cuivre</b>	0,3	1
<b>Molybdène</b>	0,3	
<b>Cobalt</b>	0,3	
<b>Mercure</b>	0,005	0,001
<b>Sulfates</b>	1600	252
<b>Chlorures</b>	1300	202
<b>Nitrates</b>	300	101
<b>Azote ammoniacal</b>	25	4

**Objectifs de concentrations dans les percolats**

Les seuils complémentaires proposés en polluants organiques spécifiques dans les percolats sont les suivants :

Paramètres	Objectifs N°1 (mg/l)	Objectifs N°2 (mg/l)
<b>PCB (7) *</b>	0,01	0,001
<b>Composés organiques halogénés (3) **</b>	0,3	0,03
<b>BTEX</b>	3	0,03
<b>Dont Benzène</b>	0,15	0,005

\* Valeurs s'appliquant à la somme des PCBs 28, 52, 101, 118, 138, 153, 180

\*\* Valeurs s'appliquant à la somme des composés suivants : tétrachloroéthylène, trichloroéthylène, Cis 1,2 Dichloroéthylène

### Objectifs de concentrations dans les percolats

Des objectifs de concentration dans le sol ont également été proposés, sur la base :

- Des valeurs de définition de source sol et des valeurs de constat d'impact définies par le BRGM dans son rapport « Gestion des sites potentiellement pollués » au Ministère de l'Écologie et du Développement Durable ;
- Des critères de statu quo et des critères d'action des différentes procédures étrangères d'évaluation des sols, synthétisés par POLDEN dans son rapport « Outils d'aide à l'utilisation des procédures étrangères d'évaluation des sols pollués » à l'ADEME.

Les objectifs de concentration proposés en polluants spécifiques dans les sols sont les suivants :

Paramètres	Objectifs N°1 (mg/kg)	Objectifs N°2 (mg/kg)
<b>Hydrocarbures totaux (somme)</b>	2500	500
<b>Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (somme 16)</b>	100	20
<b>BTEX (somme)</b>	5	2
<b>Benzène</b>	1	0.5
<b>PolyChloroBiphényles (somme PCB)</b>	5	0.5
<b>Composés organiques halogénés volatils (somme)</b>	7	0.3

### Objectifs de concentrations dans les sols

Des objectifs de concentration dans les sols ont également été proposés pour des métaux tels que le zinc, le plomb, le cadmium, le cuivre, le chrome et l'arsenic :

Paramètres	Objectifs N°1 (mg/kg)	Objectifs N°2 (mg/kg)
Zinc	1000	400
Plomb	700	300
Cuivre	700	300
Chrome	700	300
Arsenic	100	40
Cadmium	20	6

**Objectifs de concentrations dans les sols**

***Note : ces valeurs ne constituent pas des seuils réglementaires mais des objectifs de traitement que l'on se propose d'atteindre pour tester les procédures d'essais de traitement.***

### **3 Résultats de l'évaluation des essais de traitement de sol**

Les sols correspondant aux huit problématiques définies pour ce programme ont chacun fait l'objet d'une caractérisation préliminaire et d'essais de traitement conduisant à un ensemble de 24 combinaisons problématique / technique de traitement. Chacun des sols issus du traitement correspondant à ces combinaisons a été caractérisé au moyen des mêmes essais que les sols non traités afin d'évaluer et de comparer les performances de chacun des traitements.

La caractérisation des sols a porté sur :

- la composition du sol en polluants ;
- la fraction lixiviable du sol dans les conditions du test NF X 31-210 ;
- la disponibilité des polluants du sol dans des conditions de percolation en colonne ;
- l'écotoxicité du sol et de son percolat.

Les conditions de prélèvement, d'échantillonnage et de caractérisation de chacun des sols étudiés sont présentées ci après ainsi que les résultats de leur caractérisation.

## Prélèvement et échantillonnage sur site

**SOL S1**

### Objectif et contexte de l'opération

Afin de satisfaire les objectifs fixés pour cette problématique, qui consistaient à disposer d'un sol de caractérisation comprise entre 2 et 10 g d'HAP par kg, le sol du site choisi en accord avec l'ADEME a fait l'objet d'une dilution au moyen d'un sol propre.

En effet, la teneur en HAP du sol choisi a été évaluée à environ 10 g/kg lors d'analyses préliminaires. Ce sol a donc été mélangé, au cours de la procédure d'échantillonnage, avec une quantité équivalente de limon non pollué, prélevé à proximité du site pollué.

Dans un tel scénario, des traitements hors site par voie thermique ou biologique peuvent être a priori envisagés, et la faisabilité de tels traitements en vue d'une réutilisation de ces terres ou de leur stockage mérite d'être étudiée.

### Matériel utilisé

- Prélèvements de sol : pelle mécanique.
- Criblage à 20 mm (criblage manuel) :
  - grille de concasseur à mailles carrées de 20 mm posée sur la benne d'un camion,
  - pelle.
- Stockage sur le site : la benne du camion.
- Stockage durant le transport : fûts de 60 l en PE à ouverture totale.

### Opérations réalisées, dans l'ordre chronologique

- 1 Prélèvement de limon** à la pelle mécanique (environ trois godets de 500 à 600 kg) ; il s'agit là de prélèvements de surface, réalisés dans les 50 premiers centimètres du sol.
- 2 Stockage du limon** sur le sol avant criblage.
- 3 Criblage à 20 mm** : le limon est vidé à la pelle mécanique en le "saupoudrant" sur la grille de concasseur posée sur la benne du camion. Le criblage est réalisé à l'aide de la pelle, ce qui permet de remplacer une éventuelle agitation de la grille. La fraction du limon inférieure à 20 mm est reprise et stockée dans un angle de la benne.

---

L'homogénéisation du limon a été réalisée lors des différentes étapes :

- stockage avant criblage par dépôt des trois godets en un tas,
- vidage du limon sur la grille de mailles 20 mm,
- reprise de la fraction inférieure à 20 mm sous la grille pour stockage en tas dans la benne du camion,
- reprise du tas afin de le déplacer dans un autre emplacement de la benne.

**4 Prélèvement du sol T** : il est réalisé à la pelle mécanique à environ 1 m de profondeur. Les hydrocarbures présents dans le sol sont à l'état pâteux.

**4'** En parallèle, **criblage à 20 mm**, effectué avec le même matériel que pour le limon. Ce criblage en parallèle est possible car le sol T est criblé directement après chaque prélèvement d'un godet, et non après stockage, comme dans le cas du limon.

**5 Mélange des deux sols** (constitution du sol S1), afin de former un échantillon homogène. L'homogénéisation est réalisée en deux temps :

a) Mélange moitié-moitié par pelletage alterné (c'est-à-dire une pelle de limon, une pelle de sol T). Chaque nouvelle pelletée est versée sur le sommet du tas afin de garantir une répartition homogène.

b) Reprise par pelletage du tas ainsi formé et constitution d'un nouveau tas, chaque nouvelle pelletée de sol étant comme auparavant déposée sur le sommet.

**6 Remplissage des fûts** : les 13 fûts ont été remplis en utilisant également le principe du pelletage alterné. Tous les fûts ont été remplis à la pelle, en déposant chaque pelletée de sol dans un fût différent de telle sorte que tous les fûts contenaient, à un instant t, le même nombre de pelletées de sol, ou une de plus. Chaque fût a été entièrement rempli et a même été secoué afin de tasser au maximum le sol contenu.

### Procédure d'échantillonnage secondaire du sol S1

- 1 Déversement du fût de 80 kg < 20 mm sur une bâche plastique (usage unique) dans une salle ventilée au sol plan bétonné.
- 2 Tri manuel des cailloux et nodules de goudron supérieurs à 10 mm environ : constitution d'une fraction de 20 kg de cailloux et goudrons.
- 3 Quartage, prélèvement par pelletage alterné de 5 kg environ de la fraction grossière (cailloux et goudrons) et broyage à 8 mm (broyeur à marteau) ; quartage, prélèvement par pelletage alterné de 15 kg de la fraction fine.
- 4 Reconstitution d'un mélange des deux fractions par retournement du tas trois fois de suite : **sol S1 < 8 mm.**
- 5 Quartage du mélange reconstitué et constitution d'échantillons pour analyses et essais par pelletage alterné :
  - 8 kg pour test de germination - croissance sur plantes,
  - 5 kg pour test de percolation en colonne,
  - 7 kg pour quartage supplémentaire.
- 6 Quartage et prélèvement par pelletage alterné de 500 g pour analyses et essais ; conservation des 6,5 kg restant pour essais supplémentaires éventuels et archivage.
- 7 Quartage des 500 g et constitution d'échantillons pour analyses et essais par pelletage alterné :
  - 100 g pour analyse des HAP,
  - 100 g pour test de lixiviation X 31-210,
  - 100 g pour broyage manuel, tamisage < 2 mm.
- 8 Séchage, homogénéisation et prélèvement de deux échantillons de 1 g du sol broyé < 2 mm pour analyses panoramiques métaux, phosphore, azote, soufre totaux : **sol S1 < 2 mm.**

---

## Essais de traitement du sol S1

Les essais de traitement mis en œuvre sur le sol S1 concernent les techniques suivantes :

- traitement par désorption thermique,
- traitement biologique.

La réalisation des essais et leurs résultats ont été décrits d'une part dans le second rapport d'avancement des laboratoires (octobre 2000) et d'autre part, oralement en réunion d'avancement, le 10/11/2000 et le 21/06/2001, par les équipes en charge de ces essais qui sont respectivement :

- le LTA/INSAVALOR et PROCEDIS pour la désorption thermique,
- l'IFP pour le traitement biologique.

Un échantillon de sol référencé S1 THERM, issu du traitement thermique (540°C pendant 15 minutes), a été adressé par PROCEDIS à POLDEN le 31 Octobre 2000 pour faire l'objet des essais de caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants.

L'échantillon de sol référencé S1 BIODE, issu du traitement biologique a été adressé par l'IFP à POLDEN le 3 mai 2001 pour faire l'objet d'une caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants. Le traitement du sol S1 a porté sur la fraction granulométrique passant à 7 mm. Il a été mis en œuvre sous forme d'une suspension dans l'eau (type slurry) à 20°C, sans apport de microflore exogène pendant 60 jours. La suspension de sol a ensuite fait l'objet d'une filtration avant envoi pour caractérisation.

## Analyses sur solide

Paramètre	Méthode	Unité	S1 avant traitement	Objectif n°1	Objectif n°2	S1 THERM	S1 BIODE
<b>COT</b>	Méthode Anne	g/kg MS	70,5			68,5	59,3
HAP (16)							
Naphtalène		mg/kg MS	218			0,047	< 7
Acénaphthylène		mg/kg MS	< 99			< 0,059	< 42
Acénaphtène		mg/kg MS	63			0,008	< 2
Fluorène		mg/kg MS	221			0,028	24
Phénanthrène		mg/kg MS	729			0,344	241
Anthracène		mg/kg MS	273			0,024	87
Fluoranthène		mg/kg MS	591			0,392	340
Pyrène	Voir protocole p. 576	mg/kg MS	415			0,142	245
Benzo(a)anthracène		mg/kg MS	212			0,110	133
Chrysène		mg/kg MS	167			0,224	108
Benzo(b)fluoranthène		mg/kg MS	210			0,423	203
Benzo(k)fluoranthène		mg/kg MS	97			0,096	79
Benzo(a)pyrène		mg/kg MS	206			0,092	137
Di-benzo(ah)anthracène		mg/kg MS	< 17			0,037	14
Benzo(ghi)pérylène		mg/kg MS	97			0,193	62
Indénopyrène		mg/kg MS	64			0,186	53
<b>Somme HAP</b>		<b>mg/kg MS</b>	<b>3563</b>	100	20	2,4	1777

Paramètre	Méthode	Unité	S1 avant traitement	Objectif n°1	Objectif n°2	S1 THERM	S1 BIODE
Silicium *		% MS	17,38 – 18,47			17,35	24,10
Calcium	Attaque perchlorique nitrique fluorhydrique	% MS	7,13 – 2,73			9,1	3,67
Aluminium		% MS	4,26 – 2,72			5,0	4,61
Fer		% MS	5,51 – 36,29			5,0	5,60
Magnésium		% MS	0,56 – 0,32			0,9	0,52
Sodium	Analyse ICP	% MS	0,30 – 0,23			0,4	0,47
Potassium		% MS	1,36 – 0,81			1,2	1,68
Phosphore total		mg/kg MS	1700 – 1200			1300	1900
Soufre total		mg/kg MS	9700 – 7500			4600	3000
Azote total		mg/kg MS	3200 – 4200			2900	2200
Zinc	Attaque perchlorique nitrique fluorhydrique	mg/kg MS	<b>1000 – 800</b>	1000	400	<b>490</b>	<b>857</b>
Plomb		mg/kg MS	<b>500 – 2390</b>	700	300	240	<b>355</b>
Manganèse		mg/kg MS	1759 – 3228			2300	1879
Baryum		mg/kg MS	659 – 487			70	503
Titane		mg/kg MS	1800 – 1100			3000	2033
Cuivre		mg/kg MS	194 – <b>413</b>		700	300	105
Arsenic **	Analyse ICP	mg/kg MS	<b>290</b>	100	40	<b>130</b>	<b>125</b>
Vanadium		mg/kg MS	130 – 260			190	156
Strontium	ICP/MS	mg/kg MS	174 – 207			235	170
Étain **		mg/kg MS	100			< 50	< 50
Chrome		mg/kg MS	70 – 100	700	300	100	78
Zr, Ce, Rb, Ni, Nd, Y, La, Sb **	Teneur comprise entre 20 et 80 mg/kg MS					20 à 115 mg/kg MS	40 à 100 mg/kg MS
Sb **	< 50 mg/kg MS					< 50 mg/kg MS	< 50 mg/kg MS
Autres éléments dont Cadmium	< 20 mg/kg MS			20	6	< 10 mg/kg	< 10 mg/kg

\* Fusion soude-nitrate de potassium

\*\* Minéralisation micro-ondes en eau régale

## Sol S1 : problématique "Ancienne cokerie"

---

Le sol S1, issu du mélange d'un sol vierge et d'un sol fortement pollué, présente une pollution importante en HAP avec une teneur de l'ordre de 3 500 mg/kg de sol sec pour les 16 HAP de la liste de L'USEPA. On note également des teneurs en cuivre et zinc supérieures à l'objectif n°2, et des teneurs en arsenic et en plomb (pour certaines) supérieures à l'objectif n°1.

Après traitement par désorption thermique, la teneur en 16 HAP est faible et en dessous de l'objectif de traitement n°2. Les teneurs en zinc, plomb, cuivre et arsenic du sol traité sont toutes inférieures aux teneurs initiales. Seuls l'arsenic reste en concentration supérieure à l'objectif n°1 et le zinc en concentration supérieure à l'objectif n°2. On observe une augmentation des teneurs en titane et en strontium du sol. La raison est vraisemblablement liée à la distribution particulière de ces métaux, source d'hétérogénéité. Ces métaux n'ont en revanche pas été considérés dans ces essais comme des polluants potentiels à éliminer et leur disponibilité par percolation n'a donc pas été recherchée. Dans l'ensemble, la composition en métaux du sol S1 est peu modifiée par le traitement de désorption thermique, sinon légèrement diminuée du fait de la vaporisation de certaines formes métalliques (ou métalloïdes).

En ce qui concerne le traitement par biodégradation, la teneur résiduelle en HAP reste supérieure à l'objectif n°1 puisque le traitement ne permet qu'un abattement de la moitié de la teneur initiale en 16 HAP. Les teneurs en plomb, cuivre et arsenic du sol traité sont toutes inférieures aux teneurs initiales. Seuls l'arsenic reste en concentration supérieure à l'objectif n°1 et le zinc ainsi que le plomb en concentration supérieure à l'objectif n°2. Les teneurs en titane et strontium du sol traité sont comprises entre celles du sol non traité et celles du sol traité par désorption thermique ce qui tend à confirmer qu'il s'agit d'une hétérogénéité liée à la distribution particulière de ces métaux.

### **Essais de lixiviation (NF X 31-210)**

L'essai de lixiviation pris en référence comme test de potentiel polluant dans l'arrêté du 18 décembre 1992 relatif au stockage de classe 1 a été réalisé selon la procédure normalisée NF X 31-210. Cette procédure prévoit la mise en contact de 100 g de sol avec 1 l d'eau déminéralisée, puis un renouvellement à deux reprises de l'éluat par 1 l d'eau déminéralisée après 16 h de contact.

Les trois extraits ainsi obtenus sont immédiatement filtrés à 1,2 µm. Ils font ensuite l'objet d'une mesure du pH et de la conductivité avant d'être rassemblés en quantités équivalentes en un seul éluat moyen représentatif, sur lequel portent les analyses. Les paramètres visés dans le cadre de l'admissibilité des déchets et des terres polluées en centre de classe 1 ont été analysés. Ces résultats sont confrontés aux seuils dans le tableau ci-après.

## Résultats S1-S1 THERM-S1 BIODE

Paramètre	Méthode	S1 avant traitement		S1 THERM		S1 BIODE		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
		Concentration ou valeur	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Concentration ou valeur	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Concentration ou valeur	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	
Fraction soluble (mg/l)	NF T 90-029 (résidu sec 100-105 °C)	547	16410	589	17430	319	9570	100000
pH	NF T 90-008	7,58 à 7,85		7,35 à 7,55		7,77 à 8,05		
Conductivité (µS/cm)	NF EN 27 888	1482 à 362		1275 à 357		806 à 305		
COT (mg/l)	NF T 90-102	26,5	<b>795</b>	5,1	151	13,8	414	700
Indice phénol (mg/l)	NF T 90-109	0,046	1,38	< 0,01	< 0,3	< 0,01	< 0,3	100
HAP (16)								
Naphtalène (µg/l)		25,1	0,753	< 0,02	< 0,0006	2,7	0,081	
Acénaphthylène (µg/l)		< 6,8	0	< 0,12	< 0,0036	< 3,0	< 0,09	
Acénaphène (µg/l)		< 0,3	0	< 0,01	< 0,0003	1,8	0,054	
Fluorène (µg/l)		8,9	0,267	< 0,01	< 0,0003	0,4	0,012	
Phénanthrène (µg/l)		0,6	0,018	< 0,01	< 0,0003	0,3	0,009	
Anthracène (µg/l)		4,5	0,135	< 0,01	< 0,0003	0,4	0,012	
Fluoranthène (µg/l)		15,6	0,468	< 0,01	< 0,0003	6,2	0,186	
Pyrène (µg/l)		10	0,3	< 0,01	< 0,0003	3,8	0,114	
Benzo(a)anthracène (µg/l)	Voir protocole p 576	0,9	0,027	< 0,01	< 0,0003	0,5	0,015	
Chrysène (µg/l)		0,6	0,018	< 0,01	< 0,0003	0,4	0,012	
Benzo(b)fluoranthène (µg/l)		0,7	0,021	< 0,01	< 0,0003	0,5	0,015	
Benzo(k)fluoranthène (µg/l)		< 0,3	< 0,009	< 0,01	< 0,0003	0,2	0,006	
Benzo(a)pyrène (µg/l)		0,6	0,018	< 0,01	< 0,0003	0,4	0,012	
Di-benzo(ah)anthracène (µg/l)		< 1,2	< 0,036	< 0,02	< 0,0006	< 0,5	< 0,015	
Benzo(ghi)pérylène (µg/l)		< 1,1	< 0,033	< 0,02	< 0,0006	< 0,5	< 0,015	
Indénopyrène (µg/l)		< 1,1	< 0,033	< 0,02	< 0,0006	< 0,5	< 0,015	
<b>Somme HAP (mg/l)</b>		<b>0,068</b>	<b>2,025</b>	< 0,00031	< 0,0092	< 0,0221	< 0,663	

Paramètre	Méthode	S1 avant traitement		S1 THERM		S1 BIODE		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
		Concentration ou valeur	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Concentration ou valeur	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Concentration ou valeur	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	
Cyanures totaux (mg/l)	NF T 90-107	0,18	<b>5,4</b>	0.029	0,86	< 0,010	< 0,3	5
Chrome hexavalent (mg/l)	NF T 90-043	< 0,005	< 0,15	< 0,005	< 0,15	< 0,005	< 0,15	5
Chrome total (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,015	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,06	50
Plomb (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,0178	0,534	0,004	0,12	< 0,002	< 0,06	50
Zinc (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,0748	2,244	0,048	1,42	0,1	3	250
Cadmium (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,015	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,06	25
Nickel (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,015	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,06	50
Arsenic (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,01	0,3	0,093	2,75	0,048	1,44	10
Mercure (mg/l)	NF EN 1483	< 0,0001	< 0,003	< 0,0002	< 0,006	< 0,0002	< 0,006	5
Sulfates (mg/l)	NF EN ISO 10304	292	8760	302	8940	133,4	400	
Chlorures (mg/l)	NF EN ISO 10304	2,7	81	2,1	62	2,7	81	

## Sol S1 : problématique "Ancienne cokerie"

---

L'analyse du lixiviat du sol S1 avant traitement met en évidence une fraction lixiviable en COT importante, de l'ordre de 800 mg/kg MS, dépassant le seuil d'admissibilité en classe 1. Les concentrations en HAP dans le lixiviat sont relativement importantes (de l'ordre de 70 µg/l pour les 16 HAP). Les composés majoritaires sont le naphthalène, le fluorène et le fluoranthène. On note également une fraction lixiviable importante en cyanure totaux, supérieure au seuil d'acceptation en décharge de classe 1.

Les lixiviats obtenus sur les sols après traitement aussi bien par désorption thermique que par biodégradation ne présentent pas de teneurs dépassant les seuils d'admission. On notera cependant d'après ces résultats une augmentation de la fraction lixiviable en arsenic dont la teneur dans les sols traités a pourtant été diminuée par chacun des deux traitements appliqués.

la fraction soluble globale du sol S1, mesurée dans les conditions du test de lixiviation X 31-210 est légèrement supérieure (d'environ 8 %) dans l'échantillon traité par désorption thermique. Toutefois les concentrations en polluants mesurées dans l'éluat X 31-210 ne permettent pas d'expliquer cette augmentation, à l'exception de l'arsenic, dont la fraction soluble passe de 0,3 à 2,75 mg/kg MS (soit environ 0,5 % de la fraction soluble globale). Cette différence doit être relativisée par l'imprécision relative à la détermination de résidu sec à 100-105°C selon la norme NF T 90-029.

En revanche, le traitement de biodégradation du sol S1 entraîne un abattement important (environ 42 %) de la fraction soluble globale déterminée selon les mêmes conditions.

### **Essais de percolation**

#### **Objectifs**

Le relargage en polluants à l'équilibre local du sol compacté et saturé en eau a été étudié à l'aide d'un dispositif en colonne, selon un protocole inspiré des normes européennes en cours de développement pour les déchets. L'étude porte sur la dynamique du relargage par percolation d'eau déminéralisée au travers des sols pollués.

### **Procédure d'essais**

Le compactage est réalisé en dix couches de 4 à 5 cm d'épaisseur. L'énergie de compactage est transmise par la chute d'une charge de 950 g depuis une hauteur fixée à 28 cm, sur un disque recouvrant toute la surface de la colonne. Le nombre de chutes est maintenu à trois (après aplanissement de la surface à compacter) pour toutes les couches.

L'essai a été effectué avec 5 kg de sol S1 tamisé à 20 mm (ce qui correspond à 4,43 kg de sol sec) dans une colonne de 10 cm de diamètre alimentée par le bas à débit constant de 20 ml/h, soit environ 0,1 L/S.j<sup>1</sup>.

Les percolats ont été recueillis au sommet de la colonne après une période de saturation de 72 heures. Les percolats recueillis après renouvellement de l'eau, permettant de suivre la dynamique du relargage, correspondent aux rapports liquide / solide cumulés de 0,5 ; 1,0 et 2,0.

## Résultats S1

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat moyen L / S = 2,0	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectif n°1 (mg/l)	Objectif n° 2 (mg/l)
pH	NF T 90-008			7,9	7,4	7,9			
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l		499	222	11,8	372,3	70	
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l		<b>18,1</b>	<b>14,1</b>	<b>5,5</b>	21,7	0,5	0,1
HAP (16)									
Naphtalène		µg/l		21,8	22,6	34,8	0,057		
Acénaphthylène		µg/l		< 10	< 11	< 6	< 0,017		
Acénaphène		µg/l		3,4	2,1	1	0,004		
Fluorène		µg/l		14,6	12,2	19,4	0,033		
Phénanthrène		µg/l		35,8	27,3	53	0,085		
Anthracène		µg/l		4,9	3,7	7,1	0,011		
Fluoranthène		µg/l		25,3	15,8	12,5	0,033		
Pyrène	Voir protocole p. 576	µg/l		21,9	13,7	8,8	0,027		
Benzo(a)Anthracène		µg/l		8,5	5,6	1,6	0,009		
Chrysène		µg/l		5,3	3,6	1,1	0,006		
Benzo(b)fluoranthène		µg/l		7,1	5	1,5	0,008		
Benzo(k)fluoranthène		µg/l		3,5	2,7	0,6	0,004		
Benzo(a)pyrène		µg/l		6	4,6	1,2	0,007		
Di-benzo(ah)anthracène		µg/l		< 1,6	< 1,8	< 1	< 0,003		
Benzo(ghi)pérylène		µg/l		1,8	< 1,8	< 1	< 0,003		
Indénopyrène		µg/l		1,8	< 1,8	< 1	< 0,003		
<b>Somme HAP</b>		<b>mg/l</b>		<b>0,162</b>	<b>0,119</b>	<b>0,143</b>	0,281	0,02	0,0002

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat moyen L / S = 2,0	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectif n°1 (mg/l)	Objectif n° 2 (mg/l)
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	<b>3,672</b>				7,344	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005				< 0,010		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,010	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	0,084				0,168	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,037				0,074	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,010	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	0,018				0,036	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,03				0,060	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,18				0,360	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	0,026				0,052	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,008				0,016	0,3	
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l	0,0009				0,002	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	<b>2160</b>				4320	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	8				16,0	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l	< 1				< 2	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l	<b>296</b>				592	25	4

## Résultats S1 THERM

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat moyen L / S = 2,0	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectif n°1 (mg/l)	Objectif n° 2 (mg/l)
pH	NF T 90-008			7,63	7,65	7,55			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20 °C)		3070	2743	2192			
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l		12,6	39,6	19,1	45,2	70	
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l		17	< 0,01	< 0,01	< 8,51	0,5	0,1
HAP (16)									
Naphtalène		µg/l		< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
Acénaphthylène		µg/l		< 0,12	< 0,12	< 0,12	< 0,00024		
Acénaphène		µg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Fluorène		µg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Phénanthrène		µg/l		0,049	0,044	0,033	0,000079		
Anthracène		µg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Fluoranthène		µg/l		0,01	< 0,01	0,024	< 0,000034		
Pyrène		µg/l		< 0,01	< 0,01	0,013	< 0,000026		
Benzo(a)Anthracène		µg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Chrysène		µg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Benzo(b)fluoranthène		µg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Benzo(k)fluoranthène		µg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Benzo(a)pyrène		µg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Di-benzo(ah)anthracène		µg/l		< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
Benzo(ghi)pérylène		µg/l		< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
Indénopyrène		µg/l		< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
<b>Somme HAP</b>		<b>mg/l</b>		<u>≤ 0,00035</u>	<u>≤ 0,00034</u>	<u>≤ 0,00035</u>	< 0,00069	0,02	0,0002

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat moyen L / S = 2,0	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectif n°1 (mg/l)	Objectif n° 2 (mg/l)
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	<b>0,337</b>				0,674	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005				< 0,01		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002				< 0,004	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002				< 0,004	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,058				0,116	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002				< 0,004	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002				< 0,004	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	<u>0,1</u>				0,2	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,003				0,006	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	0,013				0,026	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,009				0,018	0,3	
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l	0,0003				0,0006	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	<b>1831</b>				3662	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	30,9				61,8	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l	1,4				2,8	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l	<u>9</u>				18	25	4

## Résultats S1 BIODE

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat moyen L / S = 2,0	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectif n°1 (mg/l)	Objectif n° 2 (mg/l)
pH	NF T 90-008			7,88	7,51	8,03			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20 °C)		3940	4200	1544			
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l		<b>76,7</b>	37,3	31	53,5	70	
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,02	0,5	0,1
HAP (16)									
Naphtalène		µg/l		< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
Acénaphthylène		µg/l		< 0,12	< 0,12	< 0,12	< 0,00024		
Acénaphène		µg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Fluorène		µg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Phénanthrène		µg/l		0,01	0,01	0,03	0,00004		
Anthracène		µg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Fluoranthène		µg/l		0,02	0,02	0,01	0,00003		
Pyrène	Voir protocole p 576	µg/l		0,70	1,30	0,03	0,00103		
Benzo(a)Anthracène		µg/l		0,08	0,06	0,01	0,00008		
Chrysène		µg/l		0,03	< 0,01	< 0,01	< 0,00003		
Benzo(b)fluoranthène		µg/l		0,77	0,37	0,17	0,00074		
Benzo(k)fluoranthène		µg/l		0,38	0,18	0,07	0,00061		
Benzo(a)pyrène		µg/l		0,57	0,29	0,18	0,00061		
Di-benzo(ah)anthracène		µg/l		0,05	0,02	<0,02	< 0,000055		
Benzo(ghi)pérylène		µg/l		0,21	0,09	0,09	0,00024		
Indénopyrène		µg/l		0,23	0,11	0,10	0,00027		
<b>Somme HAP</b>		<b>mg/l</b>		<b>&lt; 0,00322</b>	<b>&lt; 0,00263</b>	<b>&lt; 0,00089</b>	<b>&lt; 0,00382</b>	0,02	0,0002

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat moyen L / S = 2,0	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectif n°1 (mg/l)	Objectif n° 2 (mg/l)
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	<u>0,060</u>				0,012	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	N.D				N.D		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,01	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,01	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,032				0,064	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,01	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,01	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,033				0,066	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,066				0,132	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	0,024				0,048	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,01	0,3	
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l	< 0,0001				< 0,0002	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	<b>1672</b>				3344	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	25,3				50,6	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l	3,5				7,0	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l	<b>99,5</b>				199,0	25	4

## Sol S1 : problématique "Ancienne cokerie"

---

L'analyse des percolats obtenus sur le sol S1 avant traitement met en évidence des concentrations importantes en phénols, en HAP, en cyanures, sulfates et azote ammoniacal.

Après traitement par désorption thermique, les teneurs en HAP dissous sont faibles et de l'ordre de l'objectif n°2. Le premier percolat présente une teneur en phénols élevée ; la teneur dans le second et le troisième percolat est inférieure au seuil de détection analytique. Les teneurs en cyanures et sulfates du percolat moyen sont de l'ordre des teneurs spécifiées pour l'objectif n°1 et la teneur en azote ammoniacal comprise entre les deux objectifs. On note toutefois une disponibilité plus grande du zinc, de l'arsenic et des chlorures après désorption thermique, qui peut provenir d'une déstructuration de la matrice provoquant la libération d'arsenic, de zinc et de chlorures jusqu'alors immobilisés au sein des nodules de goudron ou de la matière organique naturelle (composés humiques polymérisés) de S1. Il est intéressant de noter qu'en terme de fraction relarguée, l'arsenic n'est pas dissous en quantité aussi importante (environ 10 fois moins) que lors de l'essai de lixiviation X 31-210, alors qu'en terme de concentration, des valeurs très proches sont retrouvées dans les deux cas. Cette observation tend à démontrer que le relargage de l'arsenic présent dans le sol traité par désorption thermique est contrôlé par la solubilité (de l'ordre de 100 µg/l) et non par son contenu et que compte tenu de la fraction soluble déterminée par l'essai X 31-210 (2,75 mg/kg MS), on peut s'attendre à une relative stabilité de cette importante concentration en arsenic des percolats de sol en équilibre dynamique, jusqu'à l'épuisement de la fraction soluble.

En ce qui concerne les percolats obtenus sur le sol après traitement biologique, on remarque que les teneurs en HAP sont relativement faibles et sont inférieures au seuil de l'objectif n°1. La teneur en phénols, pour les trois percolats, est inférieure au seuil de détection analytique. La concentration en cyanures est de l'ordre de celle spécifiée pour l'objectif n°2, alors que la concentration en sulfates est de l'ordre de celle spécifiée pour l'objectif n°1. La concentration en azote ammoniacal, bien qu'abattue par le traitement, reste élevée et supérieure au seuil de l'objectif n°1. Comme dans le cas du sol traité par désorption thermique, le relargage par percolation de l'arsenic présent dans le sol traité par traitement biologique paraît contrôlé par la solubilité, cette fois de l'ordre de 30 µg/l (environ 2 à 3 fois inférieure à l'objectif n°2).

Les concentrations en polluants des percolats de sol S1 sont dans l'ensemble diminuées par le traitement de désorption thermique, à l'exception du zinc, de l'arsenic et des chlorures dont la concentration dans le percolat moyen est multipliée par un facteur de 1,5 à 3,8. Cette disponibilité sensiblement plus grande de l'arsenic (concordant avec les résultats du test X 31-210), du zinc et des chlorures peut provenir d'une déstructuration de la matrice provoquant la libération d'arsenic, de zinc et de chlorures jusqu'alors immobilisés au sein des nodules de goudron ou de la matière organique naturelle (composés humiques polymérisés) de S1.

### Évaluation de l'écotoxicité du sol S1 et de son percolat

#### Effet de S1, S1 THERM et S1 BIODE sur l'émergence et la croissance des végétaux supérieurs (norme ISO 11 269-2 Annexe B)

Les essais ont été réalisés sur des semences d'orge (*Hordeum vulgare*) et de cresson (*Lepidium sativum*).

Écotoxicité du sol S1			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	90 %	45 %
	LOEC	11,3 %	< 5,6 %
Inhibition de la croissance	NOEC	22,5 %	5,6 %
	CE 50	84 %	39 %

L'échantillon de sol S1 présente une phytotoxicité importante vis-à-vis des deux végétaux testés puisqu'un effet significatif sur la croissance est observé à partir de la concentration de 22,5 % pour l'orge et de 5,6 % pour le cresson.

Dans les conditions de l'essai, l'échantillon de sol S1 a présenté un effet inhibiteur significatif sur la germination des semences de cresson mais aucun effet inhibiteur significatif n'a été constaté vis-à-vis de la germination des semences d'orge jusqu'à la concentration 90 %.

Écotoxicité du sol S1 THERM			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	50 %	12 %
	LOEC	25 %	25 %
Inhibition de la croissance	NOEC	100 %	100 %
	CE 50	100 %	80 %

L'échantillon de sol S1 THERM présente une phytotoxicité moins importante qu'avant traitement vis-à-vis de la croissance des deux végétaux testés puisque la concentration maximale sans effet significatif est passée de 11,3 % pour l'orge et de moins de 5,6 % pour le cresson à 25 % dans les deux cas après traitement par désorption thermique. On note un effet stimulant du sol dilué.

Dans les conditions de l'essai, et malgré la dispersion des résultats analytiques, l'échantillon non dilué de sol S1 THERM a présenté un effet inhibiteur significatif sur la germination des semences d'orge (100 % d'inhibition) et de cresson (80 % d'inhibition).

## Sol S1 : problématique "Ancienne cokerie"

---

<b>Écotoxicité du sol S1 BIODÉ</b>			
<b>Paramètre</b>		<b>Orge</b>	<b>Cresson</b>
<b>Inhibition de l'émergence</b>	<b>NOEC</b>	< 5 %	90 %
	<b>NOEC</b>	90 %	45 %
<b>Inhibition de la croissance</b>	<b>LOEC</b>	> 90 %	90 %
	<b>CE 50</b>	> 90 %	> 90 %

L'échantillon de sol S1 BIODÉ n'a pas présenté d'effet significatif sur la croissance des deux végétaux testés puisque la concentration maximale testée (90 %) est sans effet inhibiteur (on note même un effet stimulant) pour l'orge et entraîne une inhibition de la croissance des plants de cresson qui ne permet pas d'atteindre la CE 50.

Dans les conditions de l'essai, l'échantillon de sol S1 BIODÉ n'a pas présenté d'effet inhibiteur significatif sur la germination des semences de cresson, mais sur la germination des semences d'orge même avec les plus faibles concentrations testées (5 % de sol) ; cependant les taux d'inhibition maximum constatés étant de 31 %, la CE50 n'est pas atteinte à la concentration maximale testée (soit 90 %).

### **Écotoxicité des percolats de S1, de S1 THERM et de S1 BIODÉ**

L'écotoxicité de la solution obtenue à l'issue de la percolation correspondant à un rapport liquide/solide cumulé de 2 a été caractérisée par 4 types d'essais. Les résultats de ces essais sont présentés ci-dessous :

## Sol S1 : problématique "Ancienne cokerie"

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S1		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox CE50 15 min Essai Microtox CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	3,89 % 3,81 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h Essai daphnies CE50 48 h	NF EN ISO 6341	32,95 % 32,46 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	6,13 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox <sup>®</sup>	* 8 %

\* Le témoin positif sans activation (phénol) incorrect ne nous permet pas de conclure quant à la génotoxicité sans activation

Le percolat moyen du sol S1 présente une écotoxicité importante, puisqu'une concentration inférieure à 4 % de ce percolat suffit pour inhiber l'activité luminescente de 50 % de la population de *Vibrio fischeri* (dans les conditions normalisées), une dilution d'un tiers de ce percolat suffit pour inhiber la mobilité de 50 % de la population de *Daphnia magna*, environ 6 % de ce percolat suffit pour inhiber la croissance de 50 % de la population de l'algue d'eau douce *Pseudokirchneriella subcapitata*, une concentration de 8 % de ce percolat induit un effet génotoxique dans une suspension bactérienne standard en présence d'un activateur métabolique (S9).

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S1 THERM		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox CE50 15 min Essai Microtox CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	> 75 % > 75 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h Essai daphnies CE50 48 h	NF EN ISO 6341	> 90 % > 90 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	65 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox <sup>®</sup>	** **

\*\* Effet génotoxique faiblement marqué

## Sol S1 : problématique "Ancienne cokerie"

---

Après traitement de S1 par désorption thermique, le percolat ne présente pas de caractère écotoxique vis-à-vis des indicateurs testés, à l'exception de l'écotoxicité chronique caractérisée par l'inhibition de croissance algale, avec une CE50 72 h de 65 % contre 6,1 % avant traitement.

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S1 BIODE		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox CE50 15 min Essai Microtox CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	21 % 19 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h Essai daphnies CE50 48 h	NF EN ISO 6341	73 % 60 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	47 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox <sup>®</sup>	100-3 % 12 %

Après traitement biologique du S1, le percolat moyen du sol présente une écotoxicité moyennement importante, puisqu'une concentration de l'ordre de 20 % de ce percolat inhibe l'activité luminescente de 50 % de la population de *Vibrio fischeri* (dans les conditions normalisées), une dilution de deux tiers de ce percolat inhibe la mobilité de 50 % de la population de *Daphnia magna*, près de 50 % de ce percolat est nécessaire pour inhiber la croissance de 50 % de la population de l'algue d'eau douce *Pseudokirchneriella subcapitata*, une concentration de plus de 3 % de ce percolat induit un effet génotoxique dans une suspension bactérienne standard.

#### Objectif et contexte de l'opération

Afin de satisfaire les objectifs fixés pour cette problématique, qui consistaient à disposer d'un sol de concentration en hydrocarbures pétroliers de l'ordre de 10 g/kg, le prélèvement du sol n°2 a été réalisé, après excavation, dans un tas de quelques tonnes de sol provenant de la couche comprise entre 0,25 et 0,70 m de la surface d'un site pollué accidentellement par des hydrocarbures de type gasoil. L'analyse préliminaire de ce sol fournit les indications suivantes :

Paramètre	Méthode	Valeur
Hydrocarbures totaux (mg/kg MS)	NF X 31-410	9138
Matières sèches (% sur brut)	NF ISO 11465	68,8
Aspect		Argileux
Couleur		Marron
Éléments grossiers		Peu nombreux
Odeur		d'hydrocarbures

Un tel prélèvement peut être considéré comme représentatif d'un sol pollué par déversement d'hydrocarbures de type gasoil, dont la pollution limitée en profondeur est relativement étendue en surface. Dans un tel scénario, la faisabilité de traitement par lavage aux agents tensio-actifs, par biodégradation, par désorption thermique ou par extraction sous pression réduite peut a priori être envisagée.

#### Matériel utilisé

- Prélèvements de sol : pelle manuelle.
- Criblage : élimination manuelle des éléments grossiers visibles
- Conditionnement : fûts de 60 l en PE à ouverture totale.

#### Opérations réalisées, dans l'ordre chronologique

- 1 Prélèvement du sol** : une partie du tas de sol excavé a été prélevée par pelletage manuel pour constituer un nouveau tas de 800 kg environ, repris pour remplir 8 fûts de 60 litres.
- 2 Criblage** : les fûts de sol ont été transportés jusqu'à la plate-forme d'échantillonnage de POLDEN où ils ont été déversés sur une bâche plastique afin d'éliminer manuellement

## Sol S2 : problématique "Site pétrolier"

---

les éléments grossiers visibles, le criblage mécanique n'étant pas réalisable du fait de la texture argileuse et très humide du sol.

- 3 Homogénéisation** : des sous-échantillons homogènes de 20 kg environ de sol ont été constitués par pelletage alterné, conditionnés en sacs PE disposés dans les fûts pour distribution aux différents laboratoires concernés.

### Procédure d'échantillonnage secondaire du sol S2

- 1 Déversement du sac de 20 kg sur une bâche plastique (usage unique) dans une salle ventilée.
- 2 Destruction des mottes, quartage et constitution d'échantillons pour analyse et essais par pelletage alterné :
  - 8 kg pour test de germination - croissance sur plantes,
  - 5 kg pour test de percolation en colonne,
  - 7 kg pour quartage supplémentaire.
- 3 Quartage et prélèvement par pelletage alterné de 500 g pour analyses et essais ; conservation des 6,5 kg restant pour essais supplémentaires éventuels et archivage.
- 4 Quartage des 500 g et constitution d'échantillons pour analyses et essais par pelletage alterné :
  - 100 g pour analyse des hydrocarbures,
  - 100 g pour test de lixiviation X 31-210,
  - 100 g séchage.
- 5 Séchage, homogénéisation et prélèvement d'un échantillon de 2 g du sol pour analyses panoramiques métaux, phosphore, azote, soufre totaux.

### Essais de traitement du sol S2

Les essais de traitement mis en œuvre sur le sol S2 concernent les techniques suivantes :

- traitement par désorption thermique,
- extraction sous pression réduite,
- lavage aux agents tensio-actifs,
- traitement biologique.

L'avancement des essais a été décrit d'une part dans le second rapport d'avancement des laboratoires (octobre 2000) et d'autre part, oralement en réunion d'avancement, le 10/11/2000 et le 21/06/2001, par les équipes en charge de ces essais qui sont respectivement :

- le LTA/INSAVALOR et PROCEDIS pour la désorption thermique,
- le LTA/INSAVALOR pour l'extraction sous pression réduite,
- l'IFP pour le lavage aux agents tensio-actifs et le traitement biologique.

L'échantillon de sol référencé S2 BIODE issu du traitement biologique a été adressé par l'IFP à POLDEN le 3 mai 2001 pour faire l'objet d'une caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants.

L'échantillon de sol référencé S2 THERM, issus de traitement thermique a été adressé par PROCEDIS à POLDEN le 26 novembre 2001 pour faire l'objet d'une caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants.

L'échantillon de sol référencé S2 TENS pour caractérisation finale n'a pas été produit par l'IFP.

Analyses sur solide - Sol S2

Paramètre	Méthode	Unité	S2 avant traitement	S2 BIODE	S2 THERM	Objectifs n°1 (mg/kg MS)	Objectifs n°2 (mg/kg MS)
COT	Méthode Anne	g/kg MS	41,2	40,9	20		
<b>Hydrocarbures légers</b>	*	<b>mg/kg MS</b>	<b>160</b>	< 1,4	< 5,0	2500	500
<b>Hydrocarbures lourds</b>	**	<b>mg/kg MS</b>	<b>9335</b>	<b>4005</b>	< 0,9		
Silicium	Attaque perchlorique nitrique fluorhydrique	% MS	26,90	32,30	28,40		
Aluminium		% MS	6,52	5,84	6,45		
Fer		% MS	3,55	2,57	2,90		
Potassium		% MS	2,37	2,64	2,77		
Sodium		% MS	0,75	0,96	0,65		
Magnésium		% MS	0,71	0,53	0,68		
Calcium	Analyse ICP	% MS	0,59	0,38	0,36		
Phosphore total		mg/kg MS	938	2700	976		
Soufre total		mg/kg MS	< 1000	370	480		
Azote total		mg/kg MS	2000	2800	2400		
Titane	Attaque perchlorique nitrique fluorhydrique  Analyse ICP ICP/MS	mg/kg MS	2500	2015	2100		
Manganèse		mg/kg MS	859	849	900		
Baryum		mg/kg MS	600	689	643		
Rubidium		mg/kg MS	130	135	115		
Zinc		mg/kg MS	105	105	140	1000	400
Strontium		mg/kg MS	105	125	100		
Vanadium		mg/kg MS	100	70	70		
Chrome		mg/kg MS	80	40	75	700	300
Zirconium		mg/kg MS	80	55	70		
Cérium		mg/kg MS	55	50	60		
Plomb		mg/kg MS	55	55	70	700	300
Étain		mg/kg MS	< 50	< 50	< 50		
Arsenic		mg/kg MS	< 50	< 50	< 50	100	40
Antimoine		mg/kg MS	< 50	< 50	< 50		
Cuivre		mg/kg MS	35	45	45	700	300
Césium		mg/kg MS	35	30	30		
Nickel		mg/kg MS	30	25	30		
Lanthanum		mg/kg MS	25	25	25		
Gallium		mg/kg MS	25	30	15		
Néodymium		mg/kg MS	20	20	25		
Mercuré		mg/kg MS	< 20	< 20	< 20		
Cobalt		mg/kg MS	15	40	12		
Scandium		mg/kg MS	15	25	10		
Yttrium		mg/kg MS	15	20	12		
Cadmium	mg/kg MS	< 10	< 10	< 10	20	6	
Autres éléments	< 10 mg/kg MS						

\* Extraction des composés volatils au méthanol EPA 8020-ISO 11423-1 ; analyse par chromatographie en phase gazeuse et détection FID ; analyse par chromatographie espace de tête et détection FID.

\*\* Extraction par extracteur automatique ultra rapide ASE 200, méthode EPA 3545 – Solvant dichlorométhane acétone (1/1), chromatographie en phase gazeuse et détection FID, analyse par chromatographie espace de tête et détection FID.

## Sol S2 : problématique "Site pétrolier"

---

Le sol S2 est un sol pollué par une coupe de gazole. La pollution carbonée estimée par extraction aux solvants du sol est de l'ordre de 9 300 mg/kg MS et 160 mg/kg MS respectivement pour les hydrocarbures lourds et les hydrocarbures légers. La teneur en carbone organique total est d'environ 4 %.

Le traitement par biodégradation permet d'abaisser la teneur en hydrocarbures lourds à environ 4 000 mg/kg MS et la teneur en hydrocarbures légers en dessous de 2 mg/kg MS, les deux objectifs définis n'étant alors pas atteints.

Le traitement par voie thermique permet d'abattre largement le contenu total en hydrocarbures. Après traitement les teneurs sont respectivement inférieures à 1 mg/kg MS et à 5 mg/kg MS pour les hydrocarbures lourds et les hydrocarbures légers.

### **Essais de lixiviation (NF X 31-210) - Sol S2**

A titre indicatif, l'essai de lixiviation pris en référence comme test de potentiel polluant dans l'arrêté du 18 décembre 1992 relatif au stockage de classe 1 a été réalisé selon la procédure normalisée NF X 31-210. Cette procédure prévoit la mise en contact de 100 g de sol avec 1 l d'eau déminéralisée, puis un renouvellement à deux reprises de l'éluat par 1 l d'eau déminéralisée après 16 h de contact.

Les trois extraits ainsi obtenus sont immédiatement filtrés à 1,2 µm. Ils font ensuite l'objet d'une mesure du pH et de la conductivité avant d'être rassemblés en quantités équivalentes en un seul éluat moyen représentatif, sur lequel portent les analyses. Les paramètres visés dans le cadre de l'admissibilité des déchets et des terres polluées en centre de classe 1 ont été analysés. Ces résultats sont confrontés aux seuils dans le tableau ci-après.

Paramètre	Méthode	S2 avant traitement		S2 BIODE		S2 THERM		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
		Concentration ou valeur	Fraction lixivable (mg/kg MS)	Concentration ou valeur	Fraction lixivable (mg/kg MS)	Concentration ou valeur	Fraction lixivable (mg/kg MS)	
Fraction soluble (mg/l)	NF T 90-029 (résidu sec 100-105 °C)	42	2960	190	7573	123	3692	100 000
pH	NF T 90-008	8,2 à 7,5		7,87 à 7,34		7 à 7,14		
Conductivité (µS/cm)	NF EN 27 888	38 à 25		392 à 93		341 à 31		
<b>COT (mg/l)</b>	NF T 90-102	6	180	43,6	1308	17,7	531,3	700
Indice phénol (mg/l)	NF T 90-109	< 0,01	< 0,3	< 0,01	< 0,3	0,011	0,33	100
<b>Somme des hydrocarbures (mg/l)</b>	*	0,496	14,88	<b>4,99</b>	<b>149,61</b>	< 0,22	< 6,60	**
Cyanures totaux (mg/l)	NF T 90-107	< 0,01	< 0,3	< 0,01	< 0,3	0,039	1,170	5
Chrome hexavalent (mg/l)	NF T 90-043	< 0,005	< 0,15	< 0,005	< 0,15	< 0,005	0,150	5
Chrome total (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,002	< 0,06	0,003	0,09	< 0,005	0,150	50
Plomb (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,002	< 0,06	0,025	0,75	< 0,005	0,150	50
Zinc (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,306	9,18	0,180	5,4	0,185	5,552	250
Cadmium (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,06	< 0,005	0,150	25
Nickel (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,06	< 0,005	0,150	50
Arsenic (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	0,065	1,95	0,025	0,750	10
Mercuré (mg/l)	NF EN 1483	< 0,0002	< 0,006	< 0,0002	< 0,006	<0,0001	0,003	5
Sulfates (mg/l)	NF EN ISO 10304-1	1	30	5,0	150	41,2	1236	
Chlorures (mg/l)	NF EN ISO 10304-1	< 1	< 30	1,6	48	223	6692	

\* Extraction liquide/liquide au dichlorométhane ; analyse par chromatographie en phase gazeuse et détection FID ; analyse par chromatographie en espace de tête et détection FID.

\*\* Il n'existe pas de valeur seuil pour la fraction lixiviable en hydrocarbures totaux des sols admissibles en centre de classe 1.

### Caractérisation initiale du sol S2 - Essai de lixiviation NF X 31-210

Les essais de lixiviations réalisés sur le sol S2 avant traitement mettent en évidence une fraction lixiviable des hydrocarbures relativement faible, du même ordre que celle obtenue dans les essais de percolation.

Le traitement par voie biologique entraîne une augmentation de la fraction lixiviable en hydrocarbure d'un facteur 10, la fraction lixiviable étant alors de l'ordre de 150 mg/kg MS. Par rapport aux résultats obtenus sur le sol non traité, on remarque également une forte augmentation de la fraction lixiviable du carbone organique et dans une moindre mesure des sulfates, des chlorures, du plomb et du chrome total. Cette augmentation de la fraction lixiviable des différents polluants peut être due soit à un apport en éléments (ex : apport d'une source de carbone) au cours du traitement soit à une modification de la matrice au cours du traitement rendant les différents éléments plus disponibles.

Les résultats obtenus à partir des essais de lixiviation du sol après traitement thermique mettent en évidence une très nette diminution de la fraction lixiviable en hydrocarbures, les composés en solution étant généralement à des teneurs en dessous des seuils de détection de l'appareillage. Par rapport aux résultats obtenus sur le sol non traité, on remarque également une forte augmentation de la fraction lixiviable en sulfates, chlorures, arsenic et cyanures. Cette augmentation de la fraction lixiviable de ces différents polluants peut être à une modification de la matrice au cours du traitement rendant les différents éléments plus disponibles.

### **Essais de percolation - Sol S2**

#### **Objectifs**

Le relargage en polluants à l'équilibre local des sols pollués compactés et saturés en eau a été étudié à l'aide d'un dispositif en colonne, selon un protocole inspiré des normes européennes en cours de développement pour les déchets et recommandé dans le projet du MATE sur les centres de stockage de déchets inertes. L'étude porte sur la dynamique du relargage par percolation d'eau déminéralisée au travers des sols pollués.

### **Procédure d'essais**

Le compactage est réalisé en couches de 4 à 5 cm d'épaisseur. L'énergie du compactage est assurée manuellement de manière à assurer une compacité relativement faible du sol particulièrement argileux et permettre ainsi la percolation de la colonne de sol dans des conditions de pression acceptables (< 3 bars).

L'essai a été effectué avec 4,26 kg de sol S2 sec (ce qui correspond à 6,09 kg de sol brut) dans une colonne de 10 cm de diamètre alimentée par le bas à débit constant de 20 ml/h, soit environ 0,1 L/S.j<sup>-1</sup>.

Les percolats ont été recueillis au sommet de la colonne après une période de saturation de 72 heures. Les percolats recueillis après renouvellement de l'eau, permettant de suivre la dynamique du relargage, correspondent aux rapports liquide / solide cumulés de 0,5 ; 1,0 et 2,0.

Les résultats d'analyse de ces percolats sont présentés ci-après.

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat reconstitué L / S = 2,0	L / S réel 0,5 L / S cumulé 0,5	L / S réel 0,5 L / S cumulé 1,0	L / S réel 1,0 L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
pH	NF T 90-008			7,22	7,60	7,13			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20 °C)		262	197	203			
COT	NF T 90-102	mg/l		58,7	40,1	38,5	87,9	70	
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,02	0,5	0,1
<b>Somme des hydrocarbures</b>	*	mg/l		<b>16,48</b>	<b>7,81</b>	<b>1,49</b>	<b>13,63</b>	<b>5</b>	<b>1</b>
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	< 0,01				< 0,02	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005				< 0,01		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002				< 0,004	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	0,027				0,054	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,026				0,052	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002				< 0,004	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	0,003				0,006	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,037				0,074	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,007				0,014	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,01	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,007				0,014	0,3	
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l	0,0003				0,001	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	15				30	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	2,9				5,8	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l (N)	< 1				< 2	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l (N)	0,81				1,6	25	4

\* Extraction liquide liquide au dichlorométhane ; analyse par chromatographie en phase gazeuse et détection FID ; analyse par chromatographie en espace de tête et détection FID.

### Caractérisation initiale du sol S2 - Essai de percolation

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat reconstitué L / S = 2,0	L / S réel 0,5 L / S cumulé 0,5	L / S réel 0,5 L / S cumulé 1,0	L / S réel 1,0 L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
pH	NF T 90-008			7,76	8,32	8,08			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20 °C)		1365	896	417			
COT	NF T 90-102	mg/l		<b>276</b>	<b>213</b>	<b>297</b>	541,5	70	
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,02	0,5	0,1
<b>Somme des hydrocarbures</b>	*	mg/l		<b>123,66</b>	<b>51,02</b>	<b>31,2</b>	118,54	5	1
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	< 0,02				< 0,04	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	N.D				N.D		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	0,028				0,056	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	0,171				0,342	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,146				0,292	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	<0,005				< 0,01	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,01	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,139				0,278	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,104				0,208	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	0,015				0,030	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,017				0,034	0,3	
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l	< 0,0001				< 0 0002	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	24				48	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	6				12	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l (N)	< 0,2				< 0,4	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l (N)	<b>28,4</b>				56,8	25	4

\* Extraction liquide liquide au dichlorométhane ; analyse par chromatographie en phase gazeuse et détection FID ; analyse par chromatographie en espace de tête et détection FID.

### Caractérisation initiale du sol S2 BIODE - Essai de percolation

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat reconstitué L / S = 2,0	L / S réel 0,5 L / S cumulé 0,5	L / S réel 0,5 L / S cumulé 1,0	L / S réel 1,0 L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
pH	NF T 90-008			7,0	6,9	6,8			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20 °C)		2059	728	337			
COT	NF T 90-102	mg/l		412	147	56	335,5	70	
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l		0,082	0,149	< 0,01	< 0,074	0,5	0,1
<b>Somme des hydrocarbures</b>	*	mg/l		0,291	0,251	< 0,250 **	< 0,521	5	1
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	0,259				0,518	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005				< 0,010		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002				< 0,004	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002				< 0,004	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,222				0,444	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002				< 0,004	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002				< 0,004	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,019				0,038	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,005				0,010	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	0,005				0,010	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,007				0,014	0,3	
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l	< 0,0002				< 0,0004	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	304				608	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	13				26	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l (N)	< 1				< 2	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l (N)	8,8				17,6	25	4

\* Extraction liquide liquide au dichlorométhane ; analyse par chromatographie en phase gazeuse et détection FID ; analyse par chromatographie en espace de tête et détection FID

\*\* Toutes les valeurs sont inférieures aux seuils de quantification

### Caractérisation initiale du sol S2 THERM - Essai de percolation

L'analyse des percolats obtenus avec le sol S2 avant traitement met en évidence une pollution hydrocarbonée qui se caractérise notamment par de fortes valeurs en carbone organique dissout dans les trois percolats et par des concentrations élevées en hydrocarbures, supérieures à l'objectif de traitement n°2 pour les deux premiers percolats et supérieures à l'objectif n°1 pour le troisième percolat.

En ce qui concerne les percolats obtenus sur le sol S2 après traitement par voie biologique, on observe de fortes concentrations en carbone organique et en hydrocarbures, concentrations largement supérieures aux objectifs de traitement fixés. Globalement, le traitement par biodégradation conduit à une augmentation des concentrations en solution pour quasiment la totalité des espèces suivies, alors que leur contenu total sur solide était inchangé, à l'exception de la teneur en hydrocarbures qui a été abattue de plus de la moitié (voir le tableau d'analyse sur solide). Le traitement par voie biologique entraîne donc une augmentation de la disponibilité et de la mobilité des polluants probablement par une modification de la matrice et notamment des matières organiques.

L'essai de percolation sur le sol S2 traité par voie thermique met en évidence une très nette diminution des quantités d'hydrocarbures relarguées qui correspond au fort abattement en contenu total des hydrocarbures (voir tableau d'analyse sur solide). Cependant, on note une forte augmentation des concentrations en carbone organique dissout sur l'ensemble des percolats, les concentrations des deux premiers percolats dépassant largement les objectifs de traitement fixés. On remarque également une augmentation des concentrations en solution pour les chlorures, les sulfates, l'azote ammoniacal, le zinc et surtout pour les cyanures totaux dont la concentration est de l'ordre de celle fixée pour l'objectif de traitement n°1. Le traitement thermique tend donc à augmenter la mobilité de ces espèces, probablement à la suite d'une déstructuration de la matrice et/ou de la dénaturation des matières organiques naturelles.

### **Évaluation de l'écotoxicité du sol S2 et de son percolat**

#### **Effet de S2, S2 BIODE et S2 THERM sur l'émergence et la croissance des végétaux supérieurs (norme ISO 11 269-2 Annexe B)**

Les essais ont été réalisés sur des semences d'orge (*Hordeum vulgare*) et de cresson (*Lepidium sativum*).

## Sol S2 : problématique "Site pétrolier"

Écotoxicité du sol S2			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	84 %	84 %
	NOEC	14,4 %	14,4 %
Inhibition de la croissance	LOEC	25,9 %	25,9 %
	CE 50	45,8 %	41,4 %

Dans les conditions expérimentales observées, l'échantillon de sol S2 n'a pas présenté d'effet significatif sur la germination des semences d'orge ou de cresson pour des concentrations inférieures ou égales à 84 %.

L'échantillon de sol S2 présente un effet inhibiteur de la croissance relativement modéré vis-à-vis des deux végétaux testés. Il est cependant à noter qu'il faut atteindre une concentration de 14 % pour ne plus mettre en évidence d'effet significatif.

Écotoxicité du sol S2 BIODÉ			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	9 %	9 %
	NOEC	50 %	15 %
Inhibition de la croissance	LOEC	90 %	28 %
	CE 50	> 90 %	> 90 %

Dans les conditions de l'essai, l'échantillon de sol traité S2 BIODÉ a peu d'effet inhibiteur de la germination des semences d'orge et de cresson, la CE50 n'étant jamais atteinte.

Dans ces conditions, la croissance de l'orge (en masse sèche produite) est seulement affectée par une concentration de 90 % en sol S2 BIODÉ. Un effet inhibiteur de la croissance du cresson est observé en revanche dès la concentration de 28 % en sol S2 BIODÉ. En présence d'une concentration en sol S2 BIODÉ de 90 %, les plants qui avaient germé ont dépéri.

L'échantillon de sol traité S2 BIODÉ présente une phytotoxicité moins importante qu'avant traitement vis-à-vis de la croissance de l'orge mais une toxicité comparable vis-à-vis de la croissance du cresson.

Écotoxicité du sol S2 THERM			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	100 %	< 50 %
	NOEC	50 %	< 50 %
Inhibition de la croissance	LOEC	80 %	50 %
	CE 50	> 100 %	> 100 %

Pour ces essais, la quantité de sol fournis étant relativement faible, la gamme de dilution n'est pas très étendue (3 dilutions comprises entre 50 et 100 %).

## Sol S2 : problématique "Site pétrolier"

---

Dans les conditions expérimentales observées, le sol S2 THERM n'a pas d'effet inhibiteur de la germination de l'orge, mais provoque une inhibition significative de la germination du cresson de l'ordre de 50 % pour les trois concentrations testées.

On observe une inhibition de la croissance de l'orge, bien que la CE50 ne soit jamais atteinte, ainsi que la pousse des racines hors du sol. En ce concerne l'inhibition de la croissance du cresson, le taux d'inhibition reste inférieur à 10 % sur l'ensemble de la gamme testée.

L'échantillon de sol traité S2 THERM présente donc une phytotoxicité moins importante qu'avant traitement vis-à-vis de la germination et de la croissance de l'orge et du cresson.

### Écotoxicité du percolat de S2, S2 BIODE et de S2 THERM

L'écotoxicité de la solution obtenue à l'issue de la percolation correspondant à un rapport liquide/solide cumulé de 2,0 a été caractérisée par quatre types d'essais. Les résultats de ces essais sont présentés ci-dessous :

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S2		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	> 75 % > 75 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h Essai daphnies CE50 48 h	NF EN ISO 6341	> 90 % > 90 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	27,4 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	> 100 % > 100 %

L'écotoxicité du percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol S2 est relativement limitée puisque seul le test d'écotoxicité chronique sur l'algue douce *Pseudokirchneriella subcapitata* présente un effet toxique significatif du percolat, une concentration de 27,4 % de ce percolat provoquant une inhibition de croissance de 50 % de la population d'algue.

## Sol S2 : problématique "Site pétrolier"

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S2 BIODÉ		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	> 70 % > 70 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h Essai daphnies CE50 48 h	NF EN ISO 6341	> 90 % > 90 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	> 90 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	> 100 % 0,8 - 3 %

L'écotoxicité du percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol S2 BIODÉ est faible si ce n'est qu'il présente un effet génotoxique sur une zone de concentration 0,8 – 3 % du percolat après activation S9.

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S2 THERM		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	> 75 % > 75 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	> 90 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	60 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	*% **%

\* Génotoxicité aux concentrations 100 et 50 %

\*\* Génotoxicité entre les concentrations 50 et 12,5 %

L'écotoxicité du percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol S2 après traitement thermique est relativement faible. Cependant, le test d'écotoxicité chronique sur l'algue douce *Pseudokirchneriella subcapitata* met en évidence un effet toxique du percolat certain puisqu'une concentration de 60 % de ce percolat provoque une inhibition de croissance de 50 % de la population d'algue. Le percolat présente également un effet génotoxique marqué sur une zone de concentration 100 - 50 % du percolat sans activation et sur une zone de concentration 50 – 12,5 % du percolat après activation S9.

### Objectif et contexte de l'opération

Le site correspond à un ancien atelier de traitement de surface d'alliages métalliques. Nous avons effectué des prélèvements dans une cour au bord de laquelle des fûts de produits chimiques étaient entreposés. Le sol de cette cour est resté stérile, aucune végétation n'est observable sur cette zone de stockage.

En 1996, les analyses des métaux lourds présents dans le sol S3 par spectrophotométrie d'absorption atomique avaient révélé une forte pollution en Cr, Ni, Pb, Zn et Cu. Les résultats d'analyses effectuées sur le premier échantillonnage sont présentés dans le tableau suivant :

Métaux (mg/kg)	Cd	Cr	Cu	Fe	Pb	Ni	Zn
Fraction échangeable	3	2195	4	5	14	35	2
Fraction liée aux carbonates	3	1174	36	29	19	170	45
Fraction liée aux oxydes de Fe et Mn	3	3680	224	1865	57	3010	239
Fraction liée à la matière organique	1	2076	173	88	12	811	205
Résidu	4	3491	115	33482	4557	1104	341
Total	14	12616	552	35469	4659	5131	832

### Quantité de métaux lourds dans le sol (prélèvement n°1) exprimée mg/kg de matière sèche (Radovic, 1996). Extraction séquentielle d'après la méthode de Tessier.

Le chrome est initialement présent sur le site à la fois sous forme d'ions chromates et d'ions chromiques. Le taux  $\text{CrO}_4^{2-}$  par rapport au chrome total atteint jusqu'à 50 %. Le chrome est parfois présent dans l'horizon supérieur sous forme de minéralisations vertes ou jaunes. Les ions chromates se présentent sous forme de minéralisations cristallisées ( $\text{CaCrO}_4$ ,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ), tandis que les ions chromiques peuvent précipiter sous forme d'hydroxyde ( $\text{Cr}(\text{OH})_3$ ). Le sol contient également des sulfates provenant des bains sulfo-chromiques.

Cette zone anciennement protégée de la pluie par un auvent est aujourd'hui à l'exposition de toute intempérie suite à la chute de ce auvent. Ceci explique les différences de teneurs en métaux obtenues cette année, bien plus faibles par rapport à celles obtenues lors des prélèvements des années précédentes. Aujourd'hui, on suppose que la majorité du chrome VI, très soluble dans l'eau, est passée dans les couches inférieures du sol par lessivage. Cette hypothèse a été confirmée par les analyses effectuées sur le prélèvement n°2 de 1999 (Gendrault, 1999).

### Matériel utilisé

- Prélèvements de sol : pelle manuelle.
- Criblage : élimination manuelle des éléments grossiers visibles
- Conditionnement : fûts de 60 l en PE à ouverture totale.

### Opérations réalisées, dans l'ordre chronologique

- 1 Prélèvement du sol :** un prélèvement de 50 kg du sol a été effectué par pelletage manuel.
- 2 Criblage :** Les cinquante kilogrammes prélevés ont été homogénéisés à la main, séchés à température ambiante pendant 3 jours, puis tamisés à 2 mm. Un tamisage secondaire a été réalisé sur la totalité de l'échantillon prélevé sur le site. Pour cela, le sol est déversé sur une bâche en plastique dans une salle ventilée au sol plan bétonné. Après séchage pendant 12 h en couche mince à température ambiante, le sol est homogénéisé par brassage manuel.
- 3 Caractérisation préliminaire :** Les analyses du chrome VI présent dans le sol S3 nous donnent des concentrations de l'ordre de 30 à 80 mg de chrome VI par kg de sol soit des concentrations nettement inférieures à celles obtenus en 1996 mais confirment les résultats obtenus en 1999.
- 4 Préparation par recontamination :** compte tenu de la difficulté de disposer de sols correspondant à ce type de pollution (particulièrement soluble), la décision a été prise en accord avec l'ADEME et l'équipe en charge des essais de traitement de ce sol, de polluer artificiellement le sol S3 afin d'obtenir une concentration en chrome VI proche de celle mesurée en 1996. Pour cela, le chrome VI est apporté sous la forme d'une solution de bichromate de potassium à raison de 6 g de  $\text{Cr}_2\text{O}_7\text{K}_2$  par kg de sol sec soit 2 115 mg/kg de chrome VI.
- 5 Constitution d'un échantillon pour caractérisation initiale :** Le sol a ensuite été quarté en aliquotes de sol de 250 g par pelletage alterné, de manière à constituer les échantillons nécessaires à la caractérisation initiale du sol S3.

La totalité du sol restant a été mise à la disposition du LAEPSI pour la réalisation des essais de bio-immobilisation. Aucun autre traitement n'a été prévu pour ce sol dans le cadre de ce programme.

### Procédure d'échantillonnage secondaire du sol S3

- 1 Les échantillons constitués pour la caractérisation initiale du sol S3 à partir de fractions aliquotes de 250 g représentent les quantités suivantes.
  - 8 kg pour test de germination - croissance sur plantes,
  - 5 kg pour test de percolation en colonne,
  - 2 kg pour quartage supplémentaire.
- 2 Quartage et prélèvement par pelletage alterné de 500 g pour analyses et essais ; conservation des 1,5 kg restant pour essais supplémentaires éventuels et archivage.
- 3 Quartage des 500 g et constitution d'échantillons pour analyses et essais par pelletage alterné :
  - 100 g pour test de lixiviation X 31-210,
  - 100 g séchage.
- 4 Séchage, homogénéisation et prélèvement successifs pour la constitution d'un échantillon de 2 g du sol pour analyses panoramiques métaux, phosphore, azote, soufre totaux.

### Essais de traitement du sol S3

Les essais de traitement mis en œuvre sur le sol S3 concernent uniquement le traitement par bio-immobilisation.

L'avancement des essais a été décrit d'une part dans le second rapport d'avancement des laboratoires (octobre 2000) et d'autre part, oralement en réunion d'avancement, le 10/11/2000, par le LAEPSI / INSA de Lyon

L'échantillon de sol référencé S3 BIOIMMO, issu du traitement par bio-immobilisation, a été adressé par le LAEPSI à POLDEN le 6 Novembre 2000 pour faire l'objet des essais de caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants.

Analyses sur solide - Sol S3

Paramètre	Méthode	Unité	S3 avant traitement	Objectifs n°1 (mg/kg MS)	Objectifs n°2 (mg/kg MS)	S3 BIOIMMO
COT	Méthode Anne	g/kg MS	33			35,3
Silicium	Attaque perchlorique nitrique fluorhydrique Analyse ICP	% MS	25,35			25,2
Aluminium		% MS	4,33			3,3
Fer		% MS	2,9			2,5
Potassium		% MS	2			1,4
Sodium		% MS	0,6			0,48
Magnésium		% MS	0,48			0,43
Calcium		% MS	5,65			4,2
Phosphore total		mg/kg MS	2800			2800
Soufre total		mg/kg MS	2300			2800
Azote total		mg/kg MS	2500			3300
Nickel	Attaque perchlorique nitrique fluorhydrique Analyse ICP ICP/MS	mg/kg MS	6300			3600
Chrome		mg/kg MS	<b>4900</b>	700	300	<b>2700</b>
Cuivre		mg/kg MS	<b>4700</b>	700	300	<b>4000</b>
Titane		mg/kg MS	1585			1500
Zinc		mg/kg MS	<b>1072</b>	1000	400	<b>816</b>
Baryum		mg/kg MS	675			170
Manganèse		mg/kg MS	655			440
Plomb		mg/kg MS	<b>310</b>	700	300	285
Strontium		mg/kg MS	145			140
Rubidium		mg/kg MS	85			70
Vanadium		mg/kg MS	75			63
Étain		mg/kg MS	60			100
Arsenic		mg/kg MS	< 50	100	40	< 50
Antimoine		mg/kg MS	< 50			< 50
Cérium		mg/kg MS	38			40
Cobalt		mg/kg MS	30			25
Lanthanum		mg/kg MS	20			20
Mercure		mg/kg MS	< 20			< 20
Néodymium		mg/kg MS	18			17
Yttrium		mg/kg MS	16			13
Zirconium	mg/kg MS	15			13	
Gallium	mg/kg MS	13			< 10	
Autres éléments	< 10 mg/kg MS					< 10 mg/kg MS

Le sol S3 présente une pollution importante en chrome et en cuivre et dans une moindre mesure en zinc. Après traitement par bio-immobilisation, les teneurs en métaux sont peu abattues, l'objectif du traitement étant plutôt d'immobiliser que d'éliminer.

## Essais de lixiviation (NF X 31-210) - Sol S3

A titre indicatif, l'essai de lixiviation pris en référence comme test de potentiel polluant dans l'arrêté du 18 décembre 1992 relatif au stockage de classe 1 a été réalisé selon la procédure normalisée NF X 31-210. Cette procédure prévoit la mise en contact de 100 g de sol avec 1 l d'eau déminéralisée, puis un renouvellement à deux reprises de l'éluat par 1 l d'eau déminéralisée après 16 h de contact.

Les trois extraits ainsi obtenus sont immédiatement filtrés à 1,2 µm. Ils font ensuite l'objet d'une mesure du pH et de la conductivité avant d'être rassemblés en quantités équivalentes en un seul éluat moyen représentatif, sur lequel portent les analyses. Les paramètres visés dans le cadre de l'admissibilité des déchets et des terres polluées en centre de classe 1 ont été analysés. Ces résultats sont confrontés aux seuils dans le tableau ci-après.

Paramètre	Méthode	S3 avant traitement		S3 BIOIMMO		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
		Concentration ou valeur	Fraction lixivable (mg/kg MS)	Concentration ou valeur	Fraction lixivable (mg/kg MS)	
Fraction soluble (mg/l)	NF T 90-029 (résidu sec 100-105 °C)	503	15090	409	12065	100000
pH	NF T 90-008	7,85		8,1		
Conductivité (µS/cm)	NF EN 27 888	588		503		
COT (mg/l)	NF T 90-102	28,6	<b>858</b>	51,5	<b>1524,4</b>	700
Indice phénol (mg/l)	NF T 90-109	< 0,01	< 0,3	< 0,01	0,296	100
Cyanures totaux (mg/l)	NF T 90-107	1,66	<b>49,8</b>	0,227	<b>6,7</b>	5
Chrome hexavalent (mg/l)	NF T 90-043	61,39	<b>1842</b>	0,09	2,7	5
Chrome total (mg/l)	NF EN ISO 11885	61,39	<b>1842</b>	0,259	7,7	50
Plomb (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,06	50
Zinc (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,11	3,3	0,079	2,34	250
Cadmium (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,06	25
Nickel (mg/l)	NF EN ISO 11885	1,05	31,5	0,593	17,6	50
Arsenic (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	< 0,005	< 0,15	10
Mercuré (mg/l)	NF EN 1483	0,00034	0,0102	0,00022	0,007	5
Sulfates (mg/l)	NF EN ISO 10304	136	4080	164	4854	
Chlorures (mg/l)	NF EN ISO 10304	1	30	2,5	74	

### Caractérisation initiale du sol S3 - Essai de lixiviation NF X 31-210

L'analyse du lixiviat obtenu pour S3 met en évidence une fraction lixiviable importante en carbone organique, en chrome hexavalent et en cyanure, ces teneurs dépassant les seuils d'acceptation en classe 1.

Après traitement par bio-immobilisation, les concentrations dans le lixiviat sont plus faibles et de l'ordre des seuils d'acceptation définis pour la classe 1, voire en dessous, à l'exception du

## Sol S3 : problématique "Industrie du traitement de surface"

---

carbone organique. Cette augmentation de la fraction lixiviable en carbone organique est due surtout aux apports de carbone organique effectués sous forme de glucose au cours du traitement.

### Essais de percolation - Sol S3

#### Objectifs

Le relargage en polluants à l'équilibre local des sols pollués compactés et saturés en eau a été étudié à l'aide d'un dispositif en colonne, selon un protocole inspiré des normes européennes en cours de développement pour les déchets et recommandé dans le projet du MATE sur les centres de stockage de déchets inertes. L'étude porte sur la dynamique du relargage par percolation d'eau déminéralisée au travers des sols pollués.

#### Procédure d'essais

Le compactage est réalisé en couches de 4 à 5 cm d'épaisseur. L'énergie du compactage est assurée manuellement de manière à assurer une compacité relativement faible du sol particulièrement argileux et permettre ainsi la percolation de la colonne de sol dans des conditions de pression acceptables (< 3 bars).

L'essai a été effectué avec 4,26 kg de sol S2 sec (ce qui correspond à 6,09 kg de sol brut) dans une colonne de 10 cm de diamètre alimentée par le bas à débit constant de 20 ml/h, soit environ 0,1 L/S.j<sup>1</sup>.

Les percolats ont été recueillis au sommet de la colonne après une période de saturation de 72 heures. Les percolats recueillis après renouvellement de l'eau, permettant de suivre la dynamique du relargage, correspondent aux rapports liquide / solide cumulés de 0,5 ; 1,0 et 2,0.

Les résultats d'analyse de ces percolats sont présentés ci-après.

## Résultats S3

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat reconstitué L / S = 2,0	L / S réel 0,5 L / S cumulé 0,5	L / S réel 0,5 L / S cumulé 1,0	L / S réel 1,0 L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
pH	NF T 90-008		7,3	7,1	7,2	7,7			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20 °C)	5540	9560	6020	3070			
COT	NF T 90-102	mg/l		<b>174</b>	<b>76</b>	58	279	70	
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,035	0,5	0,1
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l		<b>5,1</b>	<b>7,7</b>	<b>13,25</b>	36,75	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l		<b>1950</b>	<b>790</b>	<b>400</b>	2565		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l		<b>1950</b>	<b>790</b>	<b>400</b>	2565	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l		<u>0,17</u>	<u>0,15</u>	< 0,005	< 0,245	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l		0,395	0,24	0,248	0,9335	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l		0,007	< 0,005	< 0,005	< 0,0185	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l		<b>10,38</b>	<b>7,03</b>	<b>5,96</b>	24,14	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l		< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,0175	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l		<b>2,9</b>	<b>4,04</b>	<b>8</b>	21,49	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l		0,075	0,039	0,025	0,1265	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l		<b>1,23</b>	<b>0,46</b>	0,22	1,515	0,3	
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l		<b>0,018</b>	<b>0,014</b>	<b>0,01</b>	0,043	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l		<b>1617</b>	<u>1449</u>	<u>768</u>	3793,5	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l		20,2	2,6	< 1	< 14,7	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l (N)		<u>119,7</u>	27	49	184,85	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l (N)		<u>19</u>	<u>10,9</u>	<u>5,7</u>	31,8	25	4

### Caractérisation initiale du sol S3 - Essai de percolation

## Résultats S3 BIOIMMO

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat reconstitué L / S = 2,0	L / S réel 0,5 L / S cumulé 0,5	L / S réel 0,5 L / S cumulé 1,0	L / S réel 1,0 L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
pH	NF T 90-008		8,1	8,13	8,15	8,11			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20 °C)	3100	7830	4700	3860			
COT	NF T 90-102	mg/l		<b>936</b>	<b>542</b>	<b>301</b>	1612	70	
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,035	0,5	0,1
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l		<u>0,138</u>	<u>0,13</u>	<u>0,117</u>	0,433	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l		< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,0175		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l		<b>1,85</b>	<b>1,17</b>	<b>0,7</b>	3,495	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l		0,014	0,014	< 0,002	< 0,025	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l		0,015	0,004	< 0,002	< 0,0155	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l		< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,007	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l		<b>2,75</b>	<b>2</b>	<b>1,5</b>	6,375	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l		0,01	0,01	0,008	0,031	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l		<b>19,5</b>	<b>12,3</b>	<b>8,57</b>	39,19	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l		< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,0175	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l		0,025	0,018	0,013	0,0565	0,3	
Mercuré	NF EN ISO 10304	mg/l		<u>0,0026</u>	<u>0,0014</u>	0,0005	0,0037	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l		<b>3486</b>	<b>2620</b>	<b>1948</b>	8259	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l		74,3	37,4	13,3	101,15	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l (N)		< 1	< 1	< 1	< 3,5	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l (N)		<b>464</b>	<b>315</b>	<b>231</b>	1009	25	4

### Caractérisation du sol S3 BIOIMMO - Essai de percolation

## Sol S3 : problématique "Industrie du traitement de surface"

---

L'analyse des percolats obtenus sur le sol S3 avant traitement met en évidence de fortes concentrations, en carbone organique, en chrome (sous sa valence + VI), en cyanures, en plomb, en cuivre, en mercure, en sulfate et dans une moindre proportion, en zinc, en chlorures, nitrates et azote ammoniacal.

L'analyse des percolats obtenus sur le sol après traitement biologique met en évidence une nette diminution de la concentration en phase aqueuse pour le chrome, le traitement de bio-immobilisation par réduction du chrome VI en chrome III entraînant bien une diminution de la disponibilité du chrome. Dans une moindre mesure on observe également une diminution des concentrations en phase aqueuse pour de nombreuses espèces telles que les cyanures, le plomb, le zinc, le nickel, le mercure et les nitrates. Cette diminution des concentrations en phase aqueuse pour ces éléments peut provenir soit d'une diminution de la disponibilité (immobilisation) de ces composés soit d'une extraction au cours du traitement de la fraction la plus disponible de ces polluants. Contrairement, on observe pour certains composés une augmentation des concentrations en phase aqueuse et notamment pour l'arsenic, le cuivre, les sulfates, les chlorures, l'azote ammoniacal et le carbone organique dissout. Cette augmentation peut provenir soit d'apports ou d'ajouts liés au procédé (apport d'une source de carbone, ajout de sulfates d'ammonium, de chlorures) soit d'une augmentation de la disponibilité du composé à la suite d'une modification de la matrice au cours du traitement.

### Évaluation de l'écotoxicité du sol S3 et de son percolat

#### Effet de S3 et de S3 BIOIMMO sur l'émergence et la croissance des végétaux supérieurs (norme ISO 11 269-2 Annexe B)

Les essais ont été réalisés sur des semences d'orge (*Hordeum vulgare*) et de cresson (*Lepidium sativum*).

Écotoxicité du sol S3			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	28,75 %	28,75 %
	NOEC	11 %	7 %
Inhibition de la croissance	LOEC	18 %	11 %
	CE 50	38,5 %	23,6 %

## Sol S3 : problématique "Industrie du traitement de surface"

Dans les conditions expérimentales observées, l'échantillon de sol S3 présente une inhibition quasi-totale de la germination des semences d'orge et de cresson dès une concentration de 46 %, et une inhibition importante de la croissance des deux semences testées.

Écotoxicité du sol S3BIOIMMO			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	18 %	46 %
Inhibition de la croissance	NOEC	*	*
	LOEC	*	*
	CE 50	*	*

*\* Compte tenu des trop faibles quantités d'échantillon mises à notre disposition par l'équipe en charge de ce traitement, il ne nous a pas été possible de réaliser l'essai d'inhibition de croissance des végétaux.*

L'échantillon de sol traité S3 BIOIMMO présente une inhibition plus limitée de la germination que le sol non traité avec des taux d'inhibition pour l'orge et le cresson de l'ordre de 35 % pour une concentration de 74 %.

### Écotoxicité du percolat de S3 et de S3 BIOIMMO

L'écotoxicité de la solution obtenue à l'issue de la percolation correspondant à un rapport liquide/solide cumulé de 2,0 a été caractérisée par quatre types d'essais. Les résultats de ces essais sont présentés ci-dessous :

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S3		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	3,4 % 0,87 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	0,05 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	0,04 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	Suspicion d'effet Présence d'effet

L'écotoxicité du percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol S3 est particulièrement importante puisque des effets toxiques aigus et chroniques sont observés en présence de concentrations très faibles en percolat.

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S3 BIOIMMO		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b>		
Essai Microtox® CE50 15 min	NF EN ISO	5,93 %
Essai Microtox® CE50 30 min	11 348-3	4,09 %
<b>Écotoxicité aiguë</b>		
Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	0,22 %
<b>Écotoxicité chronique</b>		
Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	2,6 %
<b>Génotoxicité</b>		
Sans activation	Mutatox®	Présence d'effet*
Avec activation		Présence d'effet*

\* Effet génotoxique jusqu'à 2 % environ (toxicité aux plus fortes concentrations, génotoxicité aux concentrations inférieures)

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol traité S3-BIOIMMO présente encore des effets toxiques importants, bien que diminués, vis-à-vis de la luminescence de *Vibrio fischeri*, de la mobilité de *Daphnia magna*, de la croissance de l'algue *Pseudokirchneriella subcapitata* et sa génotoxicité est clairement établie dans une gamme de concentration inférieure aux concentrations toxiques pour la souche d'essai.

### Prélèvement et échantillonnage sur site

**SOL S4**

#### Objectif et contexte de l'opération

Afin de satisfaire la demande des équipes travaillant sur cette problématique, qui désiraient recevoir un sol de concentration en plomb et zinc de l'ordre du g/kg, le prélèvement de sol a été réalisé en un site sélectionné avec son propriétaire à partir d'éléments de mesure dont il disposait (cartographie des teneurs en plomb et zinc) et après analyse préliminaire.

Un tel prélèvement peut être considéré comme représentatif d'un sol à vocation agricole, ayant subi une pollution d'origine atmosphérique en plomb et zinc, limitée en profondeur mais relativement étendue en surface.

Dans un tel scénario, la faisabilité de traitements sur site par voie physico-chimique ou biologique, par stabilisation ou encore par phytoremédiation, seule ou après traitement physico-chimique, pourrait a priori être envisagée.

#### Matériel utilisé

- Prélèvements de sol : pelle manuelle.
- Transport sur le lieu de criblage et d'échantillonnage : fourgon.
- Lieu de criblage et d'échantillonnage : hangar couvert à sol bétonné.
- Criblage à 20 mm :
  - grille de concasseur à mailles carrées de 20 mm posée sur des tréteaux,
  - pelles
  - râteliers.
- Stockage durant le transport : fûts de 60 l en PE à ouverture totale.

### Opérations réalisées, dans l'ordre chronologique

- 1 Prélèvement du sol** : deux parcelles ont été désherbées avant le prélèvement à la pelle du sol de type agricole sur une profondeur de 25 à 30 cm maximum.

Chaque pelletée de sol a été stockée dans une brouette qui a ensuite été vidée dans la caisse d'un fourgon pour être emmenée dans un hangar en vue du criblage et de l'échantillonnage. Ce transfert dans un endroit abrité nous a été dicté par la situation météorologique : le temps était pluvieux ce jour-là. Treize brouettes ont ainsi été extraites, chacune d'entre elles correspondant au volume d'un fût de 60 l.

Le criblage et l'homogénéisation ont été réalisés à même le sol bétonné d'un hangar couvert, préalablement balayé.

- 2 Criblage à 20 mm** : le sol a été vidé à la pelle sur une grille de concasseur posée sur des tréteaux. A l'aide de râteaux, la terre a été tamisée à 20 mm et les gros éléments (cailloux supérieurs à 20 mm) ont été évacués. Nous avons éliminé environ le volume d'un seau de 17 l de cailloux pour plus d'une tonne de sol prélevée.
- 3 Homogénéisation du sol** : constitution d'un nouveau tas par reprise du tas existant, chaque nouvelle pelletée de sol étant versée sur le sommet du tas afin de garantir une répartition homogène. Cette opération a été renouvelée trois fois.
- 4 Remplissage des fûts** : les 13 fûts ont été remplis en utilisant le principe du pelletage alterné. Tous les fûts ont été remplis à la pelle, en déposant chaque pelletée de sol dans un fût différent de telle sorte que tous les fûts contenaient, à un instant t, le même nombre de pelletées de sol, ou une de plus. Chaque fût a été entièrement rempli et a même été secoué afin de tasser au maximum le sol contenu.

### Procédure d'échantillonnage secondaire du sol S4

- 1 Déversement du fût de 80 kg < 20 mm** sur une bâche plastique (usage unique) dans une salle ventilée au sol plan bétonné.

## Sol S4 : problématique "Métallurgie des métaux non-ferreux"

---

- 2 Destruction des mottes, quartage et constitution d'échantillons pour analyses et essais par pelletage alterné :
  - 8 kg pour test de germination - croissance sur plantes,
  - 5 kg pour test de percolation en colonne,
  - 7 kg pour quartage supplémentaire.
- 3 Quartage et prélèvement par pelletage alterné de 500 g pour analyses et essais ; conservation des 6,5 kg restant pour essais supplémentaires éventuels et archivage.
- 4 Quartage des 500 g et constitution d'échantillons pour analyses et essais par pelletage alterné :
  - 100 g pour test de lixiviation X 31-210,
  - 100 g pour séchage.
- 5 Séchage, homogénéisation et prélèvement d'un échantillon de 1 g du sol pour analyses panoramiques métaux, phosphore, azote, soufre totaux.

### Essais de traitement du sol S4

Les essais de traitement mis en œuvre sur le sol S4 concernent les techniques suivantes :

- traitement par tris physiques et lavage chimique,
- traitement par biolixiviation,
- stabilisation,
- phytoremédiation avant et après tris physiques.

L'avancement des essais a été décrit d'une part dans le second rapport d'avancement des laboratoires (octobre 2000) et d'autre part, oralement en réunion d'avancement, 10/11/2000, par les équipes en charge de ces essais qui sont respectivement :

- le BRGM,
- le LAEPSI et le BRGM,
- le SEPA / COGEMA,
- l'ENSAIA.

L'échantillon de sol référencé S4 STAB, issu de la stabilisation, a été adressé par le SEPA / COGEMA à POLDEN le 22 juin 2000 pour faire l'objet des essais de caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants. Le traitement de stabilisation du sol S4 a consisté en un bouletage du sol en présence de 1,75 % de phosphate de calcium.

## Sol S4 : problématique "Métallurgie des métaux non-ferreux"

---

L'échantillon de sol référencé S4 BIOLIX, issu de la biolixiviation, a été adressé par le BRGM à POLDEN le 15 septembre 2000 pour faire l'objet des essais de caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants. Le traitement par biolixiviation du sol S4 est un traitement anaérobie, sans inoculum, avec glucose, d'une durée de deux mois.

L'échantillon de sol référencé S4 TRI, issu du traitement par tris physiques et lavage chimique, a été adressé par l'ENSAIA à POLDEN le 27 octobre 2000 pour faire l'objet des essais de caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants. Le traitement physico-chimique dont S4 TRI a fait l'objet a consisté en une séparation granulométrique à l'eau de la fraction supérieure à 200 µm et de la fraction inférieure à 10-20 µm.

Les échantillons de sol référencés S4 PHYTO et S4 TRI PHYTO, issus de la phytoremédiation d'une part et de la phytoremédiation après traitement par tris physiques a été adressé par l'ENSAIA à POLDEN le 12 décembre 2001 pour faire l'objet des essais de caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants.

## Sol S4 : problématique "Métallurgie des métaux non-ferreux"

### Analyses sur solide

#### Résultats S4-S4 STAB

Paramètre	Méthode	Unité	S4 avant traitement	Objectif n°1	Objectif n°2	S4 STAB
<b>COT</b>	Méthode Anne	g/kg MS	29,8			25,7
Silicium *		% MS	32,51			33,61
Calcium	Attaque perchlorique nitrique fluorhydrique	% MS	1,13			1,78
Aluminium		% MS	3,73			3,76
Fer		% MS	1,88			1,86
Magnésium		% MS	0,31			0,33
Sodium	Analyse ICP	% MS	0,59			0,60
Potassium		% MS	1,59			1,68
Phosphore total		mg/kg MS	11000			5800
Soufre total		mg/kg MS	< 1000			550
Azote total		mg/kg MS	< 2000			< 2000
Zinc	Attaque perchlorique nitrique fluorhydrique	mg/kg MS	<b>2000</b>	1000	400	<b>1900</b>
Plomb		mg/kg MS	<b>1300</b>	700	300	<b>1250</b>
Manganèse		mg/kg MS	429			375
Baryum		mg/kg MS	386			380
Titane		mg/kg MS	2000			1850
Cuivre	Analyse ICP	mg/kg MS	145	700	300	65
Rubidium		mg/kg MS	60			75
Vanadium	ICP/MS	mg/kg MS	60			60
Strontium		mg/kg MS	91			90
Cadmium		mg/kg MS	< 20			25
Zr, Ce, Cr, Ni, Nd, La,	Teneur comprise entre 20 et 60 mg/kg MS					
As **, Sb **, Sn **	< 50 mg/kg MS					
Hg, Y, Ga	< 20 mg/kg					
Autres éléments	< 10 mg/kg MS					

\* Fusion soude-nitrate de potassium

\*\* Minéralisation micro-ondes en eau régale

L'analyse du contenu total du sol S4 met en évidence une pollution au zinc de l'ordre de 2 g/kg MS et une pollution au plomb de l'ordre de 1,3 g/kg MS.

Après traitement par stabilisation le contenu total est globalement peu changé, l'objectif du traitement étant plutôt de limiter la mobilité des polluants plutôt que de les éliminer.

## Sol S4 : problématique "Métallurgie des métaux non-ferreux"

### Résultats S4 – S4 BIOLIX

Paramètre	Méthode	Unité	S4 avant traitement	Objectif n°1	Objectif n°2	S4 BIOLIX
<b>COT</b>	Méthode Anne	mg/kg MS	29800			34100
Silicium *		% MS	32,51			36,11
Calcium	Attaque perchlorique	% MS	1,13			0,81
Aluminium	nitrique	% MS	3,73			3,78
Fer	fluorhydrique	% MS	1,88			1,91
Magnésium		% MS	0,31			0,31
Sodium	Analyse ICP	% MS	0,59			0,55
Potassium		% MS	1,59			2,27
Phosphore total		mg/kg MS	11000			1010
Soufre total		mg/kg MS	< 1000			850
Azote total		mg/kg MS	< 2000			2000
Zinc		mg/kg MS	<b>2000</b>	1000	400	<b>1660</b>
Plomb	Attaque perchlorique	mg/kg MS	<b>1300</b>	700	300	<b>1200</b>
Manganèse	nitrique	mg/kg MS	429			290
Baryum	fluorhydrique	mg/kg MS	386			360
Titane		mg/kg MS	2000			1870
Cuivre	Analyse ICP	mg/kg MS	<b>145</b>	700	300	65
Rubidium	ICP	mg/kg MS	60			70
Vanadium	ICP/MS	mg/kg MS	60			60
Strontium		mg/kg MS	91			80
Cadmium		mg/kg MS	< 20			20
Zr, Ce, Cr, Ni, Nd, La,	Teneur comprise entre 20 et 60 mg/kg MS					
As **, Sb **, Sn **	< 50 mg/kg MS					
Hg, Y, Ga	< 20 mg/kg					
Autres éléments	< 10 mg/kg MS					

\* Fusion soude-nitrate de potassium

\*\* Minéralisation micro-ondes en eau régale

Après traitement par biolixiviation, dont l'objectif est d'éliminer les polluants par une augmentation de leur mobilité, le contenu total est globalement peu changé, mis à part un abattement des phosphates.

## Sol S4 : problématique "Métallurgie des métaux non-ferreux"

### Résultats S4 – S4 TRI

Paramètre	Méthode	Unité	S4 avant traitement	Objectif n°1	Objectif n°2	S4 TRI
<b>COT</b>	Méthode Anne	mg/kg MS	29800			16800
Silicium *		% MS	32,51			39,1
Calcium	Attaque perchlorique	% MS	1,13			0,5
Aluminium	nitrique	% MS	3,73			2,3
Fer	fluorhydrique	% MS	1,88			0,8
Magnésium		% MS	0,31			0,15
Sodium	Analyse ICP	% MS	0,59			0,4
Potassium		% MS	1,59			1,3
Phosphore total		mg/kg MS	11000			400
Soufre total		mg/kg MS	< 1000			390
Azote total		mg/kg MS	< 2000			< 2000
Zinc		mg/kg MS	<b>2000</b>	1000	400	<u>500</u>
Plomb	Attaque perchlorique	mg/kg MS	<b>1300</b>	700	300	<u>400</u>
Manganèse	nitrique	mg/kg MS	429			165
Baryum	fluorhydrique	mg/kg MS	386			15
Titane		mg/kg MS	2000			2900
Cuivre	Analyse ICP	mg/kg MS	145	700	300	30
Zirconium	ICP	mg/kg MS	30			80
Vanadium	ICP/MS	mg/kg MS	60			60
Strontium		mg/kg MS	91			65
Cadmium		mg/kg MS	< 20			< 10
Ce, Cr, Ni, Rb, Nd, La,	Teneur comprise entre 20 et 60 mg/kg MS					
As **, Sb **, Sn **	< 50 mg/kg MS					
Hg, Y, Ga	< 20 mg/kg					
Autres éléments	< 10 mg/kg MS					

\* Fusion soude-nitrate de potassium

\*\* Minéralisation micro-ondes en eau régale

Le traitement par tri physique (séparation granulométrique) du sol S4 a permis d'abattre le contenu total en zinc et plomb, la teneur de ces deux composés dans le sol traité étant de l'ordre de l'objectif de traitement n°2. On observe également un abattement important en phosphore.

## Sol S4 : problématique "Métallurgie des métaux non-ferreux"

### Résultats S4 – S4 PHYTO

Paramètre	Méthode	Unité	S4 avant traitement	Objectif n°1	Objectif n°2	S4 PHYTO
<b>COT</b>	Méthode Anne	mg/kg MS	29800			34000
Silicium *		% MS	32,51			33,20
Calcium	Attaque perchlorique	% MS	1,13			1,01
Aluminium	nitrique	% MS	3,73			3,91
Fer	fluorhydrique	% MS	1,88			1,96
Magnésium		% MS	0,31			0,31
Sodium	Analyse ICP	% MS	0,59			0,60
Potassium		% MS	1,59			1,78
Phosphore total		mg/kg MS	11000			970
Soufre total		mg/kg MS	< 1000			698
Azote total		mg/kg MS	< 2000			2300
Zinc		mg/kg MS	<b>2000</b>	1000	400	<b>1900</b>
Plomb	Attaque perchlorique	mg/kg MS	<b>1300</b>	700	300	<b>1200</b>
Manganèse	nitrique	mg/kg MS	429			385
Baryum	fluorhydrique	mg/kg MS	386			395
Titane		mg/kg MS	2000			2200
Cuivre	Analyse ICP	mg/kg MS	145	700	300	60
Zirconium	ICP	mg/kg MS	30			65
Vanadium	ICP/MS	mg/kg MS	60			65
Strontium		mg/kg MS	91			80
Cadmium		mg/kg MS	< 20			25
Ce, Cr, Ni, Rb, Nd, La,	Teneur comprise entre 20 et 70 mg/kg MS					
As **, Sb **, Sn **	< 50 mg/kg MS					
Hg, Y, Ga	< 20 mg/kg					
Autres éléments	< 10 mg/kg MS					

\* Fusion soude-nitrate de potassium

\*\* Minéralisation micro-ondes en eau régale

Après traitement par phytoextraction, dont l'objectif est d'éliminer les polluants par une extraction à l'aide de végétaux, le contenu total est globalement peu changé, mis à part un abattement des phosphates.

## Sol S4 : problématique "Métallurgie des métaux non-ferreux"

### Résultats S4 – S4 TRI-PHYTO

Paramètre	Méthode	Unité	S4 avant traitement	Objectif n°1	Objectif n°2	S4 TRI-PHYTO
<b>COT</b>	Méthode Anne	mg/kg MS	29800			18900
Silicium *		% MS	32,51			37,7
Calcium	Attaque perchlorique	% MS	1,13			0,69
Aluminium	nitrique	% MS	3,73			2,81
Fer	fluorhydrique	% MS	1,88			1,05
Magnésium		% MS	0,31			0,17
Sodium	Analyse ICP	% MS	0,59			0,69
Potassium		% MS	1,59			1,52
Phosphore total		mg/kg MS	11000			550
Soufre total		mg/kg MS	< 1000			1000
Azote total		mg/kg MS	< 2000			1400
Zinc		mg/kg MS	<b>2000</b>	1000	400	<u>900</u>
Plomb	Attaque perchlorique	mg/kg MS	<b>1300</b>	700	300	<u>700</u>
Manganèse	nitrique	mg/kg MS	429			250
Baryum	fluorhydrique	mg/kg MS	386			345
Titane		mg/kg MS	2000			1600
Cuivre	Analyse ICP	mg/kg MS	145	700	300	45
Zirconium	ICP	mg/kg MS	30			40
Vanadium	ICP/MS	mg/kg MS	60			35
Strontium		mg/kg MS	91			80
Cadmium		mg/kg MS	< 20			10
Ce, Cr, Ni, Rb, Nd, La,	Teneur comprise entre 20 et 60 mg/kg MS					
As **, Sb **, Sn **	< 50 mg/kg MS					
Hg, Y, Ga	< 20 mg/kg					
Autres éléments	< 10 mg/kg MS					

\* Fusion soude-nitrate de potassium

\*\* Minéralisation micro-ondes en eau régale

L'analyse du contenu total en polluant réalisé sur le sol S4 TRI-PHYTO met en évidence un abattement des teneurs en zinc et plomb, les teneurs résiduelles étant du même ordre de grandeur que l'objectif de traitement n°1.

### **Essais de lixiviation (NF X 31-210)**

L'essai de lixiviation pris en référence comme test de potentiel polluant dans l'arrêté du 18 décembre 1992 relatif au stockage de classe 1 a été réalisé selon la procédure normalisée NF X 31-210. Cette procédure prévoit la mise en contact de 100 g de sol avec 1 l d'eau déminéralisée, puis un renouvellement à deux reprises de l'éluat par 1 l d'eau déminéralisée après 16 h de contact.

Les trois extraits ainsi obtenus sont immédiatement filtrés à 0,45 µm. Ils font ensuite l'objet d'une mesure du pH et de la conductivité avant d'être rassemblés en quantités équivalentes en un seul éluat moyen représentatif, sur lequel portent les analyses. Les paramètres visés dans le cadre de l'admissibilité des déchets et des terres polluées en centre de classe 1 ont été analysés. Ces résultats sont confrontés aux seuils dans le tableau ci-après.

## Résultats S4 – S4 STAB

Paramètre	Méthode	S4 avant traitement		S4 STAB		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
		Concentration ou valeur	Fraction lixivable (mg/kg MS)	Concentration ou valeur	Fraction lixivable (mg/kg MS)	
Fraction soluble (mg/l)	NF T 90-029 (résidu sec 100-105 °C)	111	3330	176	5280	100000
pH	NF T 90-008	7,1 à 8,3		7,9 à 8,5		
Conductivité (µS/cm)	NF EN 27 888	101 à 221		88 à 129		
COT (mg/l)	NF T 90-102	3,6	108	5,1	153	700
Indice phénol (mg/l)	NF T 90-109	0,013	0,39	< 0,01	< 0,3	100
Cyanures totaux (mg/l)	NF T 90-107	< 0,01	< 0,3	< 0,01	< 0,3	5
Chrome hexavalent (mg/l)	NF T 90-043	< 0,005	< 0,15	< 0,005	< 0,15	5
Chrome total (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	< 0,002	< 0,06	50
Plomb (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,0187	0,561	0,18	5,4	50
Zinc (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,105	3,15	0,44	13,2	250
Cadmium (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	0,005	0,15	25
Nickel (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	0,004	0,12	50
Arsenic (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,051	1,53	0,11	3,3	10
Mercuré (mg/l)	NF EN 1483	< 0,0001	< 0,003	< 0,0002	< 0,006	5
Sulfates (mg/l)	NF EN ISO 10304	13	390	2	60	
Chlorures (mg/l)	NF EN ISO 10304	1,2	36	< 1	< 30	

### Caractérisation du sol S4 STAB - Essai de lixiviation NF X 31-210

Le sol S4 présente une faible fraction soluble globale et sa fraction lixiviable (telle que définie par l'arrêté du 18/12/92) en polluants potentiels est très inférieure aux critères d'admission des déchets stabilisés en centre de stockage de classe 1. La fraction lixiviable en polluants potentiels est peu modifiée par le traitement excepté pour le plomb, le zinc et l'arsenic dont la concentration dans l'éluat moyen est de 2 à 10 fois supérieure aux résultats de S4. Néanmoins la fraction lixiviable de S4 STAB reste très largement inférieure aux seuils de la classe 1.

## Résultats S4 – S4 BIOLIX

Paramètre	Méthode	S4 avant traitement		S4 BIOLIX		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
		Concentration ou valeur	Fraction lixivable (mg/kg MS)	Concentration ou valeur	Fraction lixivable (mg/kg MS)	
Fraction soluble (mg/l)	NF T 90-029 (résidu sec 100-105 °C)	111	3330	185	5550	100000
pH	NF T 90-008	7,1 à 8,3		7,9		
Conductivité (µS/cm)	NF EN 27 888	101 à 221		97		
COT (mg/l)	NF T 90-102	3,6	108	10,3	309	700
Indice phénol (mg/l)	NF T 90-109	0,013	0,39	< 0,01	< 0,3	100
Cyanures totaux (mg/l)	NF T 90-107	< 0,01	< 0,3	< 0,01	< 0,3	5
Chrome hexavalent (mg/l)	NF T 90-043	< 0,005	< 0,15	< 0,005	< 0,15	5
Chrome total (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	< 0,002	< 0,06	50
Plomb (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,0187	0,561	0,05	1,5	50
Zinc (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,105	3,15	0,22	6,6	250
Cadmium (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	0,003	0,09	25
Nickel (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	0,005	0,15	50
Arsenic (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,051	1,53	0,032	0,96	10
Mercure (mg/l)	NF EN 1483	< 0,0001	< 0,003	0,0002	0,006	5
Sulfates (mg/l)	NF EN ISO 10304	13	390	6	180	
Chlorures (mg/l)	NF EN ISO 10304	1,2	36	< 1	< 30	

### Caractérisation du sol S4 BIOLIX - Essai de lixiviation NF X 31-210

La fraction lixiviable en polluants potentiels est relativement peu modifiée par le traitement excepté pour le plomb, le zinc et le carbone organique dissout dont les concentrations dans l'éluat moyen sont supérieures aux résultats de S4. Néanmoins la fraction lixiviable de S4 BIOLIX reste très largement inférieure aux seuils d'acceptabilité de la classe 1.

## Sol S4 : problématique "Métallurgie des métaux non-ferreux"

### Résultats S4 – S4 TRI

Paramètre	Méthode	S4 avant traitement		S4 TRI		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
		Concentration ou valeur	Fraction lixivable (mg/kg MS)	Concentration ou valeur	Fraction lixivable (mg/kg MS)	
Fraction soluble (mg/l)	NF T 90-029 (résidu sec 100-105 °C)	111	3330	131	3930	100000
pH	NF T 90-008	7,1 à 8,3		7,3 à 7,4		
Conductivité (µS/cm)	NF EN 27 888	101 à 221		180 à 230		
COT (mg/l)	NF T 90-102	3,6	108	2,8	84	700
Indice phénol (mg/l)	NF T 90-109	0,013	0,39	< 0,01	< 0,3	100
Cyanures totaux (mg/l)	NF T 90-107	< 0,01	< 0,3	< 0,01	< 0,3	5
Chrome hexavalent (mg/l)	NF T 90-043	< 0,005	< 0,15	< 0,005	< 0,15	5
Chrome total (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	< 0,002	< 0,06	50
Plomb (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,0187	0,561	0,026	0,78	50
Zinc (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,105	3,15	0,329	9,87	250
Cadmium (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	0,009	0,27	25
Nickel (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	0,003	0,09	50
Arsenic (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,051	1,53	0,025	0,75	10
Mercuré (mg/l)	NF EN 1483	< 0,0001	< 0,003	< 0,0002	< 0,006	5
Sulfates (mg/l)	NF EN ISO 10304	13	390	2	60	
Chlorures (mg/l)	NF EN ISO 10304	1,2	36	< 1	< 30	

### Caractérisation du sol S4 TRI - Essai de lixiviation NF X 31-210

La fraction lixiviable en polluants potentiels est relativement peu modifiée par le traitement excepté pour le plomb, le zinc dont les concentrations dans l'éluat moyen sont supérieures aux résultats de S4. Néanmoins la fraction lixiviable de S4 TRI reste très largement inférieure aux seuils d'acceptabilité de la classe 1.

## Résultats S4 – S4 PHYTO

Paramètre	Méthode	S4 avant traitement		S4 PHYTO		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
		Concentration ou valeur	Fraction lixivable (mg/kg MS)	Concentration ou valeur	Fraction lixivable (mg/kg MS)	
Fraction soluble (mg/l)	NF T 90-029 (résidu sec 100-105 °C)	111	3330	76	2923	100000
pH	NF T 90-008	7,1 à 8,3		8,21		
Conductivité (µS/cm)	NF EN 27 888	101 à 221		81		
COT (mg/l)	NF T 90-102	3,6	108	26,4	<b>1015</b>	700
Indice phénol (mg/l)	NF T 90-109	0,013	0,39	< 0,010	< 0,385	100
Cyanures totaux (mg/l)	NF T 90-107	< 0,01	< 0,3	< 0,01	< 0,385	5
Chrome hexavalent (mg/l)	NF T 90-043	< 0,005	< 0,15	< 0,005	< 0,192	5
Chrome total (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	< 0,002	< 0,077	50
Plomb (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,0187	0,561	0,006	0,231	50
Zinc (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,105	3,15	0,117	4,500	250
Cadmium (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	< 0,002	< 0,077	25
Nickel (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	< 0,002	< 0,077	50
Arsenic (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,051	1,53	0,021	0,808	10
Mercure (mg/l)	NF EN 1483	< 0,0001	< 0,003	< 0,0002	< 0,008	5
Sulfates (mg/l)	NF EN ISO 10304	13	390	3,2	123,1	
Chlorures (mg/l)	NF EN ISO 10304	1,2	36	1,4	53,8	

### Caractérisation du sol S4 PHYTO - Essai de lixiviation NF X 31-210

La fraction lixiviable en polluants potentiels est relativement peu modifiée par le traitement de phytoremédiation excepté pour le carbone organique dissout dont la concentration dans l'éluat moyen est nettement supérieure aux résultats de S4. Pour le carbone organique, la fraction lixiviable de S4 PHYTO est alors supérieure aux seuils d'acceptabilité de la classe 1.

## Sol S4 : problématique "Métallurgie des métaux non-ferreux"

### Résultats S4 – S4 TRI-PHYTO

Paramètre	Méthode	S4 avant traitement		S4 TRI-PHYTO		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
		Concentration ou valeur	Fraction lixivable (mg/kg MS)	Concentration ou valeur	Fraction lixivable (mg/kg MS)	
Fraction soluble (mg/l)	NF T 90-029 (résidu sec 100-105 °C)	111	3330	124	4410	100000
pH	NF T 90-008	7,1 à 8,3		8,1		
Conductivité (µS/cm)	NF EN 27 888	101 à 221		164		
COT (mg/l)	NF T 90-102	3,6	108	2,9	103	700
Indice phénol (mg/l)	NF T 90-109	0,013	0,39	< 0,01	< 0,356	100
Cyanures totaux (mg/l)	NF T 90-107	< 0,01	< 0,3	< 0,01	< 0,356	5
Chrome hexavalent (mg/l)	NF T 90-043	< 0,005	< 0,15	< 0,005	< 0,178	5
Chrome total (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	< 0,002	< 0,071	50
Plomb (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,0187	0,561	< 0,002	< 0,071	50
Zinc (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,105	3,15	0,102	3,628	250
Cadmium (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	< 0,002	< 0,071	25
Nickel (mg/l)	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,15	< 0,002	< 0,071	50
Arsenic (mg/l)	NF EN ISO 11885	0,051	1,53	0,016	0,569	10
Mercure (mg/l)	NF EN 1483	< 0,0001	< 0,003	< 0,0002	< 0,007	5
Sulfates (mg/l)	NF EN ISO 10304	13	390	31	1103	
Chlorures (mg/l)	NF EN ISO 10304	1,2	36	1	36	

### Caractérisation du sol S4 TRI-PHYTO - Essai de lixiviation NF X 31-210

La fraction lixiviable en polluants potentiels est relativement peu modifiée par le traitement excepté pour le plomb dont la concentration dans l'éluat moyen est inférieure aux résultats de S4.

### Essais de percolation

#### Objectifs

Le relargage en polluants à l'équilibre local des sols pollués compactés et saturés en eau a été étudié à l'aide d'un dispositif en colonne, selon un protocole inspiré des normes européennes en cours de développement pour les déchets. L'étude porte sur la dynamique du relargage par percolation d'eau déminéralisée au travers des sols pollués. L'état physique du sol traité S4 STAB se présentant sous forme granulaire, nous avons pu également réaliser l'essai de percolation en colonne sur le sol traité.

#### Procédure d'essais

Le compactage est réalisé en dix couches de 4 à 5 cm d'épaisseur. L'énergie de compactage est transmise par la chute d'une charge de 950 g depuis une hauteur fixée à 28 cm, sur un disque recouvrant toute la surface de la colonne. Le nombre de chutes est maintenu à trois (après aplanissement de la surface à compacter) pour toutes les couches.

L'essai a été effectué avec 4,932 kg de sol S4 STAB tamisé à 20 mm (ce qui correspond à 4,5 kg de sol sec) dans une colonne de 10 cm de diamètre alimentée par le bas à débit constant d'environ 20 ml/h, soit  $0,1 \text{ L/S.j}^{-1}$ .

Les percolats ont été recueillis au sommet de la colonne après une période de saturation de 72 heures. Les percolats recueillis après renouvellement de l'eau, permettant de suivre la dynamique du relargage, correspondent aux rapports liquide / solide cumulés de 0,5 ; 1,0 et 2,0.

## Résultats S4

Analyse des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L/S réel 0,5 L/S cumulé 0,5	L/S réel 0,5 L/S cumulé 1,0	L/S réel 1,0 L/S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS) L/S cumulé 2,0	Objectif n°1 (mg/l)	Objectif n°2 (mg/l)
pH			7,5	7,3	7,5			
Conductivité		µS/cm	840	192	123			
COT	NF T 90-102	mg/l	34,9	21,8	11	39,35		
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,02	0,5	0,1
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,02	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,010		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,010	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	0,034	0,033	<u>0,094</u>	0,128	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,34	0,3	0,4	0,720	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	<u>0,015</u>	<u>0,012</u>	<u>0,011</u>	0,025	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	0,01	0,01	0,01	0,020	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	<u>0,11</u>	<u>0,148</u>	<u>0,18</u>	0,309	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,105	0,067	0,038	0,124	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	0,02	0,04	0,02	0,050	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,3	
Mercure	NF EN 1483	mg/l	< 0,0001	< 0,0001	0,0003	< 0,0004	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	53	7	3	33	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	6	< 1	< 1	< 4,5	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l	29	< 1	< 1	< 16	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l	0,50	0,78	0,59	1,23	25	4

### Caractérisation initiale du sol S4 - Essai de percolation

## Résultats S4 STAB

Analyse des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L/S réel 0,5 L/S cumulé 0,5	L/S réel 0,5 L/S cumulé 1,0	L/S réel 1,0 L/S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS) L/S cumulé 2,0	Objectif n°1 (mg/l)	Objectif n°2 (mg/l)
pH			7,9	7,8	7,9			
Conductivité		µS/cm	798	204	156			
COT	NF T 90-102	mg/l	40,8	23,7	19	51,3		
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,020	0,5	0,1
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	0,017	< 0,01	< 0,01	< 0,024	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,010		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	0,005	0,002	< 0,002	< 0,006	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	<u>0,133</u>	<u>0,104</u>	0,024	0,143	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,314	0,212	0,180	0,443	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	<u>0,014</u>	0,007	0,005	0,016	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	0,013	0,014	0,012	0,026	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	<u>0,29</u>	<b>0,517</b>	<u>0,490</u>	0,894	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,069	0,071	0,090	0,160	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	0,035	0,027	0,021	0,052	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,3	
Mercure	NF EN 1483	mg/l	< 0,0002	< 0,0002	< 0,0002	< 0,0002	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	84	5	4	48,5	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	7,6	1	2,3	6,6	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l	<u>110</u>	< 1	< 1	56,5	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l	0,36	0,15	0,06	0,32	25	4

### Caractérisation du sol S4 STAB - Essai de percolation

## Résultats S4 BIOLIX

Analyse des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L/S réel 0,5 L/S cumulé 0,5	L/S réel 0,5 L/S cumulé 1,0	L/S réel 1,0 L/S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS) L/S cumulé 2,0	Objectif n°1 (mg/l)	Objectif n°2 (mg/l)
pH			7,41	7,95	7,75			
Conductivité		µS/cm	1400	586	370			
COT	NF T 90-102	mg/l	521,5	200	9,7	370,5		
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	0,062	< 0,01	< 0,01	< 0,046	0,5	0,1
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	0,025	0,006	< 0,005	< 0,021	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,010		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	0,043	< 0,002	< 0,002	< 0,025	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,975	0,220	0,225	0,823	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	0,037	0,028	0,016	0,049	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	<b>0,694</b>	<b>1,110</b>	<b>0,670</b>	1,572	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,005	0,028	0,017	0,034	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	0,070	0,027	0,012	0,061	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,030	0,020	0,012	0,037	0,3	
Mercure	NF EN 1483	mg/l	<u>0,0043</u>	<u>0,0015</u>	0,0002	0,003	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	147	1	< 1	< 75,0	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	31,7	1,7	< 1	< 17,7	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l	< 1	< 1	< 1	< 2,0	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l	0,6	2,8	< 1	< 2,70	25	4

### Caractérisation du sol S4 BIOLIX - Essai de percolation

## Résultats S4 TRI

Analyse des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L/S réel 0,5 L/S cumulé 0,5	L/S réel 0,5 L/S cumulé 1,0	L/S réel 1,0 L/S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS) L/S cumulé 2,0	Objectif n°1 (mg/l)	Objectif n°2 (mg/l)
pH			8,1	7,8	7,8			
Conductivité		µS/cm	502	185	174			
COT	NF T 90-102	mg/l	37,2	20,6	16,1	45,0		
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,02	0,5	0,1
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,02	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	<u>0,100</u>	<u>0,055</u>	<u>0,055</u>	0,133	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,180	0,125	0,100	0,253	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	0,005	< 0,002	< 0,002	0,006	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	0,011	0,010	< 0,002	0,013	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	<u>0,125</u>	<u>0,145</u>	<u>0,185</u>	0,320	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,050	0,024	0,026	0,063	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	0,030	0,008	0,008	0,027	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,008	0,007	0,005	0,013	0,3	
Mercuré	NF EN 1483	mg/l	0,00013	0,0004	0,0005	0,001	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	10	1	< 1	< 6,5	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	7,7	< 1	< 1	< 5,4	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l	< 1	< 1	< 1	< 2,0	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l	0,9	0,57	0,38	1,12	25	4

### Caractérisation du sol S4 TRI - Essai de percolation

## Résultats S4 PHYTO

Analyse des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L/S réel 0,5 L/S cumulé 0,5	L/S réel 0,5 L/S cumulé 1,0	L/S réel 1,0 L/S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS) L/S cumulé 2,0	Objectif n°1 (mg/l)	Objectif n°2 (mg/l)
pH			8,13	7,75	8,05			
Conductivité		µS/cm	2226	293	248			
COT	NF T 90-102	mg/l	9	5,9	5,1	12,55		
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,02	0,5	0,1
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,020	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,010		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,224	0,134	0,103	0,282	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,010	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	0,003	< 0,002	< 0,005	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,039	0,043	0,050	0,091	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,011	0,006	0,026	0,035	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	0,021	0,017	0,012	0,031	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,004	< 0,002	0,004	< 0,007	0,3	
Mercure	NF EN 1483	mg/l	< 0,0002	< 0,0002	< 0,0002	< 0,0004	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	45	11	3	31,0	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	5,7	1,5	< 1	< 4,6	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l	< 1	< 1	< 1	< 2,0	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l	0,17	0,12	0,22	0,4	25	4

### Caractérisation du sol S4 PHYTO - Essai de percolation

## Résultats S4 TRI-PHYTO

Analyse des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L/S réel 0,5 L/S cumulé 0,5	L/S réel 0,5 L/S cumulé 1,0	L/S réel 1,0 L/S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS) L/S cumulé 2,0	Objectif n°1 (mg/l)	Objectif n°2 (mg/l)
pH			7,14	7,51	8,04			
Conductivité		µS/cm	3680	833	186			
COT	NF T 90-102	mg/l	24	25	13	37,5		
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,02	0,5	0,1
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	0,070	0,012	< 0,01	< 0,051	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,010		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	0,010	0,010	< 0,002	< 0,012	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,257	0,223	0,136	0,376	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,010	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	0,012	0,015	0,009	0,023	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,015	0,068	0,079	0,121	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,022	0,031	0,021	0,048	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	0,026	0,015	0,031	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,3	
Mercure	NF EN 1483	mg/l	< 0,0002	< 0,0002	< 0,0002	< 0,0004	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	1528	359	7	950,5	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	12,1	2,0	< 1	< 8,1	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l	1000	115	< 1	< 558,5	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l	<1	<1	14,5	< 15,5	25	4

### Caractérisation du sol S4 TRI-PHYTO - Essai de percolation

## Sol S4 : problématique "Métallurgie des métaux non-ferreux"

---

L'analyse des percolats obtenus sur le sol S4 avant traitement met en évidence des concentrations en phase aqueuse élevées et supérieures à l'objectif de traitement n°2 pour le plomb, le cadmium et l'arsenic.

Les résultats des analyses des percolats obtenus sur le sol après traitement par stabilisation montrent une augmentation des concentrations en phase aqueuse pour les cyanures, le plomb, l'arsenic, et les nitrates. Pour ces derniers composés les concentrations en phases aqueuses sont comprises entre les seuils des deux objectifs de traitement, excepté pour l'arsenic dont la concentration est de l'ordre de l'objectif de traitement n°1 pour le deuxième et le troisième percolat.

En ce qui concerne les percolats obtenus sur le sol S4 après traitement par biolixiviation, on observe une augmentation globale des concentrations de quasiment l'ensemble des composés suivis, à l'exception du plomb, du cadmium, du cuivre et des nitrates. On observe notamment une concentration élevée en carbone organique dissout, en arsenic (supérieure à l'objectif de traitement n°1) et en mercure (de l'ordre de l'objectif de traitement n°1). Cette augmentation des concentrations en solution peut provenir soit d'apports liés au procédé de traitement (apport d'une source de carbone par exemple) soit à une modification de la matrice solide qui va tendre à augmenter la mobilité des polluants.

Pour le sol S4 ayant subi un tri physique, on observe des concentrations dans les percolats supérieures ou de l'ordre de grandeur de l'objectif de traitement n°1 pour l'arsenic et le plomb. Comparés aux résultats obtenus pour les percolats du sol avant traitement, les concentrations en phase aqueuse sont globalement du même ordre de grandeur.

Pour les percolats obtenus sur le sol traité par phytoextraction, on remarque que les concentrations en phase aqueuse de l'ensemble des composés suivis sont inférieures aux deux objectifs de traitement fixé.

En ce qui concerne les percolats obtenus sur le sol S4 ayant subi un traitement de séparation physique suivi d'un traitement par phytoextraction, on note une diminution des concentrations en phase aqueuse pour l'arsenic, le cuivre, le cadmium et le cuivre par rapport aux résultats obtenus pour le sol S4 avant traitement. Les concentrations en sulfates en nitrates sont nettement plus importantes que dans le cas de S4 non traité et dépassent les objectifs de traitement n°1. On remarque également que les concentrations en chlorures et cyanures totaux dépassent les objectifs de traitement n°2.

### Résultats des essais d'écotoxicité

#### Effet de S4 avant et après traitement sur l'émergence et la croissance des végétaux supérieurs (norme ISO 11 269-2 Annexe B)

Les essais ont été réalisés sur des semences d'orge (*Hordeum vulgare*) et de cresson (*Lepidium sativum*).

Écotoxicité du sol S4			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	66,7 %	66,7 %
	LOEC	29,6 %	29,6 %
Inhibition de la croissance	CE 50	85 %	94 %

Un effet significatif du sol S4 est observé sur la germination de l'orge et du cresson à 100 % d'apport et sur la croissance de l'orge et du cresson à partir de 30 % environ. La phytotoxicité de ce sol reste cependant relativement faible puisque les valeurs de CE 50 pour l'orge et le cresson sont estimées aux alentours de 85 – 90 %.

Écotoxicité du sol S4 STAB			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	30 %	30 %
	LOEC	indéterminable	indéterminable
Inhibition de la croissance	CE 50	> 100 %	indéterminable

Dans les conditions expérimentales de l'essai réalisé sur l'échantillon de sol S4-STAB, l'apport maximal sans effet du sol traité sur la germination est de 30 %. La germination des semences mises en expérimentation dans le sol non dilué n'est que faiblement inhibée (15 à 20 % d'inhibition). L'effet inhibiteur maximal se produit à la concentration de 67 %, sans atteindre la CE50.

La croissance de l'orge n'est pas affectée par le sol S4 STAB (on note même un effet stimulant à 100 %), le cresson semble plus sensible, en particulier à la concentration de 67 % (comme pour l'émergence).

## Sol S4 : problématique "Métallurgie des métaux non-ferreux"

Écotoxicité du sol S4 BIOLIX			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	100 %	30 %
Inhibition de la croissance	NOEC	100 %	100 %
	LOEC	indéterminable	indéterminable
	CE 50	> 100 %	> 100 %

Le sol S4 BIOLIX ne présente pas d'effet significatif sur la germination de l'orge ou du cresson : la germination des semences mises en expérimentation dans le sol non dilué n'est que faiblement inhibée (11 % pour le cresson).

La croissance de l'orge, tout comme celle du cresson ne sont pas affectées par le sol S4 BIOLIX (on note même un effet stimulant).

Écotoxicité du sol S4 TRI			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	< 6 %	100 %
Inhibition de la croissance	NOEC	< 6 %	< 6 %
	LOEC	< 6 %	< 6 %
	CE 50	> 100 %	> 100 %

Le sol traité S4 TRI n'a pas d'effet inhibiteur de la germination du cresson mais il provoque une inhibition significative de la germination de l'orge.

Le sol traité S4 TRI présente un effet inhibiteur de la croissance de l'orge et du cresson pour toutes les concentrations testées (jusqu'à 6 %) mais la CE 50 n'est atteinte dans aucun cas.

Écotoxicité du sol S4 TRI-PHYTO			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	65 %	44 %
Inhibition de la croissance	NOEC	65 %	100 %
	LOEC	100 %	indéterminable
	CE 50	> 100 %	> 100 %

Dans les conditions expérimentales observées, l'échantillon de sol S4 TRI-PHYTO a peu d'effet inhibiteur de la germination pour l'orge, mais provoque une inhibition significative de la germination du cresson aux concentrations les plus élevées. La texture très fine du sol est relativement peu favorable à la germination.

Le sol traité S4 TRI-PHYTO ne présente pas d'effet inhibiteur significatif de la croissance du cresson et de l'orge.

## Sol S4 : problématique "Métallurgie des métaux non-ferreux"

Écotoxicité du sol S4 PHYTO			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	100 %	< 30 %
	NOEC	30 %	100 %
Inhibition de la croissance	LOEC	50 %	indéterminable
	CE 50	> 100 %	> 100 %

Le sol traité S4 PHYTO présente un effet significatif de la germination seulement pour le cresson.

L'essai ne met en évidence aucune inhibition significative de la croissance de l'orge et du cresson, la CE50 n'étant jamais atteinte.

### Écotoxicité du percolat de S4 avant et après traitement

L'écotoxicité de la solution obtenue à l'issue de la percolation correspondant à un rapport liquide/solide cumulé de 2,0 a été caractérisée par quatre types d'essais. Les résultats de ces essais sont présentés ci-dessous :

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S4		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	> 75 % > 75 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	> 90 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	41,36 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	* 25 %

\* Le témoin positif sans activation (phénol) incorrect ne nous permet pas de conclure quant à la génotoxicité sans activation

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol S4 se présente relativement peu écotoxique puisqu'il ne présente pas d'effet significatif vis-à-vis de la luminescence de *Vibrio fischeri* pas plus que sur la mobilité de *Daphnia magna*. En revanche, environ 40 % de ce percolat suffit pour inhiber la croissance de 50 % de la population d'algue douce *Pseudokirchneriella subcapitata* et une dilution d'un quart de ce percolat entraîne un effet génotoxique sur la suspension bactérienne standard testée en présence d'activateur métabolique S9.

## Sol S4 : problématique "Métallurgie des métaux non-ferreux"

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S4 STAB		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	> 75 % > 75 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	> 90 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	> 80 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	* **

\* Faible effet à la concentration 100 %

\*\* Probabilité d'effet génotoxique important à la concentration 100 %

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol traité S4-STAB ne présente pas non plus d'effet significatif vis-à-vis de la luminescence de *Vibrio fischeri* ou de la mobilité de *Daphnia magna*. Il se présente cette fois non toxique vis-à-vis de la croissance de l'algue *Pseudokirchneriella subcapitata* et sa génotoxicité n'a pas pu être clairement établie.

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S4 BIOLIX		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	> 75 % > 75 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	> 90 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	> 80 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	Absence Absence*

\* Présence d'un signal positif à 0,2 % et 0,4 % (lecture 16 h)

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol traité S4-BIOLIX ne présente pas non plus d'effet significatif vis-à-vis de la luminescence de *Vibrio fischeri* ou de la mobilité de *Daphnia magna*. Il se présente également non toxique vis-à-vis de la croissance de l'algue *Pseudokirchneriella subcapitata* et ne montre pas d'effet génotoxique selon le test Mutatox®.

## Sol S4 : problématique "Métallurgie des métaux non-ferreux"

---

On note dans le cas de l'essai d'inhibition de la croissance de l'algue *Pseudokirchneriella subcapitata* qu'un effet eutrophisant pouvant masquer une éventuelle toxicité est perceptible dès 12,5 %

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S4 TRI		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	> 75 % > 75 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	> 90 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	72 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	Absence Absence

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol traité S4-TRI ne présente pas non plus d'effet significatif vis-à-vis de la luminescence de *Vibrio fischeri* ou de la mobilité de *Daphnia magna*. Il se présente peu toxique vis-à-vis de la croissance de l'algue *Pseudokirchneriella subcapitata* et ne montre pas d'effet génotoxique selon le test Mutatox®.

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S4 TRI-PHYTO		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	> 75 % > 75 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	> 90 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	> 80 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	100 - 12,5 % 50 - 6,25 %

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol traité S4 TRI-PHYTO ne présente pas une écotoxicité particulière. Il n'a pas d'effet significatif vis-à-vis de la luminescence de *Vibrio fischeri* ou de la mobilité de *Daphnia magna* et n'est pas toxique vis-à-vis de la croissance de l'algue *Pseudokirchneriella subcapitata*. Cependant on note un effet génotoxique (test Mutatox®) pour des concentrations comprises entre 100 et 12,5 % lors de l'essai sans activation et pour des concentrations comprises entre 50 et 6,25 % lors de l'essai Mutatox® direct (sans activation S9).

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S4 PHYTO		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	> 75 % > 75 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	> 90 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	> 80 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	Absence Absence

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol traité S4-PHYTO ne présente pas d'effet significatif vis-à-vis de la luminescence de *Vibrio fischeri* ou de la mobilité de *Daphnia magna*. Il n'est pas toxique vis-à-vis de la croissance de l'algue *Pseudokirchneriella subcapitata* et ne montre pas d'effet génotoxique selon le test Mutatox®.

#### Objectif et contexte de l'opération

Afin de satisfaire la demande des équipes travaillant sur cette problématique, qui désiraient recevoir un sol de concentration en chrome, cuivre et arsenic de l'ordre du g/kg et en HAP de type crésotes de l'ordre de la centaine de mg/kg, le prélèvement de sol a été réalisé en un site recommandé par le CTBA (Centre Technique du Bois et de l'Ameublement) en un point sélectionné avec son propriétaire à partir d'éléments de mesure dont il disposait (cartographie des teneurs en métaux et crésotes) et après analyse préliminaire.

#### Matériel utilisé

- Prélèvements de sol : pelle mécanique.
- Criblage à 20 mm :
  - grille de concasseur à mailles carrées de 20 mm posée sur des tréteaux,
  - pelles, râteaux.
- Stockage durant le transport :
  - 12 fûts de 60 l en PE à ouverture totale,
  - 2 seaux de 24 l en PE.

#### Opérations réalisées, dans l'ordre chronologique

- 1 Prélèvements de sol** : le sol a été prélevé à la pelle mécanique sur une hauteur d'environ 60 cm et une surface d'environ 3 m x 4 m.
- 3 Criblage du sol** : chaque godet prélevé a été vidé sur une grille de concasseur à mailles de 20 mm posée sur des tréteaux. Ensuite, le sol a été criblé à l'aide de pelles et de râteaux. Les cailloux de dimension supérieure à 20 mm ont été éliminés manuellement.
- 4 Homogénéisation du sol** : un nouveau tas a été constitué par reprise du tas de sol criblé à 20 mm, chaque nouvelle pelletée de sol étant versée sur le sommet du tas afin de garantir une répartition homogène. Cette opération a été réalisée deux fois.
- 5 Remplissage des fûts** : les douze fûts et les deux seaux ont été remplis ensemble en utilisant le principe du pelletage alterné. Tous les récipients ont été remplis à la pelle, en

## Sol S5 : problématique "produits de traitement de bois"

---

déposant chaque pelletée de sol dans un récipient différent de sorte que tous contiennent, à un instant t, le même nombre de pelletées de sol ou une de plus. Chaque récipient a été secoué afin de tasser au maximum le sol contenu et pouvoir ainsi remplir totalement les fûts et les seaux.

### Procédure d'échantillonnage secondaire du sol S5

- 1 Déversement du fût de 80 kg < 20 mm sur une bâche plastique (usage unique) dans une salle ventilée au sol plan bétonné.
- 2 Quartage, prélèvement par pelletage alterné de 20 kg environ de sol.
- 3 Quartage des 20 kg et constitution d'échantillons pour analyses et essais par pelletage alterné :
  - 8 kg pour test de germination - croissance sur plantes,
  - 5 kg pour test de percolation en colonne,
  - 7 kg pour quartage supplémentaire.
- 4 Quartage et prélèvement par pelletage alterné de 500 g pour analyses et essais ; conservation des 6,5 kg restant pour essais supplémentaires éventuels et archivage.
- 5 Quartage des 500 g et constitution d'échantillons pour analyses et essais par pelletage alterné :
  - 100 g pour analyse des HAP,
  - 100 g pour test de lixiviation X 31-210,
  - 100 g séchage, broyage et tamisage à 2,5 mm.
- 6 Homogénéisation et prélèvement par pelletages alternés successifs d'un échantillon de 1 g du sol sec, broyé et tamisé à 2,5 mm pour analyses panoramiques métaux, phosphore, azote, soufre totaux.

### Essais de traitement du sol S5

Les essais de traitement mis en œuvre sur le sol S5 concernent les techniques suivantes :

- traitement par désorption thermique,
- traitement par lavage aux solvants,
- traitement lavage aux agents tensio-actifs et traitement par biodégradation,
- stabilisation,
- phytoremédiation.

L'avancement des essais a été décrit d'une part dans le second rapport d'avancement des laboratoires (octobre 2000) et d'autre part, oralement en réunion d'avancement, le 10/11/2000 et le 21/06/2001, par les équipes en charge de ces essais qui sont respectivement :

- le LTA / INSAVALOR et PROCEDIS,
- le BRGM,
- l'IFP,
- le SEPA / COGEMA,
- l'ENSAIA.

L'échantillon de sol référencé S5 BIODE, issu d'un traitement par biodégradation a été adressé par l'IFP à POLDEN le 3 mai 2001 pour faire l'objet d'une caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants. Le traitement a été réalisé durant 20 jours en réacteur agité en présence d'un milieu minéral synthétique et de la microflore indigène présente dans le sol.

L'échantillon de sol référencé S5 TENS n'a pas été produit par l'IFP.

L'échantillon de sol référencé S5 THERM, issu du traitement par désorption thermique a été adressé par PROCEDIS à POLDEN le 30 octobre 2001 pour faire l'objet d'une caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants. Le traitement a été réalisé à une température de 340 C pendant un temps de séjour de 15 minutes.

L'échantillon de sol référencé S5 STAB, issu du traitement par stabilisation physico-chimique a été adressé par le SEPA / COGEMA à POLDEN le 16 novembre 2001 pour faire l'objet d'une caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants. La stabilisation a été mise en œuvre par l'ajout de charbon actif en conditions de mélange à 15 %.

L'échantillon de sol référencé S5 SOLV, issu du traitement par lavage chimique a été adressé par le BRGM à POLDEN le 25 septembre 2001 pour faire l'objet d'une caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants.

## Sol S5 : problématique "produits de traitement de bois"

---

L'échantillon de sol référencé S5 PHYTO, issu du traitement par lavage chimique a été adressé par l'ENSAIA à POLDEN le 12 décembre 2001 pour faire l'objet d'une caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants.

## Analyses sur solide

Paramètre	Méthode	Unité	S5	S5 BIODE	S5 THERM	S5 SOLV	S5 STAB	S5 PHYTO	Objectifs n°1 (mg/kg)	Objectifs n°2 (mg/kg)
<b>COT</b>	Méthode Anne	g/kg MS	14,5	21,5	11,2	17,3	97,6	19,1		
<b>HAP (16)</b>	Voir protocole p 576									
Naphtalène		µg/kg MS	55	< 800	< 10	60	90	< 20		
Acénaphthylène		µg/kg MS	494	< 4600	< 90	< 80	< 90	< 110		
Acénaphène		µg/kg MS	64	< 200	10	10	60	90		
Fluorène		µg/kg MS	355	< 400	< 10	80	110	370		
Phénanthrène		µg/kg MS	510	3000	< 10	570	420	1700		
Anthracène		µg/kg MS	424	600	< 10	250	160	670		
Fluoranthène		µg/kg MS	14 777	11000	10	1270	1440	10880		
Pyrène		µg/kg MS	471	7500	< 10	850	1040	7670		
Benzo(a)anthracène		µg/kg MS	689	3600	< 10	680	400	4660		
Chrysène		µg/kg MS	4 206	3500	< 10	610	380	4510		
Benzo(b)fluoranthène		µg/kg MS	3001	4100	10	1250	360	6110		
Benzo(k)fluoranthène		µg/kg MS	1 735	3900	< 10	870	550	5870		
Benzo(a)pyrène		µg/kg MS	1 044	2400	< 10	450	210	3560		
Di-benzo(ah)anthracène		µg/kg MS	230	< 800	< 10	70	10	410		
Benzo(ghi)pérylène		µg/kg MS	463	1100	< 10	280	50	1700		
Indénopyrène	µg/kg MS	767	900	< 10	300	40	1580			
<b>Somme HAP</b>		<b>mg/kg MS</b>	<b>29,3</b>	<b>&lt; 48,4</b>	<b>&lt; 0,24</b>	<b>&lt; 7,7</b>	<b>&lt; 5,4</b>	<b>&lt; 49,9</b>	<b>100</b>	<b>20</b>

Paramètre	Méthode	Unité	S5	S5 BIODE	S5 THERM	S5 SOLV	S5 STAB	S5 PHYTO	Objectifs n°1 (mg/kg)	Objectifs n°2 (mg/kg)
Silicium *		% MS	34,7	34,30	30,62	28,58	26,49	28,62		
Aluminium	Attaque perchlorique nitrique fluorhydrique	% MS	5,76	5,80	5,74	5,99	4,77	5,79		
Potassium		% MS	3,50	3,05	3,46	3,03	2,69	3,05		
Fer		% MS	2,13	2,00	2,24	2,07	1,64	2,06		
Sodium		% MS	0,91	1,27	0,88	1,00	0,67	0,86		
Calcium	Analyse ICP	% MS	0,35	0,18	0,16	0,19	0,16	0,18		
Magnésium		% MS	0,31	0,24	0,24	0,26	0,21	0,28		
Phosphore total		mg/kg MS	740	1800	720	694	2690	745		
Soufre total		mg/kg MS	166	212	166	200	1300	1200		
Azote total		mg/kg MS	< 2 000	1600	< 1000	1600	1200	2100		
Titane	Attaque perchlorique nitrique fluorhydrique	mg/kg MS	1650	1850	1620	1900	1335	1900		
Baryum		mg/kg MS	660	570	670	550	690	600		
Manganèse		mg/kg MS	660	640	920	745	660	745		
Cuivre		mg/kg MS	430	480	385	620	465	540	700	300
Rubidium		mg/kg MS	150	160	160	145	145	150		
Strontium	Analyse ICP	mg/kg MS	100	100	105	105	100	90		
Zinc		mg/kg MS	60	70	65	65	46	80	1 000	400
Cérium	ICP/MS	mg/kg MS	60	70	65	85	55	65		
Chrome		mg/kg MS	50	60	65	75	65	90	700	300
Pb, Zr, As **, Sn **, Sb **, V, La, Nd, Ni, Ga			< 50 mg/kg MS							
Mercure			< 20 mg/kg MS							
Autres éléments			< 10 mg/kg MS							

\* Fusion soude-nitrate de potassium

\*\* Minéralisation micro-ondes en eau régale

## Sol S5 : problématique "produits de traitement de bois"

---

L'analyse du contenu total du sol S5 met en évidence une pollution par des hydrocarbures aromatiques polycycliques relativement peu importante puisque la somme des 16 HAP de la liste prioritaire de l'USEPA est de l'ordre de 30 mg/kg MS, teneur proche de l'objectif de traitement n°2.

Cette même analyse effectuée sur le sol après traitement par biodégradation met en évidence une teneur résiduelle en HAP de l'ordre de 50 mg/kg de MS. On retrouve également un contenu total en HAP comparable pour le sol après traitement par phytoremédiation, ce qui laisse supposer une hétérogénéité de la pollution pour le sol S5. Ces deux traitements par voie biologique ne permettent pas un abattement suffisant pour atteindre l'objectif de traitement n°2.

Le traitement par voie thermique permet, lui, un fort abattement de la pollution en HAP puisque la teneur résiduelle de la plupart des HAP suivis est inférieure aux limites de détection de l'appareillage d'analyse utilisé.

Le traitement par extraction aux solvants permet également d'atteindre les deux objectifs de traitement fixés.

Enfin pour le traitement par stabilisation, dont l'objectif n'est pas d'éliminer la pollution mais de l'immobiliser, on observe une diminution des teneurs en HAP sans doute due à un effet de dilution provoqué par les ajouts de matière liés au procédé de traitement (plâtre par exemple). On observe également une augmentation des teneurs en phosphore total et en soufre total.

### **Essais de lixiviation (NF X 31-210)**

L'essai de lixiviation pris en référence comme test de potentiel polluant dans l'arrêté du 18 décembre 1992 relatif au stockage de classe 1 a été réalisé selon la procédure normalisée NF X 31-210. Cette procédure prévoit la mise en contact de 100 g de sol avec 1 l d'eau déminéralisée, puis un renouvellement à deux reprises de l'éluat par 1 l d'eau déminéralisée après 16 h de contact.

Les trois extraits ainsi obtenus sont immédiatement filtrés à 1,2 µm. Ils font ensuite l'objet d'une mesure du pH et de la conductivité avant d'être rassemblés en quantités équivalentes en un seul éluat moyen représentatif, sur lequel portent les analyses. Les paramètres visés dans le cadre de l'admissibilité des déchets et des terres polluées en centre de classe 1 ont été analysés. Ces résultats sont confrontés aux seuils dans le tableau ci-après.

Paramètre	Méthode	Unité	S5		S5 BIODE		S5 THERM		S5 SOLV		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
			Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	
Fraction soluble	NF T 90-029 (résidu sec 100-105 °C)	mg/l	102	3 269	124	4011	11	330,4	6	181,6	100 000
pH	NF T 90-008	-	7,2	-	6,57	-	6,92	-	7,05	-	-
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20°C)	24,7	-	138,5	-	35	-	19	-	-
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l	2,6	83,3	10,2	330	3,2	96,1	5	151,35	700
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	< 0,01	< 0,3	< 0,01	< 0,3	0,033	0,99	0,018	0,545	100
<b>HAP (16)</b>											
Naphtalène		µg/l	0,03	0,001	< 0,5	< 0,015	< 0,02	< 0,0006	0,27	0,0082	
Acénaphthylène		µg/l	0,06	0,002	< 3	< 0,09	< 0,12	< 0,0036	< 0,12	< 0,0036	
Acénaphthène		µg/l	0,06	0,002	< 0,15	< 0,0045	< 0,01	< 0,0003	< 0,01	< 0,0003	
Fluorène		µg/l	0,05	0,002	< 0,25	< 0,0075	0,01	0,0003	0,03	0,0009	
Phénanthrène		µg/l	0,03	0,001	< 0,25	< 0,0075	0,04	0,0012	0,08	0,0024	
Anthracène		µg/l	0,02	0,001	< 0,25	< 0,0075	< 0,01	< 0,0003	0,09	0,0027	
Fluoranthène		µg/l	0,75	0,024	0,4	0,012	< 0,01	< 0,0003	0,24	0,0073	
Pyrène		µg/l	0,30	0,01	0,3	0,009	< 0,01	< 0,0003	0,18	0,0054	
Benzo(a)anthracène	Voir protocole p 576	µg/l	0,25	0,008	0,2	0,006	< 0,01	< 0,0003	0,17	0,0051	
Chrysène		µg/l	0,16	0,005	< 0,25	< 0,0075	< 0,01	< 0,0003	0,15	0,0045	
Benzo(b)fluoranthène		µg/l	0,24	0,008	0,4	0,012	< 0,01	< 0,0003	0,27	0,0082	
Benzo(k)fluoranthène		µg/l	0,24	0,008	0,5	0,015	< 0,01	< 0,0003	0,22	0,0067	
Benzo(a)pyrène		µg/l	0,15	0,005	0,2	0,006	< 0,01	< 0,0003	0,15	0,0045	
Di-benzo(ah)anthracène		µg/l	0,01	0,0003	< 0,5	< 0,015	< 0,02	< 0,0006	< 0,02	< 0,0006	
Benzo(ghi)pérylène		µg/l	0,05	0,002	< 0,5	< 0,015	< 0,02	< 0,0006	0,04	0,0012	
Indénopyrène		µg/l	0,05	0,002	< 0,5	< 0,015	< 0,02	< 0,0006	0,05	0,0015	
<b>Somme HAP</b>		<b>µg/l</b>	<b>2,45</b>	<b>0,0785</b>	<b>&lt; 8,15</b>	<b>&lt; 0,263</b>	<b>&lt; 0,340</b>	<b>&lt; 0,0102</b>	<b>&lt; 2,09</b>	<b>&lt; 0,0633</b>	

Paramètre	Méthode	Unité	S5		S5 BIODE		S5 THERM		S5 SOLV		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
			Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	< 0,01	< 0,32	< 0,01	< 0,32	< 0,01	< 0,300	< 0,01	< 0,303	5
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	-	-	< 0,005	< 0,16	< 0,005	< 0,150	< 0,005	< 0,151	5
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,06	0,007	0,224	0,002	0,060	0,007	0,212	50
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	0,005	0,16	< 0,002	< 0,065	0,018	0,541	0,011	0,333	50
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,016	0,51	0,130	4,204	0,054	1,622	0,047	1,423	250
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,065	< 0,002	< 0,060	< 0,002	< 0,061	25
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,065	< 0,002	< 0,060	< 0,002	< 0,061	50
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,013	0,42	0,025	0,808	< 0,005	< 0,150	< 0,005	< 0,151	10
Mercure	NF EN 1483	mg/l	< 0,0002	< 0,006	< 0,0002	< 0,0065	< 0,0002	< 0,006	< 0,0002	< 0,006	5
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	2	64,1	2,4	77,62	2,5	75,100	8	242,160	
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	1,7	54,5	1,6	51,74	< 1	< 30,040	< 1	< 30,270	

Caractérisation des sol S5, S5 BIODE, S5 THERM et S5 SOLV - Essai de lixiviation NF X 31-210 (page 2/2)

Paramètre	Méthode	Unité	S5		S5 STAB		S5 PHYTO		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
			Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	
Fraction soluble	NF T 90-029 (résidu sec 100-105 °C)	mg/l	102	3 269	35	1171	121	4008,8	100 000
pH	NF T 90-008	-	7,2	-	7,28	-	6,7	-	-
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20°C)	24,7	-	18	-	197	-	-
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l	2,6	83,3	3,4	113,7	5,4	179	700
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	< 0,01	< 0,3	0,027	0,903	< 0,01	0,33	100
<b>HAP (16)</b>									
Naphtalène		µg/l	0,03	0,001	0,02	0,001	< 0,02	< 0,001	
Acénaphthylène		µg/l	0,06	0,002	< 0,12	< 0,004	< 0,12	< 0,004	
Acénaphène		µg/l	0,06	0,002	< 0,01	< 0,000	0,04	0,001	
Fluorène		µg/l	0,05	0,002	< 0,01	< 0,000	0,01	0,000	
Phénanthrène		µg/l	0,03	0,001	0,08	0,003	0,10	0,003	
Anthracène		µg/l	0,02	0,001	0,04	0,001	0,07	0,002	
Fluoranthène		µg/l	0,75	0,024	0,31	0,010	0,66	0,022	
Pyrène		µg/l	0,30	0,01	0,26	0,009	0,57	0,019	
Benzo(a)anthracène	Voir protocole p 576	µg/l	0,25	0,008	0,18	0,006	0,43	0,014	
Chrysène		µg/l	0,16	0,005	0,15	0,005	0,40	0,013	
Benzo(b)fluoranthène		µg/l	0,24	0,008	0,29	0,010	0,83	0,027	
Benzo(k)fluoranthène		µg/l	0,24	0,008	0,32	0,011	0,77	0,026	
Benzo(a)pyrène		µg/l	0,15	0,005	0,17	0,006	0,45	0,015	
Di-benzo(ah)anthracène		µg/l	0,01	0,0003	< 0,02	< 0,001	0,05	0,002	
Benzo(ghi)pérylène		µg/l	0,05	0,002	0,06	0,002	0,20	0,007	
Indénopyrène		µg/l	0,05	0,002	0,05	0,002	0,22	0,007	
<b>Somme HAP</b>		<b>µg/l</b>	<b>2,45</b>	<b>0,0785</b>	<b>&lt; 2,09</b>	<b>&lt; 0,070</b>	<b>&lt; 4,94</b>	<b>&lt; 0,164</b>	

**Caractérisation des sol S5, S5 STAB et S5 PHYTO - Essai de lixiviation NF X 31-210 (page 1/2)**

Paramètre	Méthode	Unité	S5		S5 STAB		S5 PHYTO		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
			Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	< 0,01	< 0,32	< 0,01	< 0,335	< 0,01	< 0,331	5
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	-	-	< 0,005	< 0,167	< 0,005	< 0,166	5
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,067	< 0,002	< 0,066	50
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	0,005	0,16	0,020	0,669	< 0,002	< 0,066	50
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,016	0,51	0,084	2,810	0,191	6,328	250
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,067	< 0,002	< 0,066	25
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,067	< 0,002	< 0,066	50
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,013	0,42	< 0,005	0,167	< 0,005	< 0,166	10
Mercure	NF EN 1483	mg/l	< 0,0002	< 0,006	< 0,0002	< 0,007	< 0,0002	< 0,007	5
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	2	64,1	1,5	50,2	61	2021	
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	1,7	54,5	< 1	< 33	1	33	

**Caractérisation des sol S5, S5 STAB et S5 PHYTO - Essai de lixiviation NF X 31-210 (page 2/2)**

## Sol S5 : problématique "produits de traitement de bois"

---

L'analyse du lixiviat obtenu sur le sol S5 ne met pas en évidence de fractions lixiviables importantes que ce soit pour les HAP ou pour les autres composés suivis.

Le traitement par biodégradation modifie peu les fractions lixiviables à l'exception du carbone organique dont la fraction lixiviable augmente et dans une moindre mesure pour le zinc ; les fractions lixiviables restant toutefois inférieure au seuil d'admissibilité de la classe 1.

En ce qui concerne le traitement thermique, il permet de diminuer nettement la fraction lixiviable en HAP, les concentrations en solution de la plupart des HAP étant inférieures aux limites de détection de l'appareillage utilisé. Pour le plomb et le zinc, on observe une légère augmentation de la fraction lixiviable pouvant résulter d'une modification de la matrice.

Les traitements par solvant ou par solidification modifient peu la fraction lixiviable des différents composés suivis.

Concernant le sol traité par phytoextraction, on observe dans une fraction lixiviable en HAP supérieure à celle observée pour le sol avant traitement. Ceci est probablement dû d'une part à l'hétérogénéité de la pollution (mise en évidence par l'analyse du contenu total en HAP sur solide) et d'autre part par une possible augmentation de la disponibilité des HAP à la suite d'une modification de la matrice solide au cours du traitement. On observe également une augmentation de la fraction lixiviable en cuivre, celle-ci étant toutefois très inférieure au seuil d'acceptation en classe 1.

### **Essais de percolation**

#### **Objectifs**

Le relargage en polluants à l'équilibre local des sols pollués compactés et saturés en eau a été étudié à l'aide d'un dispositif en colonne, selon un protocole inspiré des normes européennes en cours de développement pour les déchets. L'étude porte sur la dynamique du relargage par percolation d'eau déminéralisée au travers des sols pollués.

### **Procédure d'essais**

Le compactage est réalisé en dix couches de 4 à 5 cm d'épaisseur. L'énergie de compactage est transmise par la chute d'une charge de 950 g depuis une hauteur fixée à 28 cm, sur un disque recouvrant toute la surface de la colonne. Le nombre de chutes est maintenu à trois (après aplanissement de la surface à compacter) pour toutes les couches.

L'essai a été effectué avec 5,53 kg de sol S5 tamisé à 20 mm (ce qui correspond à 5,0 kg de sol sec) dans une colonne de 10 cm de diamètre alimentée par le bas à débit constant d'environ 20 ml/h, soit  $0,1 \text{ L/S.j}^{-1}$ .

Les percolats ont été recueillis au sommet de la colonne après une période de saturation de 72 heures. Les percolats recueillis après renouvellement de l'eau, permettant de suivre la dynamique du relargage, correspondent aux rapports liquide / solide cumulés de 0,5 ; 1,0 et 2,0.

Analyses des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n° 1 (mg/l)	Objectifs n° 2 (mg/l)
pH	NF T 90-008		6,4	7,6	6,1			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20 °C)	176	70	34			
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l	35,4	33,7	20,4	55	70	-
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,02	0,5	0,1
<b>HAP (16)</b>								
Naphtalène		µg/l	0,341	< 0,08	0,32	< 0,00053		
Acénaphthylène		µg/l	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,00100		
Acénaphène		µg/l	< 0,02	< 0,02	0,36	< 0,00038		
Fluorène		µg/l	< 0,04	0,19	0,15	< 0,00027		
Phénanthrène		µg/l	0,34	1,2	0,34	0,00111		
Anthracène		µg/l	0,576	0,93	0,5	0,00125		
Fluoranthène		µg/l	4,93	9,56	4,49	0,01174		
Pyrène		µg/l	2,61	5,38	2,7	0,00670		
Benzo(a)Anthracène		µg/l	1,2	2,05	1,0	0,00263		
Chrysène		µg/l	1,13	1,99	1,0	0,00256		
Benzo(b)fluoranthène		µg/l	2,42	4,05	2,47	0,00571		
Benzo(k)fluoranthène		µg/l	2,39	4,03	2,28	0,00549		
Benzo(a)pyrène		µg/l	1,95	2,86	1,76	0,00417		
Di-benzo(ah)anthracène		µg/l	0,13	0,16	0,11	0,00026		
Benzo(ghi)pérylène		µg/l	0,85	1,12	0,73	0,00172		
Indénopyrène		µg/l	0,88	1,06	0,66	0,00163		
<b>Somme HAP</b>		<b>mg/l</b>	<b>&lt; 0,02</b>	<b>0,035</b>	<b>0,02</b>	<b>&lt; 0,0475</b>	0,02	0,0002

Caractérisation initiale du sol S5 - Essai de percolation (page 1/2)

Analyses des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n° 1 (mg/l)	Objectifs n° 2 (mg/l)
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,02	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	0,007	0,011	0,009	0,02	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	<b>0,055</b>	<b>0,122</b>	< 0,15	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,255	0,070	0,085	0,25	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	0,005	0,004	0,002	0,01	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,008	0,020	0,016	0,03	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	<b>0,439</b>	<b>0,362</b>	0,275	0,68	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,016	0,006	0,004	0,02	0,3	
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l	0,0004	0,0013	0,00095	0,0018	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	67	16	6	0,04750	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	5,4	< 1	< 1	< 0,00420	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l	< 1	< 1	< 1	< 0,00200	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l	0,09	< 0,05	< 0,05	< 0,00012	25	4

Caractérisation initiale du sol S5 - Essai de percolation (page 2/2)

Analyses des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n° 1 (mg/l)	Objectifs n° 2 (mg/l)
pH	NF T 90-008		6,34	6,90	7,20			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20 °C)	1434	536	267			
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l	<b>128,5</b>	60,5	60,8	155	70	-
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,02	0,5	0,1
<b>HAP (16)</b>								
Naphtalène		µg/l	0,04	0,1	0,15	0,00022		
Acénaphthylène		µg/l	< 0,12	< 0,12	< 0,12	< 0,00024		
Acénaphène		µg/l	0,03	0,09	0,18	0,00024		
Fluorène		µg/l	< 0,01	< 0,01	0,02	< 0,00003		
Phénanthrène		µg/l	0,01	0,06	0,16	0,000195		
Anthracène		µg/l	0,04	0,23	0,56	0,000695		
Fluoranthène		µg/l	0,08	1,03	2,62	0,003175		
Pyrène		µg/l	0,07	0,81	2,06	0,00250		
Benzo(a)Anthracène		µg/l	0,08	0,52	1,27	0,00157		
Chrysène		µg/l	0,05	0,42	1,04	0,001275		
Benzo(b)fluoranthène		µg/l	0,30	1,12	2,67	0,00338		
Benzo(k)fluoranthène		µg/l	0,35	1,51	3,50	0,00443		
Benzo(a)pyrène		µg/l	0,24	0,97	2,18	0,002785		
Di-benzo(ah)anthracène		µg/l	< 0,02	0,07	0,14	< 0,000185		
Benzo(ghi)pérylène		µg/l	0,10	0,35	0,71	0,000935		
Indénopyrène		µg/l	0,10	0,37	0,74	0,000975		
<b>Somme HAP</b>		<b>mg/l</b>	<b>≤ 0,0016</b>	<b>≤ 0,0078</b>	<b>≤ 0,018</b>	<b>&lt; 0,023</b>	0,02	0,0002

Caractérisation du sol S5 BIODE – Essai de percolation (page 1/2)

Analyses des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n° 1 (mg/l)	Objectifs n° 2 (mg/l)
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	< 0,02	< 0,02	0,024	0,0240	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	-	-	-	-		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	0,042	<u>0,070</u>	<u>0,105</u>	0,161	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	<u>0,088</u>	0,024	0,0680	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,150	0,152	0,268	0,4190	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	<u>0,460</u>	<u>0,278</u>	<u>0,304</u>	0,6730	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	<b>2,744</b>	<b>2,500</b>	<b>2,956</b>	5,578	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,001	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,039	0,015	0,024	0,051	0,3	
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l	0,0037	0,0135	0,0207	0,0293	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	63,5	16,6	5,3	45,3	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	2,5	1,4	< 1	2,9	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l	<b>1366</b>	<u>245,5</u>	70,9	876	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l	<b>50,8</b>	<u>17,3</u>	<u>10,5</u>	44,5	25	4

Analyses des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n° 1 (mg/l)	Objectifs n° 2 (mg/l)
pH	NF T 90-008		7,65	7,7	7,2			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20 °C)	1214	251	121			
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l	14,7	9	3,3	15,2	70	-
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,02	0,5	0,1
<b>HAP (16)</b>								
Naphtalène	Voir protocole p 576	µg/l	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
Acénaphthylène		µg/l	< 0,12	< 0,12	< 0,12	< 0,00024		
Acénaphène		µg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Fluorène		µg/l	0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Phénanthrène		µg/l	0,07	0,02	0,03	0,00008		
Anthracène		µg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Fluoranthène		µg/l	0,03	< 0,01	< 0,01	< 0,00003		
Pyrène		µg/l	0,02	< 0,01	< 0,01	< 0,00003		
Benzo(a)Anthracène		µg/l	0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Chrysène		µg/l	0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Benzo(b)fluoranthène		µg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Benzo(k)fluoranthène		µg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Benzo(a)pyrène		µg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Di-benzo(ah)anthracène		µg/l	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
Benzo(ghi)pérylène		µg/l	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
Indénopyrène		µg/l	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
<b>Somme HAP</b>		<b>mg/l</b>	< 0,0004	< 0,00032	< 0,00033	< 0,00069	0,02	0,0002

Analyses des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	<u>0,146</u>	<u>0,054</u>	0,036	0,136	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,010		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	0,023	0,005	< 0,002	< 0,016	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	0,01	< 0,002	<b>&lt; 0,002</b>	< 0,008	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,130	0,030	< 0,002	< 0,082	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	0,038	0,006	< 0,002	< 0,024	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,019	0,015	0,013	0,030	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,026	0,030	0,016	0,044	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,010	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	<b>0,446</b>	0,047	0,011	0,258	0,3	
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l	< 0,0002	< 0,0002	< 0,0002	< 0,0004	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	<u>492</u>	46	94	363	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	19	< 1	< 1	< 11	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l	< 1	< 1	< 1	< 2	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l	3,56	1,5	0,49	3,02	25	4

Caractérisation du sol S5 THERM - Essai de percolation (page 2/2)

Analyses des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n° 1 (mg/l)	Objectifs n° 2 (mg/l)
pH	NF T 90-008		7,9	7,7	7,5			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20 °C)	618	273	148			
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l	30,9	19,5	16,7	41,9	70	-
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,02	0,5	0,1
<b>HAP (16)</b>								
Naphtalène		µg/l	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
Acénaphthylène		µg/l	< 0,12	< 0,12	< 0,12	< 0,00024		
Acénaphène		µg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Fluorène		µg/l	< 0,01	< 0,01	0,01	< 0,00002		
Phénanthrène		µg/l	0,05	0,04	0,07	0,00012		
Anthracène		µg/l	0,04	0,05	< 0,01	< 0,00006		
Fluoranthène		µg/l	0,09	0,07	0,03	0,00011		
Pyrène		µg/l	0,04	0,04	0,02	0,00006		
Benzo(a)Anthracène		µg/l	0,03	0,03	0,01	0,00004		
Chrysène		µg/l	0,03	0,03	0,01	0,00004		
Benzo(b)fluoranthène		µg/l	0,04	0,06	< 0,01	< 0,00006		
Benzo(k)fluoranthène		µg/l	0,03	0,05	< 0,01	< 0,00005		
Benzo(a)pyrène		µg/l	0,02	0,02	< 0,01	< 0,00003		
Di-benzo(ah)anthracène		µg/l	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
Benzo(ghi)pérylène		µg/l	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
Indénopyrène		µg/l	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
<b>Somme HAP</b>		<b>mg/l</b>	<b>≤ 0,0006</b>	<b>≤ 0,0006</b>	<b>≤ 0,0004</b>	<b>&lt; 0,001</b>	0,02	0,0002

Caractérisation du sol S5 SOLV - Essai de percolation (page 1/2)

Analyses des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	0,020	< 0,01	< 0,01	< 0,025	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	<0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,010		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	0,004	0,005	0,003	0,008	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	0,003	< 0,002	< 0,002	< 0,005	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,060	0,023	0,048	0,090	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	0,007	0,010	0,004	0,013	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,016	0,011	0,013	0,027	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,134	0,125	0,100	0,230	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,010	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,002	0,005	< 0,002	0,006	0,3	
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l	< 0,0002	0,0002	< 0,0006	< 0,0008	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	100	40	11	81	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	5,7	1,5	1,3	5	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l	32	< 1	< 1	< 18	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,10	25	4

Analyses des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n° 1 (mg/l)	Objectifs n° 2 (mg/l)
pH	NF T 90-008		7,23	6,95	6,97			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20 °C)	113	142	109			
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l	2,9	1,6	1,1	3,4	70	-
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	0,02	0,5	0,1
<b>HAP (16)</b>								
Naphtalène		µg/l	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
Acénaphthylène		µg/l	< 0,12	< 0,12	< 0,12	< 0,00024		
Acénaphène		µg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Fluorène		µg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Phénanthrène		µg/l	0,07	0,04	0,03	0,00009		
Anthracène		µg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,00002		
Fluoranthène		µg/l	0,03	0,01	< 0,01	< 0,00003		
Pyrène		µg/l	0,02	< 0,01	< 0,01	< 0,00003		
Benzo(a)Anthracène		µg/l	0,02	0,01	< 0,01	< 0,00003		
Chrysène		µg/l	0,02	0,01	< 0,01	< 0,00003		
Benzo(b)fluoranthène		µg/l	0,04	0,04	0,01	0,00005		
Benzo(k)fluoranthène		µg/l	0,06	0,02	0,01	0,00005		
Benzo(a)pyrène		µg/l	0,03	0,01	< 0,01	< 0,00003		
Di-benzo(ah)anthracène		µg/l	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
Benzo(ghi)pérylène		µg/l	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
Indénopyrène		µg/l	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,00004		
	Voir protocole p 576							

Analyses des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,020	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,010		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	0,006	< 0,002	< 0,002	< 0,006	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,040	0,060	0,070	0,120	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	0,006	< 0,005	< 0,011	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	<b>0,050</b>	<b>0,017</b>	<b>0,007</b>	0,041	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,010	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,004	< 0,002	< 0,002	< 0,005	0,3	
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l	<u>0,001</u>	< 0,0002	< 0,0002	< 0,0008	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	11	21	18	34	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	< 1	< 1	< 1	< 2	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l	< 1	< 1	< 1	< 2	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l	< 0,05	< 0,05	< 0,005	< 0,06	25	4

Analyses des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n° 1 (mg/l)	Objectifs n° 2 (mg/l)
pH	NF T 90-008		4,89	5,31	7,91			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20 °C)	5990	2080	156			
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l	49,2	41,4	32,6	77,9	70	-
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	0,02	0,5	0,1
<b>HAP (16)</b>								
Naphtalène		µg/l	< 0,02	< 0,02	< 0,02	0,00004		
Acénaphthylène		µg/l	< 0,12	< 0,12	< 0,12	0,00024		
Acénaphène		µg/l	< 0,01	0,02	0,07	0,00009		
Fluorène		µg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	0,00002		
Phénanthrène		µg/l	0,02	0,06	0,12	0,00016		
Anthracène		µg/l	0,01	0,03	0,15	0,00017		
Fluoranthène		µg/l	< 0,01	0,20	1,37	0,00148		
Pyrène		µg/l	< 0,01	0,18	1,18	0,00128		
Benzo(a)Anthracène		µg/l	0,02	0,19	1,02	0,00113		
Chrysène		µg/l	< 0,01	0,18	0,89	0,00099		
Benzo(b)fluoranthène		µg/l	0,03	0,48	2,04	0,00230		
Benzo(k)fluoranthène		µg/l	0,02	0,40	1,95	0,00216		
Benzo(a)pyrène		µg/l	< 0,02	0,25	1,15	0,00129		
Di-benzo(ah)anthracène		µg/l	< 0,02	0,02	0,10	0,00012		
Benzo(ghi)pérylène		µg/l	< 0,02	0,12	0,47	0,00054		
Indénopyrène		µg/l	< 0,02	0,12	0,46	0,00053		
<b>Somme HAP</b>		<b>mg/l</b>	<b>&lt; 0,0004</b>	<b>&lt; 0,0024</b>	<b>&lt; 0,0111</b>	<b>0,0125</b>	<b>0,02</b>	<b>0,0002</b>

Caractérisation du sol S5 PHYTO - Essai de percolation (page 1/2)

Analyses des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n° 1 (mg/l)	Objectifs n° 2 (mg/l)
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	0,012	< 0,01	< 0,01	< 0,02	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01		
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	0,014	0,017	0,010	0,03	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	0,008	< 0,002	< 0,002	< 0,01	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	<u>3,47</u>	1,07	0,038	2,31	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	0,006	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	<u>0,119</u>	0,033	< 0,002	< 0,08	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	0,01	0,014	0,02	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	<b>6,63</b>	<b>1,65</b>	<b>0,362</b>	4,50	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,3	
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	<b>0,521</b>	0,158	0,003	0,34	0,3	
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l	< 0,0002	<u>0,0012</u>	0,0008	0,002	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	<b>3403</b>	<u>778</u>	11	2101,5	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	10,3	4	< 1	< 8,2	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l	33,4	4,5	< 1	< 20,0	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l	<b>680</b>	<b>224</b>	<u>14,5</u>	466,5	25	4

## Sol S5 : problématique "produits de traitement de bois"

---

L'analyse des percolats obtenus sur le sol S5 met en évidence une concentration en HAP totaux de l'ordre de l'objectif de traitement n°1, soit 0,02 mg/l. On note également des concentrations en cuivre supérieures aux objectifs de traitement n°1 et des concentrations en mercure et en plomb supérieures aux objectifs de traitement n°2.

Après traitement par biodégradation, on remarque une diminution des concentrations en HAP totaux dans les deux premiers éluats issus des essais de percolation, ces concentrations étant comprises entre les deux objectifs de traitement. On observe également une forte augmentation des concentrations en carbone organique dissous, en arsenic, en mercure, en cuivre, en nitrates et en azote ammoniacal. Ces augmentations peuvent être dues soit à des ajouts de composés liés au procédé de traitement soit à une modification de la structure de la matrice au cours du traitement, rendant plus mobiles certains composés.

En ce qui concerne le sol traité par désorption thermique, on observe une nette diminution des concentrations en solution pour les HAP suivis. Pour la plupart de ces composés, les concentrations en solution sont inférieures aux seuils de quantification et la somme des 16 HAP est de l'ordre de grandeur de l'objectif de traitement n°2. Cependant on observe une augmentation nette des concentrations en cyanures, en chrome total, en cobalt, en chlorures et en azote ammoniacal. Pour ces composés les concentrations en solutions sont supérieures ou de l'ordre des objectifs de traitement n°2, excepté pour le cobalt dont la concentration dans le premier percolat est supérieure à l'objectif de traitement n°1. Ces augmentations peuvent être dues à des modifications de la matrice solide au cours du traitement rendant les composés plus mobiles.

L'essai de percolation sur le sol S5 après traitement par extraction aux solvants met en évidence une diminution des concentrations en HAP dans la phase aqueuse par rapport aux percolats obtenus pour le sol non traité. Pour le sol traité, la somme des concentrations en HAP est de l'ordre de 2 à 3 fois le seuil définis pour l'objectif de traitement n°2. On observe également une diminution des concentrations pour le cuivre et le zinc, mais une augmentation pour les nitrates (1<sup>er</sup> percolat), les sulfates et dans une moindre mesure pour les cyanures. A l'exception des HAP, tous les composés suivis sont à des concentrations inférieures aux objectifs de traitement n°2.

Pour le sol S5 traité par stabilisation, on remarque une diminution des concentrations en HAP, la somme des concentrations en HAP étant de l'ordre de 1 à 3 fois le seuil définis pour l'objectif de traitement n°2. On observe également une stabilisation du cuivre et du zinc, ces composés étant moins mobiles que dans la matrice non traitée. Globalement, exceptés les HAP, tous les composés suivis sont à des concentrations inférieures aux objectifs de traitement n°2.

En ce qui concerne les percolats obtenus sur le sol traité par phytoremédiation, on remarque une diminution des concentrations en HAP. Cette diminution est nette sur les deux premiers éluats, cependant les concentrations totales en HAP du troisième éluat sont du même ordre de grandeur pour le sol traité et non traité. On observe une nette augmentation des concentrations pour l'azote ammoniacal, les sulfates, le cobalt, le cuivre, le nickel et le zinc. Pour ces composés, les concentrations dépassent les objectifs de traitement n°1, excepté pour le nickel dont la concentration est inférieure à ce seuil. On note également une augmentation des concentrations en nitrate et chlorures, cependant ces concentrations restent inférieures aux objectifs de traitement n°2.

### Résultats des essais d'écotoxicité

#### Effet de S5, S5 BIODE, S5 THERM, S5 SOLV, S5 STAB et S5 PHYTO sur l'émergence et la croissance des végétaux supérieurs (norme ISO 11 269-2 Annexe B)

Les essais ont été réalisés sur des semences d'orge (*Hordeum vulgare*) et de cresson (*Lepidium sativum*).

Écotoxicité du sol S5			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	90 %	90 %
	LOEC	27,8 %	50 %
Inhibition de la croissance	LOEC	50 %	90 %
	CE 50	80,5 %	74 %

Un effet significatif du sol S5 est observé sur la germination de l'orge et du cresson à 100 % d'apport et sur la croissance de l'orge et du cresson à partir de 50 % pour l'orge et 90 % pour le cresson. La phytotoxicité de ce sol reste cependant relativement faible puisque les valeurs de CE 50 pour l'orge et le cresson sont estimées aux alentours de 80 % pour les deux semences.

On note qu'aux plus fortes concentrations testées (50 % et 90 %), des phénomènes de pigmentation sont constatés sur les végétaux testés.

## Sol S5 : problématique "produits de traitement de bois"

Écotoxicité du sol S5 BIODÉ			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	<11 %	90 %
Inhibition de la croissance	NOEC	90 %	90 %
	LOEC	* indéterminée	* indéterminée
	CE 50	> 90 %	> 90 %

L'échantillon de sol S5 BIODÉ ne présente pas d'effet inhibiteur significatif de la germination du cresson et de l'orge. On observe même pour l'orge un effet stimulant pour une dilution correspondant à 90 % du sol S5 BIODÉ.

Écotoxicité du sol S5 THERM			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	100 %	100 %
Inhibition de la croissance	NOEC	< 10 %	25 %
	LOEC	10 %	50 %
	CE 50	91 %	> 100 %

Le sol S5 après traitement thermique ne présente pas d'effet inhibiteur sur la germination de l'orge et du cresson, la CE50 n'étant jamais atteinte dans les conditions d'essais. En ce qui concerne la croissance, la CE50, pour l'orge, est atteinte à 91 %. Elle n'est pas atteinte pour le cresson. Cependant on observe pour les deux espèces une toxicité significative dès 75 % car les plants présentent un système racinaire très réduits et hors du sol. De pour la concentration 100 %, environ un tiers des semences ayant germé en début d'essai, ont ensuite dépéri.

Écotoxicité du sol S5 SOLV			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	100 %	100 %
Inhibition de la croissance	NOEC	< 10 %	10 %
	LOEC	10 %	25 %
	CE 50	91 %	> 100 %

Le sol S5 après traitement par lavage aux solvants ne présente pas d'effet inhibiteur sur la germination de l'orge et du cresson. En ce qui concerne la croissance de l'orge et du cresson, bien qu'un effet significatif soit observé dans les deux cas, la CE50 pour la croissance de l'orge est atteinte à 91 %, mais n'est pas atteinte pour le cresson.

On note qu'aux concentrations testées entre 25 % et 100 % le développement racinaire est très réduit lors de la croissance de l'orge.

## Sol S5 : problématique "produits de traitement de bois"

Écotoxicité du sol S5 STAB			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	100 %	100 %
Inhibition de la croissance	NOEC	< 10 %	25 %
	LOEC	10 %	50 %
	CE 50	96 %	> 100 %

Le sol S5 traité par stabilisation ne présente pas d'effet inhibiteur de la germination pour l'orge et le cresson, la CE 50 n'étant jamais atteinte.

L'effet inhibiteur est plus marqué sur la croissance de l'orge et dans un moindre effet sur le cresson. La CE 50 pour la croissance de l'orge est atteinte à 96 % mais n'est pas atteinte pour le cresson bien qu'un effet inhibiteur soit observé.

Écotoxicité du sol S5 PHYTO			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	44 %	< 20 %
Inhibition de la croissance	NOEC	30 %	44 %
	LOEC	44 %	*
	CE 50	77 %	*

\* Effet indéterminé : dose réponse non linéaire

Le sol S5 après l'essai de traitement par phytoremédiation présente un effet inhibiteur de la germination significatif pour l'orge et le cresson, la CE 50 est égale à 44 et 40 % respectivement pour l'orge et le cresson.

L'effet inhibiteur est également marqué sur la croissance de l'orge du cresson. La CE 50 pour la croissance de l'orge est atteinte à 77 %. Dans le cas de l'orge et pour les concentrations inférieures à 65 % une partie des racines est restée hors du sol.

### Écotoxicité du percolat de S5, S5 BIODE, S5 THERM, S5 SOLV, S5 STAB et S5 PHYTO

L'écotoxicité de la solution obtenue à l'issue de la percolation correspondant à un rapport liquide/solide cumulé de 2,0 a été caractérisée par quatre types d'essais. Les résultats de ces essais sont présentés ci-dessous :

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S5		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	53,3 % 35,7 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	31,5 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	3,2 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	Faible effet Absence d'effet

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol S5 se présente relativement écotoxique puisqu'il montre un effet significatif vis-à-vis de la luminescence de *Vibrio fischeri* avec une concentration de 50 % environ, la mobilité de *Daphnia magna* est inhibée en présence de 30 % de sol environ et 3 % de ce percolat suffit pour inhiber la croissance de 50 % de la population d'algue douce *Pseudokirchneriella subcapitata*. Enfin ce percolat ne présente qu'un très faible effet génotoxique sur la suspension bactérienne standard testée en absence d'activateur métabolique S9, cet effet disparaissant en présence de l'activateur.

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S5 BIODÉ		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	33,8 % 17,1 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	18,4 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	2,8 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	100 - 3 % 25 - 0,2

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol S5 BIODÉ présente une écotoxicité relativement forte puisqu'il montre un effet significatif vis-à-vis de la luminescence de *Vibrio fischeri* avec une concentration de 35 % environ, la mobilité de *Daphnia magna* est inhibée en présence de 18 % de percolat environ et 3 % de ce percolat suffit pour inhiber la croissance de 50 % de la population d'algue douce *Pseudokirchneriella subcapitata*. Enfin ce percolat présente un net effet génotoxique sur la suspension bactérienne standard testée en absence et en présence d'activateur métabolique S9.

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S5 THERM		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	> 75 % > 75 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	> 90 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	> 80 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	Absence d'effet 50 - 12,5 %

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol S5 THERM présente une écotoxicité aiguë relativement faible. Au cours des essais d'inhibition de la luminescence de *Vibrio fischeri*, la CE50 n'est jamais atteinte aussi bien en lecture à 15 min, qu'à 30 min. La détermination de l'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna* montre que la CE50 n'est jamais atteinte dans les conditions d'essais. On note cependant une inhibition de la mobilité de 40 % de la population pour une concentration de 90 % en percolat. Le percolat obtenu à partir du sol

## Sol S5 : problématique "produits de traitement de bois"

---

S5 après traitement thermique présente une écotoxicité chronique faible, la CE50 n'étant jamais atteinte au cours des essais d'inhibition de la population d'algue douce *Pseudokirchneriella subcapitata*. Enfin ce percolat présente un effet génotoxique sur une suspension bactérienne standard testée en présence d'activateur métabolique S9.

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S5 SOLV		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	> 75 % > 75 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	> 90 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	> 80 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	Absence 50 – 6 %

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol S5 après traitement par extraction aux solvants présente une faible écotoxicité aiguë. Au cours des essais d'inhibition de la luminescence de *Vibrio fischeri*, la CE50 n'est jamais atteinte aussi bien en lecture à 15 min, qu'à 30 min. La détermination de l'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna* montre une absence totale d'inhibition quelque soit la concentration en percolat testée et la CE50 n'est jamais atteinte dans les conditions d'essais. Le percolat obtenu à partir du sol S5 SOLV présente une écotoxicité chronique faible, la CE50 n'étant jamais atteinte au cours des essais d'inhibition de la population d'algue douce *Pseudokirchneriella subcapitata*. Enfin ce percolat présente un effet génotoxique sur une suspension bactérienne standard testée en présence d'activateur métabolique S9.

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S5 STAB		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	> 75 % > 75 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	> 90 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	> 80 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	Absence Absence

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol S5 STAB présente une faible écotoxicité aiguë. Au cours des essais d'inhibition de la luminescence de *Vibrio fischeri*, la CE50 n'est jamais atteinte aussi bien en lecture à 15 min, qu'à 30 min. Sur l'ensemble de la gamme de concentration testée (9,4 – 75 %), le taux d'inhibition reste inférieur à 2 %. La détermination de l'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna* montre une absence totale d'inhibition quelque soit la concentration en percolat testée et la CE50 n'est donc jamais atteinte dans les conditions d'essais. Le percolat obtenu à partir du sol S5 SOLV présente une écotoxicité chronique faible, la CE50 n'étant jamais atteinte au cours des essais d'inhibition de la population d'algue douce *Pseudokirchneriella subcapitata* et le taux d'inhibition étant inférieur à 4 % sur l'ensemble de la gamme de concentration testée (5-80 %). Enfin ce percolat ne présente pas d'effet génotoxique sur une suspension bactérienne standard testée en présence comme en absence d'activateur métabolique S9.

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S5 PHYTO		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	30,1 % 15 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h Essai daphnies CE50 48 h	NF EN ISO 6341	0,66 % 0,55 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	15,4 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	100 – 6 % 50 – 6 %

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol S5 après essais de traitement par phytoremédiation présente une écotoxicité relativement importante puisqu'il montre un effet significatif vis-à-vis de la luminescence de *Vibrio fischeri* à une concentration de 30 % environ (lecture 15 min), la mobilité de *Daphnia magna* est inhibée en présence de moins de 1 % du percolat et une concentration de 15 % suffit pour inhiber la croissance de 50 % de la population d'algue douce *Pseudokirchneriella subcapitata*. Enfin ce percolat présente un effet génotoxique significatif sur la suspension bactérienne standard testée en présence comme en absence d'activateur métabolique S9.

#### Objectif et contexte de l'opération

Afin de satisfaire la demande des équipes travaillant sur cette problématique, qui désiraient recevoir un sol de concentration en arsenic de l'ordre du %, le prélèvement de sol a été réalisé en un site sélectionné avec l'ADEME à partir d'éléments de mesure dont il disposait (cartographie des teneurs en arsenic et métaux) et après analyse préliminaire.

#### Matériel utilisé

- Prélèvements de sol : pelle mécanique.
- Criblage à 25 mm :
  - grille de concasseur à mailles carrées de 25 mm posée sur des tréteaux,
  - pelle.
- Stockage durant le transport : fûts de 60 l en acier à ouverture totale.

Lors des prélèvements, les personnes travaillant au criblage et à l'homogénéisation du sol étaient équipées de masques anti-poussières et de gants.

#### Opérations réalisées, dans l'ordre chronologique

- 1 Prélèvement du sol** : le sol a été prélevé à la pelle mécanique sur une hauteur d'environ 30 cm et sur une surface d'environ 2 x 4 m.
- 2 Criblage du sol** : le sol a été criblé à l'aide du godet de la pelle mécanique sur une grille de concasseur à mailles carrées de 25 mm posée sur des tréteaux. Ensuite, manuellement, les cailloux supérieurs à 25 mm ont été éliminés.  
  
Un second criblage a été réalisé lors de la première opération d'homogénéisation du sol afin d'éliminer la plus grosse partie des éléments compris entre 20 et 25 mm.
- 3 Homogénéisation du sol** : constitution d'un nouveau tas par reprise du tas existant, chaque nouvelle pelletée de sol étant versée sur le sommet du tas afin de garantir une répartition homogène. Cette opération a été réalisée deux fois.
- 4 Remplissage des fûts** : les 7 fûts ont été remplis en utilisant le principe du pelletage alterné. Tous les fûts ont été remplis à la pelle, en déposant chaque pelletée de sol

## Sol S6 : problématique "ancienne exploitation minière"

---

dans un fût différent de telle sorte que tous les fûts contenaient, à un instant t, le même nombre de pelletées de sol, ou une de plus. Chaque fût a été secoué afin de tasser au maximum le sol contenu et rempli jusqu'à environ 2 cm du bord afin de permettre la fermeture du sac plastique.

### Procédure d'échantillonnage secondaire du sol S6

- 1 Déversement du fût de 60 l < 20 mm sur une bâche plastique (usage unique) dans une salle ventilée au sol plan bétonné.
- 2 Quartage, prélèvement par pelletage alterné de 20 kg de sol.
- 3 Quartage des 20 kg et constitution d'échantillons pour analyses et essais par pelletage alterné :
  - 8 kg pour test de germination - croissance sur plantes,
  - 5 kg pour test de percolation en colonne,
  - 7 kg pour quartage supplémentaire.
- 4 Quartage et prélèvement par pelletage alterné de 500 g pour analyses et essais ; conservation des 6,5 kg restant pour essais supplémentaires éventuels et archivage.
- 5 Quartage des 500 g et constitution d'échantillons pour analyses et essais par pelletage alterné :
  - 100 g pour test de lixiviation X 31-210,
  - 100 g séchage à 50 °C, broyage et tamisage à 2,5 mm.
- 6 Homogénéisation et prélèvement par pelletages alternés successifs d'un échantillon de 1 g du sol sec, broyé et tamisé à 2,5 mm pour analyses panoramiques métaux, phosphore, azote, soufre totaux.

### Essais de traitement du sol S6

Les essais de traitement mis en œuvre sur le sol S6 concernent les techniques suivantes :

- traitement par tris physiques et lavage chimique,
- traitement par biolixiviation,
- stabilisation.

L'avancement des essais a été décrit d'une part dans le second rapport d'avancement des laboratoires (octobre 2000) et d'autre part, oralement en réunion d'avancement, le 10/11/2000 et le 21/06/2001, par les équipes en charge de ces essais qui sont respectivement :

- le BRGM,
- le LAEPSI et le BRGM,
- le SEPA / COGEMA.

L'échantillon de sol référencé S6 TRI, issu du traitement par lavage chimique a été adressé par le BRGM à POLDEN le 9 juillet 2001 pour faire l'objet d'une caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants. Le traitement a été réalisé par extraction en milieu basique.

L'échantillon de sol référencé S6 BIOLIX, issu du traitement par biolixiviation a été adressé par le BRGM à POLDEN le 7 août 2001 pour faire l'objet d'une caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants. Le traitement a été réalisé par percolation en condition anaérobie.

L'échantillon de sol référencé S6 STAB, issu du traitement par stabilisation physico-chimique a été adressé par le SEPA / COGEMA à POLDEN le 27 août 2001 pour faire l'objet d'une caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants. La stabilisation a été réalisée par l'ajout de chlorure ferrique dans des conditions de rapport molaire Fe/As de 3 et de plâtre à raison de 2 kg / kg de sol.

## Analyses sur solide - Sol S6

Paramètre	Méthode	Unité	S6	S6 TRI	S6 BIOLIX	S6 STAB	Objectifs n°1 (mg/kg MS)	Objectifs n°2 (mg/kg MS)
<b>COT</b>	Méthode Anne	g/kg MS	19,1	13,1	20,6	4,2		
Silicium *		% MS	20,3	21,60	21,53	4,60		
Fer	Attaque perchlorique	% MS	8,88	9,47	9,79	5,64		
Aluminium	nitrique	% MS	4,28	4,35	4,64	1,22		
Calcium	fluorhydrique	% MS	3,72	5,11	3,50	17,28		
Potassium		% MS	1,87	1,88	2,15	0,56		
Magnésium	Analyse ICP	% MS	0,59	0,71	0,62	0,35		
Sodium		% MS	0,10	0,13	0,17	3,58		
Phosphore total		mg/kg MS	267	170	820	225		
Soufre total		mg/kg MS	20 700	16 400	33 300	123 200		
Azote total		mg/kg MS	< 2 000	< 2 000	2 000	< 1 000		
Arsenic **		mg/kg MS	<b>27 700</b>	<b>5 600</b>	<b>25 000</b>	<b>8 600</b>	100	40
Cuivre		mg/kg MS	<b>1 705</b>	<b>1 850</b>	<b>2314</b>	<u>530</u>	700	300
Plomb	Attaque perchlorique	mg/kg MS	<b>799</b>	<u>670</u>	<u>653</u>	<u>190</u>	700	300
Titane	nitrique	mg/kg MS	767	865	675	260		
Manganèse	fluorhydrique	mg/kg MS	425	360	328	210		
Zinc		mg/kg MS	406	445	400	121	1 000	400
Bismuth	Analyse ICP	mg/kg MS	393	440	440	140		
Baryum	ICP/MS	mg/kg MS	332	410	364	118		
Antimoine		mg/kg MS	190	165	200	60		
Strontium		mg/kg MS	50	95	65	1900		
Cr, V, Zr, Ce, Rb, Ni, Nd, La, Co, Te	Teneur comprise entre 20 et 90 mg/kg MS			Teneur comprise entre 20 et 100 mg/kg MS		Teneur comprise entre 10 et 40 mg/kg MS		
Étain		mg/kg MS	< 50	< 50	< 50	< 50		
Mercure		mg/kg MS	< 20	< 20	< 20	< 20		
Autres éléments	< 10 mg/kg MS							

\* Fusion soude-nitrate de potassium

\*\* Minéralisation micro-ondes en eau régale

## Sol S6 : problématique "ancienne exploitation minière"

---

Le sol S6 présente une pollution en arsenic importante, de l'ordre de 27 g/kg de MS et dans une moindre mesure, une pollution en cuivre et plomb, la teneur de ces derniers composés étant supérieure aux objectifs de traitement n°1.

Le traitement par tri permet d'abattre plus de 75 % de la pollution en arsenic, cependant la teneur résiduelle en arsenic est largement supérieure aux objectifs de traitement n°1.

Le traitement par biolixiviation ne permet pas d'abattre significativement la pollution en arsenic.

En ce qui concerne le traitement par stabilisation, dont l'objectif n'est pas d'abattre la pollution mais d'immobiliser les polluants, on observe une nette diminution de la teneur en arsenic, sans à la suite d'un effet de dilution due aux ajouts de matière liés au procédé de traitement. On observe également une forte augmentation de la teneur en soufre et en strontium.

### **Essais de lixiviation (NF X 31-210) - Sols S6, S6 Tri, S6 BIOLIX et S6 STAB**

L'essai de lixiviation pris en référence comme test de potentiel polluant dans l'arrêté du 18 décembre 1992 relatif au stockage de classe 1 a été réalisé selon la procédure normalisée NF X 31-210. Cette procédure prévoit la mise en contact de 100 g de sol avec 1 l d'eau déminéralisée, puis un renouvellement à deux reprises de l'éluat par 1 l d'eau déminéralisée après 16 h de contact.

Les trois extraits ainsi obtenus sont immédiatement filtrés à 0,45 µm. Ils font ensuite l'objet d'une mesure du pH et de la conductivité avant d'être rassemblés en quantités équivalentes en un seul éluat moyen représentatif, sur lequel portent les analyses. Les paramètres visés dans le cadre de l'admissibilité des déchets et des terres polluées en centre de classe 1 ont été analysés. Ces résultats sont confrontés aux seuils dans le tableau ci-après.

Paramètre	Méthode	Unité	S6		S6 TRI		S6 BIOLIX		S6 STAB		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
			Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	
Fraction soluble	NF T 90-029 (résidu sec 100-105 °C)	mg/l	2 299	78 835	84	2544	1235	37922	4750	<b>186 640</b>	100 000
pH	NF T 90-008	-	7,07	-	8,9	-	7,0	-	7,8	-	-
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20°C)	2 076	-	138	-	1458	-	6880	-	-
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l	1,4	48	1,6	48,4	3,3	101,3	1,2	47,2	700
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	< 0,01	< 0,34	< 0,01	< 0,30	< 0,01	< 0,31	< 0,01	< 0,39	100
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	0,016	0,55	0,141	4,27	0,127	3,90	0,141	<b>5,54</b>	5
Chrome hexavalent	NF T 90-043		< 0,005	< 0,17	< 0,005	< 0,151	< 0,005	< 0,15	< 0,005	< 0,2	5
Chrome total	NF EN ISO 11885		< 0,002	< 0,07	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,08	50
Plomb	NF EN ISO 11885		0,003	0,10	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,08	50
Zinc	NF EN ISO 11885		0,199	6,82	0,019	0,58	0,096	2,95	0,036	1,41	250
Cadmium	NF EN ISO 11885		0,002	0,07	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,06	< 0,002	< 0,08	25
Nickel	NF EN ISO 11885		0,017	0,58	< 0,002	< 0,06	0,010	0,31	< 0,002	< 0,08	50
Arsenic	NF EN ISO 11885		0,137	4,70	0,917	<b>27,8</b>	9,7	<b>297,9</b>	0,041	1,61	10
Mercure	NF EN 1483		< 0,0002	< 0,007	< 0,0002	< 0,006	< 0,0002	< 0,006	< 0,0002	< 0,008	5
Sulfates	NF EN ISO 10304		1 139	39 057	31	938,7	867	26622	1610	63261	-
Chlorures	NF EN ISO 10304		6,5	223	1,6	48,5	1,6	49,1	1560	61296	-

Caractérisation du sol S6 avant et après traitements - Essai de lixiviation NF X 31-210

## Sol S6 : problématique "ancienne exploitation minière"

---

Les résultats du test X31-210 appliqué au sol S6 montrent que pour l'ensemble des composés suivis, la fraction lixiviable est inférieure aux seuils d'acceptation en classe 1. cependant on note une fraction soluble importante.

Les analyses des lixiviats obtenu sur le sol après traitement par tri mettent en évidence une nette augmentation des fractions lixiviable en cyanures (de l'ordre du seuil d'acceptation en classe 1) et en arsenic (supérieur au seuil de la classe 1).

En ce qui concerne le sol traité par biolixiviation, on observe également une nette augmentation des fractions lixiviables en cyanures et en arsenic ainsi qu'en sulfates.

Le traitement par stabilisation permet de réduire la fraction lixiviable d'arsenic et de zinc. En revanche, on note une augmentation de la fraction soluble et de la fraction lixiviable des cyanures totaux, ces fractions dépassant alors le seuil d'acceptation pour la classe 1. On observe également une fraction lixiviable importante pour les sulfates et les chlorures.

### **Essais de percolation - Sols S6, S6 Tri,S6 BIOLIX et S6 STAB**

#### **Objectifs**

Le relargage en polluants à l'équilibre local des sols pollués compactés et saturés en eau a été étudié à l'aide d'un dispositif en colonne, selon un protocole inspiré des normes européennes en cours de développement pour les déchets. L'étude porte sur la dynamique du relargage par percolation d'eau déminéralisée au travers des sols pollués.

#### **Procédure d'essais**

Le compactage est réalisé en dix couches de 4 à 5 cm d'épaisseur. L'énergie de compactage est transmise par la chute d'une charge de 950 g depuis une hauteur fixée à 28 cm, sur un disque recouvrant toute la surface de la colonne. Le nombre de chutes est maintenu à trois (après aplanissement de la surface à compacter) pour toutes les couches.

L'essai a été effectué avec 5,792 kg de sol S6 tamisé à 20 mm (ce qui correspond à 5,0 kg de sol sec) dans une colonne de 10 cm de diamètre alimentée par le bas à débit constant d'environ 20 ml/h, soit  $0,1 \text{ L/S.j}^{-1}$ .

## Sol S6 : problématique "ancienne exploitation minière"

---

Les percolats ont été recueillis au sommet de la colonne après une période de saturation de 72 heures. Les percolats recueillis après renouvellement de l'eau, permettant de suivre la dynamique du relargage, correspondent aux rapports liquide / solide cumulés de 0,5 ; 1,0 et 2,0.

Analyses des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
pH	NF T 90-008		6,9	7,0	6,9			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20°C)	3490	3090	2670			
COT	NF T 90-102	mg/l	19,5	9,2	5,3	19,65	70	-
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	0,015	< 0,01	< 0,01	< 0,023	0,5	0,1
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	0,038	<u>0,131</u>	0,017	0,102	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	-	-
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,242	0,150	0,099	0,295	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	0,048	0,036	0,022	0,064	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	<b>0,544</b>	<b>0,505</b>	<b>0,483</b>	1,008	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,145	0,087	0,055	0,171	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,3	-
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,034	0,029	0,021	0,053	0,3	-
Mercuré	NF EN ISO 10304	mg/l	< 0,0002	< 0,0002	< 0,0002	< 0,0004	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	<b>1 799</b>	<b>1 642</b>	<u>1 467</u>	3188	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	53,9	22,0	6,4	44,4	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l (N)	12,0	< 1,0	< 1,0	< 7,5	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l (N)	0,75	0,78	0,93	1,70	25	4

**Caractérisation initiale du sol S6 - Essai de percolation**

Analyses des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
pH	NF T 90-008		6,6	8,3	8,5			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20°C)	3220	417	192			
COT	NF T 90-102	mg/l	63,4	11	5,3	42,5	70	-
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,02	0,5	0,1
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	<b>8,346</b>	<b>0,897</b>	<u>0,201</u>	4,823	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	-	-
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,006	< 0,002	< 0,002	< 0,004	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002	< 0,002	< 0,002	< 0,004	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	0,003	< 0,002	< 0,002	< 0,0045	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	<b>0,127</b>	<b>0,624</b>	<b>1,050</b>	1,426	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	<b>1,126</b>	0,115	0,044	0,0665	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	0,010	0,022	0,010	0,026	0,3	-
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,006	< 0,002	< 0,002	< 0,006	0,3	-
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l	<b>0,025*</b>	< 0,0002	< 0,0002	< 0,013	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	<u>1274</u>	80	18	695	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	<u>77</u>	< 1	< 1	< 40	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l (N)	15	< 1	< 1	< 9	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l (N)	0,72	0,18	0,11	0,56	25	4

\* valeur vérifiée par 3 mesures

### Caractérisation du sol S6 TRI - Essai de percolation

Analyses des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
pH	NF T 90-008		8,2	7,9	7,5			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20°C)	3840	3230	2877			
COT	NF T 90-102	mg/l	<b>272</b>	<b>78,6</b>	17,7	193	70	-
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	0,089	<u>0,130</u>	0,015	<i>0,1245</i>	0,5	0,1
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	<u>0,230</u>	<u>0,291</u>	<u>0,224</u>	<i>0,485</i>	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	-	-
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,16	< 0,005	< 0,005	< 0,088	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	<b>38,5</b>	<b>43,1</b>	<b>50,8</b>	<i>91,6</i>	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	<u>0,79</u>	0,109	< 0,005	< 0,454	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,3	-
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,024	0,020	< 0,005	< 0,027	0,3	-
Mercuré	NF EN ISO 10304	mg/l	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0002	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	206	<b>1857</b>	<b>1639</b>	2670	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	49	3,8	1,4	27,8	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l (N)	< 0,2	< 0,2	< 0,2	< 0,4	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l (N)	<b>30,1</b>	<b>29,8</b>	<u>23,4</u>	53,3	25	4

Caractérisation du sol S6 BIOLIX - Essai de percolation

Analyses des percolats de colonne							Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
pH	NF T 90-008		7,6	7,7	7,8			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20°C)	91 100	54 600	37 700			
COT	NF T 90-102	mg/l	4,7	2,4	2,2	5,75	70	-
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	< 0,01	< 0,01	< 0,01	0,02	0,5	0,1
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	< 0,01	0,812	0,408	0,819	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	-	-
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,145	0,048	0,036	0,133	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,020	0,007	< 0,005	< 0,018	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,3	-
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,3	-
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l	0,0002	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0003	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	2014	1984	1908	3907	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	40245	19376	11830	41640,5	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l (N)	31	2,9	0,9	17,85	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l (N)	7,5	4	2,9	8,65	25	4

Caractérisation du sol S6 STAB - Essai de percolation

## Sol S6 : problématique "ancienne exploitation minière"

---

L'essai de percolation réalisé sur le sol S6 a permis de mettre en évidence de fortes concentrations en arsenic et en sulfates. Pour ces composés les concentrations en solutions dépassent les objectifs de traitement n°1. On observe également des concentrations élevées en cyanures (dépassant les objectifs de traitement n°2 pour dans le 2<sup>nd</sup> percolat) et en nickel (de l'ordre des objectifs de traitement n°2).

Les résultats d'analyse des percolats obtenus sur le sol S6 TRI montrent une forte augmentation des concentrations en cyanures, en cuivre et en mercure (uniquement sur le 1<sup>er</sup> percolat). Pour ces composés, les concentrations en solutions sont nettement supérieures aux objectifs de traitement n°1. Concernant les concentrations en arsenic, par rapport à S6, on observe une diminution de la concentration d'un facteur 2 dans le 1<sup>er</sup> percolat, une concentration légèrement supérieure dans le 2<sup>nd</sup> percolat et un doublement de la concentration dans le 3<sup>ème</sup> percolat. Contrairement au sol non traité, il semble donc que le polluant soit de plus en plus disponible au cours de l'essai de percolation. On remarque une nette diminution des concentrations en sulfates (qui restent supérieures aux objectifs de traitement n°2 dans le 1<sup>er</sup> percolat), en zinc et nickel.

En ce qui concerne l'essai de percolation réalisé sur le sol S6 après traitement par biolixiviation, on observe une forte augmentation des concentrations en carbone organique dissout, en cyanures totaux, en arsenic, en phénols et en azote ammoniacal. Les concentrations en arsenic et en carbone organique dissout dépassent les objectifs de traitement n°1, alors que les concentrations en phénols et en cyanures dépassent les objectifs de traitement n°2. Le traitement par biolixiviation tend donc à augmenter la disponibilité des nombreux composés.

Le traitement par stabilisation permet de réduire les concentrations en solution de nombreux composés. La concentration en arsenic est de l'ordre des objectifs de traitement n°2 pour le premier percolat et en dessous de ces objectifs pour les deux autres percolats. En revanche, on observe une augmentation des concentrations en cyanures (2<sup>ème</sup> et 3<sup>ème</sup> percolat), en sulfates, en nitrates, en azote ammoniacal et en chlorures. Les concentrations en chlorures et en sulfates (dans une moindre mesure) sont très importantes et dépassent les objectifs de traitement n°1.

**Résultats des essais d'écotoxicité - Sols S6, S6 Tri,S6 BIOLIX et S6 STAB**

**Effet de S6 sur l'émergence et la croissance des végétaux supérieurs (norme ISO 11 269-2 Annexe B)**

Les essais ont été réalisés sur des semences d'orge (*Hordeum vulgare*) et de cresson (*Lepidium sativum*).

Écotoxicité du sol S6			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	90 %	90 %
	NOEC	< 5,6 %	< 5,6 %
Inhibition de la croissance	LOEC	5,6 %	5,6 %
	CE 50	36,5 %	25 %

**Le sol S6 ne présente pas d'effet inhibiteur significatif sur la germination des semences d'orge et de cresson.**

En revanche, le sol S6 présente un effet significatif sur la croissance des végétaux (orge et cresson) à partir d'une dilution de sol de 5,6 % (la plus faible concentration testée).

Écotoxicité du sol S6 TRI			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	*	*
	NOEC	25 %	50 %
Inhibition de la croissance	LOEC	50 %	75 %
	CE 50	74 %	> 100 %

\* Effet indéterminé, pas de relation dose-effet

L'échantillon de sol S6 TRI n'a pas d'effet inhibiteur significatif sur la germination de l'orge et du cresson.

La croissance du cresson est peu affectée par le sol S6 TRI mais on observe aux plus fortes concentrations, que les plantules ne se sont pas débarrassées de leur graine et ont poussé sans faire de feuille. Pour l'orge, un effet inhibiteur est observé jusqu'à 50 %. Comme pour le cresson, aux plus fortes concentrations, les extrémités des plants ne se sont pas dégagées de la graine et les plants obtenus sont difformes.

## Sol S6 : problématique "ancienne exploitation minière"

Écotoxicité du sol S6 BIOLIX			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	*	*
	NOEC	< 10 %	25 %
Inhibition de la croissance	LOEC	10 %	50 %
	CE 50	28,7 %	*

\* Effet indéterminable

Le sol S6 traité par biolixiviation est significativement inhibiteur de la germination pour le cresson. A partir de la concentration pour laquelle les semences de cresson ont pu germer, la croissance du cresson est peu affectée par le sol S6 BIOLIX. Pour l'orge, un effet inhibiteur est observé jusqu'à 10 %.

Écotoxicité du sol S6 STAB			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	10 %	< 10 %
	NOEC	< 10 %	**
Inhibition de la croissance	LOEC	10 %	**
	CE 50	14 %	**

\* Effet indéterminable

\*\* Absence de germination

Le sol S6 STAB a un effet inhibiteur de la germination significatif pour le cresson et pour l'orge. On peut remarquer que le cresson est plus sensible que l'orge.

La croissance de l'orge est significativement inhibée par le sol S6 traité par stabilisation. Pour le cresson, en l'absence de germination jusqu'à 10 %, la croissance n'a pu être observée. Pour l'orge comme pour le cresson, si certains plants sont parvenus à germer, ils ont ensuite dépéri.

### Écotoxicité du percolat de S6, S6 TRI, S6 BIOLIX et S6 STAB

L'écotoxicité de la solution obtenue à l'issue de la percolation correspondant à un rapport liquide/solide cumulé de 2,0 a été caractérisée par quatre types d'essais. Les résultats de ces essais sont présentés ci-après :

## Sol S6 : problématique "ancienne exploitation minière"

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S6		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	> 75 % > 75 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	> 90 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	15 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	Absence d'effet Absence d'effet

\* Le témoin positif sans activation (phénol) incorrect ne nous permet pas de conclure quant à la génotoxicité sans activation

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol S6 se présente relativement peu écotoxique puisqu'il ne présente pas d'effet significatif vis-à-vis de la luminescence de *Vibrio fischeri* pas plus que sur la mobilité de *Daphnia magna*. En revanche, environ 15 % de ce percolat suffit pour inhiber la croissance de 50 % de la population d'algue douce *Pseudokirchneriella subcapitata*. Aucun effet génotoxique n'a été constaté sur la suspension bactérienne standard testée en présence comme en absence d'activateur métabolique S9.

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S6 TRI		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	> 75 % > 75 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	20,9 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	> 80 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	Effet faible (100-25 %) Effet faible (1,6-0,2 %)

Le percolat obtenu à partir du sol S6 ne présente pas d'effet significatif vis-à-vis de la luminescence de *Vibrio fischeri* ou de la croissance d'algue douce *Pseudokirchneriella subcapitata*. En revanche, il présente une toxicité aiguë puisque qu'une concentration d'environ 21 % du percolat suffit à inhiber la mobilité de 50 % de *Daphnia magna*. Un faible effet

## Sol S6 : problématique "ancienne exploitation minière"

génétoxique a été constaté sur une suspension bactérienne standard testée en présence comme en absence d'activateur métabolique S9.

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S6 BIOLIX		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	62 % 26 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	15,2 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	16,3 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	Absence d'effet Effet faible (0,4-0,8 %)

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol S6 obtenu après traitement par biolixiviation présente une écotoxicité significative vis-à-vis de la luminescence de *Vibrio fischeri*. De plus, seulement 15 % de ce percolat suffit pour inhiber la mobilité de 50 % d'une population de *Daphnia magna*. En ce qui concerne l'écotoxicité chronique, elle est relativement importante puisqu'une concentration de 16 % en percolat suffit pour inhiber la croissance de 50 % de la population d'algue douce *Pseudokirchneriella subcapitata*. Aucun effet génotoxique n'a été constaté sur la suspension bactérienne standard testée en absence d'activateur métabolique S9. En présence d'activateur métabolique S9, l'effet génotoxique est faible.

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S6 STAB		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	68 % 65 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	6,1 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	36,9 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	50 % 25-0,4 %

Le percolat obtenu à partir de du sol S6 STAB présente une écotoxicité peu importante vis-à-vis de la luminescence de *Vibrio fischeri*. Cependant, seulement 6 % de ce percolat suffit pour inhiber la mobilité de 50 % d'une population de *Daphnia magna*. En ce qui concerne

## Sol S6 : problématique "ancienne exploitation minière"

---

l'écotoxicité chronique, elle est assez importante puisqu'une concentration de 37 % en percolat inhibe la croissance de 50 % de la population d'algue douce *Pseudokirchneriella subcapitata*. Un effet génotoxique significatif a été constaté sur une suspension bactérienne standard testée en absence comme en absence d'activateur métabolique S9.

#### Objectif et contexte de l'opération

Afin de satisfaire la demande des équipes travaillant sur cette problématique, qui désiraient recevoir un sol de concentration en solvants chlorés de l'ordre du %, le prélèvement de sol a été réalisé en un site sélectionné avec l'ADEME à partir d'éléments de mesure dont l'agence (délégation régionale) disposait (cartographie des teneurs en solvants) et après analyse préliminaire.

#### Matériel utilisé

- Prélèvements de sol et remplissage des réacteurs : pelle mécanique.
- Stockage durant le transport : réacteurs du LTA et conditionnement sous film plastique.

#### Opérations réalisées, dans l'ordre chronologique

- 1 Sélection des points de prélèvement** : mesure des concentrations de solvants chlorés (tétrachloréthylène, trichloréthylène) à l'aide d'une canne de prélèvement en acier enfoncée dans le sol et reliée à un chromatographe portable. La profondeur des prélèvements de gaz se situait entre - 5 cm et - 30 cm, la canne étant rainurée sur environ 20 cm.
- 2 Remplissage des deux réacteurs du LTA** : compte tenu du caractère volatil<sup>1</sup> des composés polluants présents dans le sol, l'objectif de l'opération a consisté à remplir les deux réacteurs, destinés aux essais d'extraction sous pression réduite, sans remanier le sol. Après décapage des deux premiers centimètres de sol (pour enlever la végétation), les réacteurs (tubes en acier de 60 cm de hauteur et de 40 cm de diamètre) ont été enfoncés à l'aide de la pelle mécanique.

Le sol entourant les réacteurs a ensuite été enlevé à l'aide de la pelle mécanique. Puis les réacteurs ont été fermés au moyen d'une plaque en Téflon et d'une plaque en acier à chacune des extrémités du réacteur.

---

<sup>1</sup> Une étude préalable a également montré que le fait de remanier ce sol peut favoriser la biodégradation des composés organiques chlorés qu'il contient.

- 3 Prélèvement de sol** : lors du dégagement des réacteurs, un bloc de terre a été prélevé et entouré d'un film plastique en vue des essais de biodégradation et des analyses et essais pratiqués dans le cadre de la caractérisation initiale des sols.

### Procédure d'échantillonnage secondaire du sol S7

- 1** Déversement des blocs sol sur une bâche plastique (usage unique) dans une salle ventilée au sol plan bétonné.
- 2** Constitution de sous-échantillons par prélèvement dans chaque bloc de sol d'une quantité proportionnelle à la masse initiale du bloc de manière à atteindre les masses suivantes de sous-échantillons :
  - 8 kg pour test de germination - croissance sur plantes,
  - 5 kg pour test de percolation en colonne,
  - 7 kg pour quartage supplémentaire.
- 3** Quartage et prélèvement au pro rata des masses quartées de 500 g pour analyses et essais ; conservation des 6,5 kg restant pour essais supplémentaires éventuels et archivage.
- 4** Quartage des 500 g, prélèvement au pro rata des masses quartées et constitution d'échantillons pour analyses et essais :
  - 100 g pour analyse des composés organiques chlorés,
  - 100 g pour test de lixiviation X 31-210,
  - 100 g séchage, broyage et tamisage à 2,5 mm.
- 6** Homogénéisation et prélèvement par pelletages alternés successifs d'un échantillon de 1 g du sol sec, broyé et tamisé à 2,5 mm pour analyses panoramiques métaux, phosphore, azote, soufre totaux.

### Essais de traitement du sol S7

Les essais de traitement mis en œuvre sur le sol S7 concernent les techniques suivantes :

- traitement par extraction sous pression réduite,
- traitement par biodégradation.

L'avancement des essais a été décrit d'une part dans le second rapport d'avancement des laboratoires (octobre 2000) et d'autre part, oralement en réunion d'avancement, 10/11/2000, par les équipes en charge de ces essais qui sont respectivement :

- le LACE / INSAVALOR,
- l'IFP.

L'échantillon de sol référencé S7 P-RED, issu du traitement par extraction sous pression réduite a été adressé par le LACE / INSAVALOR à POLDEN le 30 août 2001 pour faire l'objet d'une caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants.

L'échantillon de sol référencé S7 BIODE, issu du traitement par biodégradation devant faire l'objet d'une caractérisation finale n'a pas été préparé par l'IFP.

Analyses sur solide - Sols S7, S7 P-RED

Paramètre	Méthode	Unité	S7	S7 P-RED	Objectifs n°1 (mg/kg MS)	Objectifs n°2 (mg/kg MS)	
COT	Méthode Anne	g/kg MS	219,4	148,9			
<b>Substances extractibles au Dichlorométhane</b>		mg/kg MS	184 580				
<b>Solvants chlorés</b>	Extraction des volatils au Méthanol EPA 8020-ISO 11423-1	mg/kg MS					
Cis 1,2 Dichloroéthylène		mg/kg MS	71,5	0,32			
1,1,1 Trichloroéthane		mg/kg MS	0,14	< 0,02			
Trichloréthylène		mg/kg MS	9,78	0,44			
Tétrachloroéthylène		mg/kg MS	8408	9,1			
<b>Somme (3)</b>	CPG – FID	mg/kg MS	<b>8489</b>	<b>9,86</b>	<b>7</b>	<b>0,3</b>	
Chlorobenzène		mg/kg MS	13	0,41			
<b>Hydrocarbures légers</b>	Chromatographie espace de tête – détection FID (NF EN ISO 11423-1)	mg/kg MS					
Benzène		mg/kg MS	< 0,05	< 0,05	1	0,5	
Ethylbenzène		mg/kg MS	0,07	< 0,05			
Toluène		mg/kg MS	8,38	0,14			
Xylènes (ortho, méta, para)		mg/kg MS	2,66	0,34			
<b>Somme (BTEX)</b>	Chromatographie espace de tête – détection ECD (NF EN ISO 10301)	mg/kg MS	<b>11,1</b>	<b>0,5</b>	<b>5</b>	<b>2</b>	
Butylbenzène sec		mg/kg MS	2,54	0,6			
Isopropylbenzène		mg/kg MS	0,6	< 0,05			
Triméthylbenzène 1,2,4		mg/kg MS	34,4	3,9			
Triméthylbenzène 1,3,5		mg/kg MS	8,07	1,0			
Équivalent White Spirit		mg/kg MS	193,4	< 0,2			
Silicium *		% MS	29,25	25,45			
Aluminium	Attaque perchlorique	% MS	4,24	4,01			
Fer	nitrique	% MS	2,68	2,13			
Potassium	fluorhydrique	% MS	1,77	1,89			
Calcium		% MS	0,82	0,80			
Sodium	Analyse ICP	% MS	0,62	0,63			
Magnésium		% MS	0,60	0,59			
Azote total		mg/kg MS	1900	3 200			
Soufre total		mg/kg MS	830	800			
Phosphore total		mg/kg MS	695	742			
Titane		mg/kg MS	1055	1110			
Chrome	Attaque perchlorique	mg/kg MS	<u>635</u>	<u>555</u>	700	300	
Baryum	nitrique	mg/kg MS	450	470			
Manganèse	fluorhydrique	mg/kg MS	380	379			
Zinc		mg/kg MS	339	240	1000	400	
Rubidium		mg/kg MS	75	80			
Arsenic **	Analyse ICP	mg/kg MS	<u>70</u>	< 50	100	40	
Strontium	ICP/MS	mg/kg MS	60	55			
Plomb		mg/kg MS	55	45	700	300	
V, Cu, Sb, Sn, Zr, Ce, Ni, Nd, Hg, La, Nd	Teneur < 50 mg/kg MS			Teneur ≤ 60 mg/kg MS			
Autres éléments	< 10 mg/kg MS						

\* Fusion soude-nitrate de potassium

\*\* Minéralisation micro-ondes en eau régale

L'analyse du contenu total du sol S7 met en évidence une pollution importante par des solvants chlorés, de l'ordre de 8,5 g/kg MS, représentés majoritairement par le tétrachloroéthylène et dans une moindre mesure par le cis 1,2 dichloroéthylène et le trichloroéthylène. On note également la présence d'hydrocarbures légers (BTEX et équivalent white spirit) ainsi qu'un taux de carbone organique anormalement élevé, de l'ordre de 22 % MS, indiquant la présence importante de matières organiques.

L'extraction sous pression réduite permet d'abattre largement la pollution chlorée (près de 99 %) mais ne permet pas d'atteindre les objectifs de traitement n°1. Le traitement permet d'abattre également la pollution en hydrocarbures légers, les objectifs de traitement n°2 étant atteints pour la somme des BTEX.

### **Essais de lixiviation (NF X 31-210) - Sol S7**

L'essai de lixiviation pris en référence comme test de potentiel polluant dans l'arrêté du 18 décembre 1992 relatif au stockage de classe 1 a été réalisé selon la procédure normalisée NF X 31-210. Cette procédure prévoit la mise en contact de 100 g de sol avec 1 l d'eau déminéralisée, puis un renouvellement à deux reprises de l'éluat par 1 l d'eau déminéralisée après 16 h de contact.

Les trois extraits ainsi obtenus sont immédiatement filtrés à 0,45 µm. Ils font ensuite l'objet d'une mesure du pH et de la conductivité avant d'être rassemblés en quantités équivalentes en un seul éluat moyen représentatif, sur lequel portent les analyses. Les paramètres visés dans le cadre de l'admissibilité des déchets et des terres polluées en centre de classe 1 ont été analysés. Ces résultats sont confrontés aux seuils dans le tableau ci-après.

Paramètre	Méthode	Unité	S7		S7 P-RED		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
			Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	
Fraction soluble	NF T 90-029 (résidu sec 100-105 °C)	mg/l	249	8366	82	2597	100 000
pH	NF T 90-008	-	7,35		7,1		-
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm (20°C)	99		81		-
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l	60.8	<b>2043</b>	132	<b>4181</b>	700
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l	0.01	0.34	0.043	1.36	100
<b>Solvants chlorés</b>							
Cis 1,2 Dichloroéthylène	NF EN ISO 10301	mg/l	0.685	23	0.033	1.05	
1,1,1 Trichloroéthane		mg/l	0.0003	0.01	< 0.0005	< 0.016	
Trichloréthylène		mg/l	0.032	1.08	0.017	0.538	
Tétrachloroéthylène		mg/l	0.403	13.5	0.118	3.74	
<b>Somme (3)</b>		mg/l	<b>1.120</b>	<b>37.6</b>	0.169	5.34	
Chlorobenzène	CPG	mg/l	0.036	1.21	0.014	0.44	
<b>Hydrocarbures légers</b>							
Benzène	NF EN ISO 11423-1	mg/l	< 0.005	< 0.17	< 0.005	< 0.16	
Ethylbenzène		mg/l	< 0.005	< 0.17	< 0.005	< 0.16	
Toluène		mg/l	0.023	0.77	0.006	0.19	
Xylènes		mg/l	< 0.005	< 0.17	< 0.005	< 0.16	
<b>Somme (BETX)</b>		mg/l	<b>&lt; 0.038</b>	<b>&lt; 1.28</b>	< 0.021	< 0.665	
Triméthylbenzène 1,3,5		mg/l	0.006	0.20	< 0.01	< 0.32	

Caractérisation du sol S7 avant et après traitement - Essai de lixiviation NF X 31-210 (page 1/2)

Paramètre	Méthode	Unité	S7		S7 P-RED		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
			Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Valeur éluat moyen	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	< 0.01	< 0.34	0.015	0.48	5
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0.005	< 0.17	< 0.005	< 0.16	5
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	0.003	0.10	0,026	0,82	50
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	0.004	0.13	0,02	0,63	50
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0.040	1.34	0,233	7,38	250
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0.002	< 0.07	< 0,002	< 0,06	25
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	0.003	0.10	< 0,002	< 0,06	50
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0.006	0.20	0,024	0,76	10
Mercure	NF EN 1483	mg/l	< 0.0005	< 0.02	< 0,0002	< 0,006	5
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	< 1	< 33.6	1.5	47.5	
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	13.2	443	11	348	

Caractérisation du sol S7 avant et après traitement - Essai de lixiviation NF X 31-210 (page 2/2)

Les résultats de l'essai de lixiviation sur le sol avant traitement font apparaître un dépassement de la valeur seuil (Arr. du 18/12/92) de la fraction lixiviable pour le paramètre carbone organique total. La fraction lixiviable du COT représente en effet près de 3 fois la valeur limite d'admissibilité des déchets en centre de stockage de classe 1. On note également une forte présence de solvants chlorés dans le lixiviat.

Pour le sol traité par extraction sous pression réduite, on note une diminution d'un facteur 7 de la fraction lixiviable des solvants chlorés, ainsi qu'une diminution de la fraction lixiviable du toluène. Cependant on note un doublement de la fraction lixiviable du carbone organique.

### **Essais de percolation**

#### **Objectifs**

Le relargage en polluants à l'équilibre local des sols pollués compactés et saturés en eau a été étudié à l'aide d'un dispositif en colonne, selon un protocole inspiré des normes européennes en cours de développement pour les déchets. L'étude porte sur la dynamique du relargage par percolation d'eau déminéralisée au travers des sols pollués.

#### **Procédure d'essais**

Le compactage est réalisé en dix couches de 4 à 5 cm d'épaisseur. L'énergie de compactage est transmise par la chute d'une charge de 950 g depuis une hauteur fixée à 28 cm, sur un disque recouvrant toute la surface de la colonne. Le nombre de chutes est maintenu à trois (après aplanissement de la surface à compacter) pour toutes les couches.

L'essai a été effectué avec 5 kg de sol S7 (ce qui correspond à 4,5 kg de sol sec) dans une colonne de 10 cm de diamètre alimentée par le bas à débit constant d'environ 20 ml/h, soit  $0,1 \text{ L/S.j}^{-1}$ .

Les percolats ont été recueillis au sommet de la colonne après une période de saturation de 72 heures. Les percolats recueillis après renouvellement de l'eau, permettant de suivre la dynamique du relargage, correspondent aux rapports liquide / solide cumulés de 0,5 ; 1,0 et 2,0.

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat moyen L / S 2,0	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
pH	NF T 90-008		5,2	5,5	5,1	5,3			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm	1441	2531	1220	1094			
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l		<b>1524</b>	<b>596</b>	<b>600</b>	1660	70	-
Indice phénol	NF EN ISO 14002	mg/l		<u>0,342</u>	<u>0,264</u>	<u>0,303</u>	0,61	0,5	0,1
<b>Alcools</b>									
Éthanol	*	mg/l		1,9	5,1	10,2	13,7		
Méthanol	*	mg/l		1,2	0,5	< 0,5	< 1,35		
1 Propanol	*	mg/l		0,8	1,9	1,6	2,95		
<b>Solvants chlorés</b>	NF T 90-125								
Cis 1,2 Dichloroéthylène	Chromatographie	mg/l		4,18	4,37	11,27	14,04		
1,1,1 Trichloroéthane	Espace de tête -	mg/l		< 0,001	< 0,001	< 0,001	< 0,002		
Trichloréthylène	Détection ECD / FID	mg/l		0,13	0,002	0,002	0,067		
Tétrachloroéthylène	(en parallèle)	mg/l		< 0,001	< 0,001	< 0,001	< 0,002		
<b>Somme (3)</b>	Validation par	mg/l		<b>4,31</b>	<b>4,37</b>	<b>11,27</b>	15,61	0,3	0,03
Chlorobenzène	SPME / Masse	mg/l		0,034	0,036	0,074	0,109		
<b>Hydrocarbures légers</b>									
Benzène	*	mg/l		< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,15	0,005
Ethylbenzène	*	mg/l		< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01		
Toluène	*	mg/l		0,042	0,038	0,076	0,116		
Xylènes	*	mg/l		< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01		
<b>Somme (BETX)</b>		mg/l		<u>0,042</u>	<u>0,038</u>	<u>0,076</u>	0,116	3	0,03
Triméthylbenzène 1,2,4	*	mg/l		0,02	0,023	0,04	0,0615		

Caractérisation initiale du sol S7 - Essai de percolation (page 1/2)

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat moyen L / S 2,0	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	< 0,01				< 0,02	0,3	0,005
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005				< 0,01	-	-
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,01	0,3	0,005
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,01	0,3	0,005
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,775				1,55	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	0,005				0,01	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	<u>0,053</u>				0,11	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,039				0,08	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,075				0,15	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,01	0,3	-
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,088				0,18	0,3	-
Mercure	NF EN 1483	mg/l	< 0,00025				< 0,0005	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304-2	mg/l	2,7				5,4	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304-2	mg/l	<u>225,7</u>				451	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304-2	mg/l (N)	< 0,2				< 0,4	300	101
Azote ammoniacal	NF EN ISO 25663	mg/l (N)	<u>5,2</u>				10,4	25	4

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat moyen L / S 2,0	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
pH	NF T 90-008			7,0	6,9	6,9			
Conductivité	NF EN 27 888	µS/cm		2786	1908	1617			
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l		<b>875</b>	<b>596</b>	<b>581</b>	1316,5	70	-
Indice phénol	NF EN ISO 14002	mg/l		<u>0,20</u>	<u>0,23</u>	<u>0,22</u>	0,435	0,5	0,1
<b>Alcools</b>									
Éthanol	*	mg/l		< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 1		
Méthanol	*	mg/l		< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 1		
1 Propanol	*	mg/l		< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 1		
<b>Solvants chlorés</b>	NF T 90-125								
Cis 1,2 Dichloroéthylène	Chromatographie	mg/l		3,95	5,2	5,8	10,375		
1,1,1 Trichloroéthane	Espace de tête -	mg/l		0,001	0,001	0,0013	0,0023		
Trichloréthylène	Détection ECD / FID	mg/l		0,001	0,001	0,001	0,002		
Tétrachloroéthylène	(en parallèle)	mg/l		< 0,001	< 0,001	< 0,001	< 0,002		
<b>Somme (3)</b>	Validation par	mg/l		<b>3,952</b>	<b>5,202</b>	<b>5,802</b>	10,379	0,3	0,03
Chlorobenzène	SPME / Masse	mg/l		0,034	0,025	0,063	0,0925		
<b>Hydrocarbures légers</b>									
Benzène	*	mg/l		< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01	0,15	0,005
Ethylbenzène	*	mg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,02		
Toluène	*	mg/l		0,017	0,027	0,046	0,068		
Xylènes	*	mg/l		< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,01		
<b>Somme (BETX)</b>		mg/l		<u>&lt; 0,037</u>	<u>&lt; 0,047</u>	<u>&lt; 0,066</u>	< 0,108	3	0,03
Triméthylbenzène 1,2,4	*	mg/l		< 0,01	0,0128	0,039	0,0504		

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat moyen L / S 2,0	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	< 0,02				< 0,06	0,3	0,005
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	-				-	-	-
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	0,037				0,111	0,3	0,005
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,015	0,3	0,005
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	0,180				0,54	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,015	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	<0,005				< 0,015	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,026				0,078	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,024				0,072	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,015	0,3	-
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	0,093				0,279	0,3	-
Mercure	NF EN 1483	mg/l	< 0,0001				< 0,0003	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304-2	mg/l	< 1				3	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304-2	mg/l	190				570	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304-2	mg/l (N)	< 0,2				< 0,6	300	101
Azote ammoniacal	NF EN ISO 25663	mg/l (N)	3,8				11,4	25	4

## Sol S7 : problématique "régénération de solvants"

---

L'analyse des percolats obtenus sur le sol S7 met en évidence des concentrations importantes en solvants chlorés, la somme des concentrations des composés suivis étant supérieure aux objectifs de traitement n°1. On remarque une concentration en carbone organique très forte, dépassant largement (facteur de 10 à 20) les objectifs de traitement n°1. On note également des concentrations importantes en phénols, en BTEX, en nickel, en chlorures et en azote ammoniacal. Pour ces composés, les concentrations observées dépassent les objectifs de traitement n°2.

En ce qui concerne le sol S7 P-RED, on observe des concentrations en carbone organique et en solvants chlorés toujours importantes, dépassant les objectifs de traitement n°1. Cependant ces concentrations sont moins importantes que pour le sol non traité. On note également des concentrations en phénols et en BTEX supérieures aux objectifs de traitement n°2.

### Résultats des essais d'écotoxicité - Sol Sols S7, S7 P-RED

#### Effet de S7 et S7 P-RED sur l'émergence et la croissance des végétaux supérieurs (norme ISO 11 269-2 Annexe B)

Les essais ont été réalisés sur des semences d'orge (*Hordeum vulgare*) et de cresson (*Lepidium sativum*).

S7			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	32 %	32 %
	LOEC	8 %	4 %
Inhibition de la croissance	CE 50	14,4 %	12 %

## Sol S7 : problématique "régénération de solvants"

---

Le sol S7 présente une inhibition significative de la **germination** des semences d'orge et de cresson. En effet, à la concentration 50 %, la moitié des graines ne germent pas. Cet effet n'apparaît plus pour une concentration de 30 % environ.

Un effet significatif sur la **croissance** des végétaux (orge et cresson) est également constaté, les CE50 de l'orge et du cresson se situant aux alentours de 15 %, les plus faibles effets constatés apparaissant respectivement pour les concentrations de 8 % et 4 % et une dilution du sol jusqu'à respectivement 4 % et 2 % est nécessaire pour qu'aucun effet sur la croissance de l'orge et du cresson ne soit constaté.

En conclusion, la phytotoxicité de l'échantillon de sol S7 est clairement mise en évidence.

S7 P-RED			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	25 %	25 %
	LOEC	< 10 %	50 %
Inhibition de la croissance	NOEC	10 %	*
	CE 50	61 %	*

\* Effet indéterminable, concentration dose – effet non linéaire

Le sol S7 après traitement par extraction sous pression réduite présente une inhibition significative de la germination de l'orge comme du cresson.

La croissance de l'orge est peu affectée par le sol S7 P-RED, mais on note qu'aux plus fortes concentrations, les racines des plantules sont restées hors de terre. Pour le cresson, à partir de la dilution permettant la germination (50 %), on n'observe pas d'inhibition de la croissance.

### Écotoxicité du percolat de S7 et de S7 P-RED

L'écotoxicité de la solution obtenue à l'issue de la percolation correspondant à un rapport liquide/solide cumulé de 2,0 a été caractérisée par quatre types d'essais. Les résultats de ces essais sont présentés ci-après :

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S7		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	4,2 % 4,2 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	29,0 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	3,3 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	*25 % *

\* Un effet génotoxique significatif est constaté à la concentration de 25 % (essai direct sans activation) ; aucun effet génotoxique significatif n'est constaté en présence d'activateur S9 aux concentrations 25 % et inférieures ; l'ensemble des essais est réalisé sans ajustement de pH, le pH étant de 5,25

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol S7 présente une écotoxicité importante puisqu'une concentration de 4,2 % de ce percolat suffit pour inhiber l'activité luminescente de 50 % de la population de *Vibrio fischeri* (dans les conditions normalisées) ; une concentration à 29 % de ce percolat suffit pour agir sur la mobilité de 50 % de la population de *Daphnia magna* ; une concentration de 3,3 % de ce percolat suffit pour inhiber la croissance de 50 % de la population de l'algue d'eau douce *Pseudokirchneriella subcapitata* en 72 heures. En outre, l'effet génotoxique du percolat dans les conditions de l'essai Mutatox® a été clairement démontré pour des concentrations supérieures à 25 % en absence d'activateur (S9).

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S cumulé 2,0) - Sol S7 P-RED		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	11,2 % 9,3 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	18,7 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	66,6
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	50-12,5 % Effet faible (0,8 %)

## Sol S7 : problématique "régénération de solvants"

---

Même après traitement par extraction sous pression réduite, le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol S7 une écotoxicité aiguë importante puisqu'une concentration d'environ 9 % de ce percolat suffit pour inhiber l'activité luminescente de 50 % de la population de *Vibrio fischeri* (dans les conditions normalisées) et une dilution de 19 % de ce percolat suffit pour agir sur la mobilité de 50 % de la population de *Daphnia magna*. Cependant l'écotoxicité chronique est plus faible puisqu'il faut une concentration de plus de 66 % de ce percolat inhiber la croissance de 50 % de la population de l'algue d'eau douce *Pseudokirchneriella subcapitata* en 72 heures. L'effet génotoxique du percolat dans les conditions de l'essai Mutatox<sup>®</sup> est faible en présence d'activateur (S9).

### Prélèvement et échantillonnage sur site

**SOL S8**

#### Objectif et contexte de l'opération

Les terres polluées aux PCB prélevées par nos soins proviennent de terres stockées sur le site d'origine à l'abri des intempéries sous une bâche. Ces terres ont été excavées et entreposées sur le site en tas distincts numérotés en fonction du maillage réalisé sur la zone d'excavation.

Le tas retenu pour le prélèvement a été choisi en fonction des résultats d'analyses fournis par les maîtres d'œuvre du chantier afin d'avoir les concentrations les plus élevées.

#### Matériel utilisé

- Prélèvements du sol à partir des tas stockés sur le chantier : pelle.
- Criblage à 20 mm (criblage manuel) :
  - grille de concasseur à mailles carrées de 20 mm posée sur le récipient de stockage pour le transport.
- Stockage durant le transport : trois seaux de 24 l.

#### Opérations réalisées, dans l'ordre chronologique

- 1 Retrait de la bâche sur le tas choisi.**
- 2 Prélèvement de la terre en différents points du tas.**
- 3 Criblage à 20 mm :** la terre a été criblée à la pelle en la saupoudrant sur la grille posée sur les seaux de stockage.

Le prélèvement d'un volume total de 70 l environ, répartis dans trois seaux, a été réalisé en des points identiques du tas. Le remplissage des seaux a été effectué selon le principe du pelletage alterné.

### Procédure d'échantillonnage secondaire du sol S8

- 1 Déversement du seau de 24 l < 20 mm sur une bâche plastique (usage unique) dans une salle ventilée au sol plan bétonné.
- 2 Quartage, prélèvement par pelletage alterné de 20 kg de sol.
- 3 Quartage des 20 kg et constitution d'échantillons pour analyses et essais par pelletage alterné :
  - 8 kg pour test de germination - croissance sur plantes,
  - 5 kg pour test de percolation en colonne,
  - 7 kg pour quartage supplémentaire.
- 4 Quartage et prélèvement par pelletage alterné de 500 g pour analyses et essais ; conservation des 6,5 kg restant pour essais supplémentaires éventuels et archivage.
- 5 Quartage des 500 g et constitution d'échantillons pour analyses et essais par pelletage alterné :
  - 100 g pour analyse des PCB,
  - 100 g pour test de lixiviation X 31-210,
  - 100 g séchage, broyage et tamisage à 2,5 mm.
- 6 Homogénéisation et prélèvement par pelletages alternés successifs d'un échantillon de 1 g du sol sec, broyé et tamisé à 2,5 mm pour analyses panoramiques métaux, phosphore, azote, soufre totaux.

### **Essais de traitement du sol S8**

Les essais de traitement mis en œuvre sur le sol S8 concernent la technique de traitement par lavage aux solvants.

L'avancement des essais a été décrit d'une part dans le second rapport d'avancement des laboratoires (octobre 2000) et d'autre part, oralement en réunion d'avancement, le 10 novembre 2000, par l'équipe en charge de ces essais, le BRGM.

L'échantillon de sol référencé S8 SOLV, issu du traitement par lavage aux solvants nous est parvenu le 7 mars 2001 pour faire l'objet d'une caractérisation finale. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres suivants. Le traitement par lavage au solvant du sol S8 a consisté à placer le sol en contact avec une quantité de dichlorométhane correspondant à deux fois la masse de sol, pendant 2 heures. Après lavage, le sol a fait l'objet d'une filtration sous pression, le gâteau de filtration a été rincé au dichlorométhane avant séchage à 40°C.

## Sol S8 : problématique "pollution accidentelle par PCB"

### Analyses sur solide - Sol S8

Paramètre	Méthode	Unité	S8 avant traitement		Objectifs n°1 (mg/kg MS)	Objectifs n°2 (mg/kg MS)	S8 SOLV
<b>COT</b>	Méthode Anne	g/kg MS	9,0				1,8
<b>PCB</b>			1 <sup>ère</sup> mesure	2 <sup>ème</sup> mesure			
Équivalent arochlor 1254		mg/kg MS	160,6				< 0,05
Équivalent arochlor 1232		mg/kg MS	< 0,05				< 0,05
Équivalent arochlor 1242		mg/kg MS	< 0,05				< 0,05
Équivalent arochlor 1260		mg/kg MS	< 0,05				71,83
PCB <u>28</u>		mg/kg MS	<u>2,89</u>	<u>3,55</u>			<u>0,072</u>
PCB 44		mg/kg MS	1,01	1,74			0,036
PCB <u>52</u>		mg/kg MS	<u>6,3</u>	<u>9,55</u>			<u>0,14</u>
PCB <u>101</u>	EPA 3545	mg/kg MS	<u>12,9</u>	<u>95,6</u>			<u>2,9</u>
PCB 105		mg/kg MS	< 0,005	1,43			< 0,005
PCB <u>118</u>		mg/kg MS	<u>4,7</u>	<u>50,7</u>			<u>1,45</u>
PCB <u>138</u>		mg/kg MS	<u>11,3</u>	<u>436,7</u>			<u>14,7</u>
PCB <u>153</u>		mg/kg MS	<u>17,3</u>	<u>549,2</u>			<u>19,4</u>
PCB 170		mg/kg MS	1,56	196,2			5,17
PCB <u>180</u>		mg/kg MS	<u>3,08</u>	<u>325,7</u>			<u>11,4</u>
PCB 194		mg/kg MS	0,18	40,9			1,36
PCB 209		mg/kg MS	< 0,005				< 0,005
<b>Somme [28, 52, 101, 118, 138, 153, 180]</b>		mg/kg MS	58,5	1471	5	0,5	50,1
Silicium *		% MS	8,25				8,43
Calcium	Attaque perchlorique	% MS	24,8				25,30
Aluminium	nitrique	% MS	2,49				2,27
Fer	fluorhydrique	% MS	1,78				1,82
Magnésium		% MS	0,36				0,38
Sodium	Analyse ICP	% MS	0,19				0,14
Potassium		% MS	0,88				0,99
Phosphore total		mg/kg MS	350				310
Soufre total		mg/kg MS	900				51
Azote total		mg/kg MS	< 2000				2000
Zinc		mg/kg MS	110		1 000	400	120
Manganèse	Attaque perchlorique	mg/kg MS	573				700
Baryum	nitrique	mg/kg MS	180				170
Titane	fluorhydrique	mg/kg MS	926				900
Strontium		mg/kg MS	182				190
Arsenic **	Analyse ICP	mg/kg MS	< 50		100	40	< 50
Antimoine	ICP	mg/kg MS	< 50				< 50
Étain **	ICP/MS	mg/kg MS	< 50				< 50
Mercure		mg/kg MS	< 20				< 20
Cu, Cr, Zr, Ce, Rb, Ni, Nd, Y, La	Teneur comprise entre 10 et 65 mg/kg MS						10 à 65
Autres éléments	< 10 mg/kg MS						< 10

\* Fusion soude-nitrate de potassium

\*\* Minéralisation micro-ondes en eau régale

## Sol S8 : problématique "pollution accidentelle par PCB"

---

L'analyse du contenu total en PCB met en évidence une forte hétérogénéité de la pollution. Deux analyses ont été effectuées sur le sol avant traitement. Pour la première analyse, le contenu total en PCB (somme des congénères 28, 52, 101, 118, 138, 153, 180) est de l'ordre de 60 mg/kg MS alors que pour la seconde, le contenu total est de l'ordre de 1500 mg/kg MS.

Le traitement par solvant ne permet pas d'atteindre les objectifs de traitement n°1 puisque la teneur résiduelle en PCB est de l'ordre de 50 mg/kg MS.

### **Essais de lixiviation (NF X 31-210) - Sol S8**

L'essai de lixiviation pris en référence comme test de potentiel polluant dans l'arrêté du 18 décembre 1992 relatif au stockage de classe 1 a été réalisé selon la procédure normalisée NF X 31-210. Cette procédure prévoit la mise en contact de 100 g de sol avec 1 l d'eau déminéralisée, puis un renouvellement à deux reprises de l'éluat par 1 l d'eau déminéralisée après 16 h de contact.

Les trois extraits ainsi obtenus sont immédiatement filtrés à 1,2 µm. Ils font ensuite l'objet d'une mesure du pH et de la conductivité avant d'être rassemblés en quantités équivalentes en un seul éluat moyen représentatif, sur lequel portent les analyses. Les paramètres visés dans le cadre de l'admissibilité des déchets et des terres polluées en centre de classe 1 ont été analysés. Ces résultats sont confrontés aux seuils dans le tableau ci-après.

## Sol S8 : problématique "pollution accidentelle par PCB"

Paramètre	Méthode	S8 avant traitement		S8 SOLV		
		Valeur		Valeur		
pH	NF T 90-008	7,58 à 7,85		7,35 à 7,55		
Conductivité (µS/cm)	NF EN 27 888	1 432 à 362		1 275 à 357		
Paramètre	Méthode	S8 avant traitement		S8 SOLV		Seuils classe 1 (mg/kg MS)
		Concentration (mg/l)	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	Concentration (mg/l)	Fraction lixiviable (mg/kg MS)	
Fraction soluble	NF T 90-029 (résidu sec 100-105 °C)	112	2 960	123	3 650	100 000
COT	NF T 90-102	1,5	39,6	23,8	706	700
Indice phénol	NF T 90-109	< 0,01	< 0,3	< 0,01	< 0,3	100
<b>PCB</b>						
Équivalent arochlor 1232		< 0,00005	< 0,001	< 0,00005	< 0,0015	
Équivalent arochlor 1242		< 0,00005	< 0,001	< 0,00005	< 0,0015	
Équivalent arochlor 1248		< 0,00005	< 0,001	< 0,00005	< 0,0015	
Équivalent arochlor 1254		0,00455	0,12	< 0,00005	< 0,0015	
Équivalent arochlor 1260		< 0,000025	< 0,0007	0,00687	0,204	
PCB 28		<u>0,000075</u>	<u>0,002</u>	<u>0,00008</u>	<u>0,002</u>	
PCB 44		0,00003	0,0008	< 0,000005	< 0,0001	
PCB 52		<u>0,00016</u>	<u>0,004</u>	<u>0,00011</u>	<u>0,003</u>	
PCB 101		<u>0,00033</u>	<u>0,009</u>	<u>0,00052</u>	<u>0,015</u>	
PCB 105		< 0,000005	< 0,0001	< 0,000005	< 0,0001	
PCB 118		<u>0,00011</u>	<u>0,003</u>	<u>0,00019</u>	<u>0,0056</u>	
PCB 138		<u>0,00024</u>	<u>0,006</u>	<u>0,00126</u>	<u>0,0374</u>	
PCB 153		<u>0,00033</u>	<u>0,009</u>	<u>0,00179</u>	<u>0,0531</u>	
PCB 170		0,000031	0,0008	0,00037	0,011	
PCB 180		<u>0,000063</u>	<u>0,0017</u>	<u>0,00075</u>	<u>0,022</u>	
PCB 194		< 0,000005	< 0,0001	0,0001	0,003	
PCB 209		< 0,000005	< 0,0001	< 0,000005	0,00015	
<b>Somme [28, 52, 101, 118, 138, 153, 180]</b>		<b>0,0013</b>	<b>0,035</b>	<b>0,0047</b>	<b>0,14</b>	
Cyanures totaux	NF T 90-107	< 0,01	< 0,3	< 0,01	< 0,3	5
Chrome hexavalent	NF T 90-043	< 0,005	< 0,13	< 0,005	< 0,15	5
Chrome total	NF EN ISO 11885	< 0,002	< 0,05	< 0,002	< 0,06	50
Plomb	NF EN ISO 11885	< 0,002	< 0,05	0,055	1,63	50
Zinc	NF EN ISO 11885	< 0,002	< 0,05	0,005	0,15	250
Cadmium	NF EN ISO 11885	< 0,002	< 0,05	< 0,002	< 0,06	25
Nickel	NF EN ISO 11885	< 0,002	< 0,05	< 0,002	< 0,06	50
Arsenic	NF EN ISO 11885	< 0,005	< 0,13	0,024	0,71	10
Mercuré	NF EN 1483	< 0,0002	< 0,005	< 0,0002	< 0,006	5
Sulfates	NF EN ISO 10304	11	290	17,8	528	
Chlorures	NF EN ISO 10304	2	53	5,6	166	

### Caractérisation initiale du sol S8 - Essai de lixiviation NF X 31-210

## Sol S8 : problématique "pollution accidentelle par PCB"

---

L'essai de lixiviation a été effectué sur le sol S7 présentant un contenu total en PCB de l'ordre de 60 mg/kg MS. L'analyse du lixiviat montre une fraction lixiviable en PCB relativement faible.

Le test effectué sur le sol traité par solvant (dont le contenu total est de l'ordre de 50 mg/kg MS) met en évidence une augmentation de la fraction lixiviable (facteur 3). On observe également une fraction lixiviable importante pour le carbone organique, cette fraction dépassant le seuil d'acceptation en classe 1.

### Essais de percolation - Sol S8

#### Objectifs

Le relargage en polluants à l'équilibre local des sols pollués compactés et saturés en eau a été étudié à l'aide d'un dispositif en colonne, selon un protocole inspiré des normes européennes en cours de développement pour les déchets. L'étude porte sur la dynamique du relargage par percolation d'eau déminéralisée au travers des sols pollués.

#### Procédure d'essais

Le compactage est réalisé en dix couches de 4 à 5 cm d'épaisseur. L'énergie de compactage est transmise par la chute d'une charge de 950 g depuis une hauteur fixée à 28 cm, sur un disque recouvrant toute la surface de la colonne. Le nombre de chutes est maintenu à trois (après aplanissement de la surface à compacter) pour toutes les couches.

L'essai a été effectué avec 5,1 kg de sol S8 tamisé à 20 mm (ce qui correspond à 4,5 kg de sol sec) dans une colonne de 10 cm de diamètre alimentée par le bas à débit constant d'environ 20 ml/h, soit  $0,1 \text{ L/S.j}^{-1}$ .

Les percolats ont été recueillis au sommet de la colonne après une période de saturation de 72 heures. Les percolats recueillis après renouvellement de l'eau, permettant de suivre la dynamique du relargage, correspondent aux rapports liquide / solide cumulés de 0,5 ; 1,0 et 2,0.

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat moyen L / S 2,0	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
pH	NF T 90-008		11,0	10,5	10,9	11,1			
COT	NF T 90-102	mg/l		13	7,2	4,7	23,1	70	-
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,035	0,5	0,1
<b>PCB</b>									
Équivalent arochlor 1232				< 0,00005	< 0,00005	< 0,00005			
Équivalent arochlor 1242				< 0,00005	< 0,00005	< 0,00005	< 0,0002		
Équivalent arochlor 1248				< 0,00005	< 0,00005	< 0,00005	< 0,0002		
Équivalent arochlor 1254				< 0,00005	< 0,00005	< 0,00005	< 0,0002		
Équivalent arochlor 1260				0,007	0,00827	0,0066	0,025		
PCB 28				< 0,000005	< 0,000005	< 0,000005	< 0,00002		
PCB 44				0,00001	0,000014	0,000007	0,000035		
PCB 52				0,00003	0,000024	0,000022	0,00008		
PCB 101				0,00022	0,00026	0,00019	0,00075		
PCB 105				< 0,000005	< 0,000005	< 0,000005	< 0,00002		
PCB 118				0,00011	0,00013	0,000096	0,00038		
PCB 138				0,00036	0,00044	0,00035	0,00132		
PCB 153				0,0004	0,00047	0,00036	0,00139		
PCB 170				0,00012	0,00015	0,00012	0,00045		
PCB 180				0,00021	0,00026	0,00021	0,00079		
PCB 194				0,000049	0,00007	0,000057	0,00021		
PCB 209				< 0,000005	< 0,000005	< 0,000005	< 0,00002		
<b>Somme [28, 52, 101, 118, 138, 153, 180]</b>				0,00133	0,00158	0,00123	0,0047	0,01	0,0001

Caractérisation initiale du sol S8 - Première mesure - Essai de percolation (page 1/2)

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat moyen L / S 2,0	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	0,027				0,054	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	< 0,005				< 0,01	-	-
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	<u>0,14</u>				0,28	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,01	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,01	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,01	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,01	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,025				0,05	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	0,085				0,17	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,01	0,3	-
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,005				< 0,01	0,3	-
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l	< 0,0001				< 0,02	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	79				158	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	36,5				73	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l (N)	< 0,2				< 0,4	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l (N)	1				2	25	4

Caractérisation initiale du sol S8 - Première mesure - Essai de percolation (page 2/2)

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat moyen L / S 2,0	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
pH	NF T 90-008			8,4	9,1	9,3			
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l						70	-
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l						0,5	0,1
<b>PCB</b>									
Équivalent arochlor 1232				< 0,00005	< 0,00005	< 0,00005	< 0,0001		
Équivalent arochlor 1242				< 0,00005	< 0,00005	< 0,00005	< 0,0001		
Équivalent arochlor 1248				< 0,00005	< 0,00005	< 0,00005	< 0,0001		
Équivalent arochlor 1254				0,0168	< 0,00005	< 0,00005	< 0,0001		
Équivalent arochlor 1260				0,00007	0,0195	0,0243	0,0084		
PCB <u>28</u>				< 0,000005	0,00001	0,00002	0,00002		
PCB 44				0,0001	0,00008	0,00008	0,00017		
PCB <u>52</u>				0,00008	0,00005	0,00006	0,00013		
PCB <u>101</u>				0,00017	0,00018	0,00034	0,00052		
PCB 105				< 0,000005	< 0,000005	< 0,000005	< 0,00001		
PCB 118				0,00018	0,00046	0,00061	0,00093		
PCB 138				0,00149	0,00183	0,00216	0,00382		
PCB <u>153</u>				0,00157	0,00181	0,00222	0,00391		
PCB 170				0,00063	0,00067	0,00081	0,00146		
PCB <u>180</u>				0,00111	0,00125	0,00132	0,0025		
PCB 194				0,0002	0,00021	0,00024	0,00044		
PCB 209				< 0,000005	< 0,000005	< 0,000005	< 0,00001		
<b>Somme [28, 52, 101, 118, 138, 153, 180]</b>				0,0046	0,0056	0,0067	0,0118	0,01	0,0001

Caractérisation initiale du sol S8 - Deuxième mesure - Essai de percolation (page 1/2)

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat moyen L / S 2,0	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l						0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l						-	-
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l						0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l						0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l						1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l						0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l						0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l						0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l						0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l						0,3	-
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l						0,3	-
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l						0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l						1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l						1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l (N)						300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l (N)						25	4

Caractérisation initiale du sol S8 - Deuxième mesure - Essai de percolation (page 2/2)

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat moyen L / S 2,0	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
pH	NF T 90-008		9,1	9,5	9,4	9,7			
<b>COT</b>	NF T 90-102	mg/l		20,5	9,1	5,8	23,1	70	-
Indice phénol	NF T 90-109	mg/l		< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,035	0,5	0,1
<b>PCB</b>									
Équivalent arochlor 1232				< 0,00005	< 0,00005	< 0,00005	< 0,0001		
Équivalent arochlor 1242				< 0,00005	< 0,00005	< 0,00005	< 0,0001		
Équivalent arochlor 1248				< 0,00005	< 0,00005	< 0,00005	< 0,0001		
Équivalent arochlor 1254				< 0,00005	< 0,00005	< 0,00005	< 0,0001		
Équivalent arochlor 1260				0,00579	0,00816	0,00642	0,0134		
PCB <u>28</u>				<u>0,00004</u>	<u>0,00002</u>	<u>0,00002</u>	<u>0,00005</u>		
PCB 44				0,00001	0,00007	0,00004	0,00008		
PCB <u>52</u>				<u>0,00003</u>	<u>0,00004</u>	<u>0,00005</u>	<u>0,00009</u>		
PCB <u>101</u>				<u>0,00016</u>	<u>0,0002</u>	<u>0,00021</u>	<u>0,00039</u>		
PCB 105				0,00006	0,00008	0,00001	0,00006		
PCB 118				<u>0,0002</u>	<u>0,0002</u>	<u>0,00028</u>	<u>0,00048</u>		
PCB 138				<u>0,00067</u>	<u>0,00079</u>	<u>0,00082</u>	<u>0,00155</u>		
PCB <u>153</u>				<u>0,0005</u>	<u>0,00071</u>	<u>0,00066</u>	<u>0,00126</u>		
PCB 170				0,00018	0,00019	0,00017	0,00025		
PCB <u>180</u>				<u>0,00032</u>	<u>0,00037</u>	<u>0,00031</u>	<u>0,00065</u>		
PCB 194				0,00004	0,00005	0,00004	0,00009		
PCB 209				< 0,000005	< 0,000005	< 0,000005	< 0,00001		
<b>Somme [28, 52, 101, 118, 138, 153, 180]</b>				<u>0,0019</u>	<u>0,0023</u>	<u>0,0023</u>	<u>0,0044</u>	0,01	0,0001

Caractérisation initiale du sol S8 SOLV - Essai de percolation (page 1/2)

Analyses des percolats de colonne								Objectifs de traitement	
Paramètre	Méthode	Unité	Valeur percolat moyen L / S 2,0	L / S cumulé 0,5	L / S cumulé 1,0	L / S cumulé 2,0	Fraction relarguée (mg/kg MS)	Objectifs n°1 (mg/l)	Objectifs n°2 (mg/l)
Cyanures totaux	NF T 90-107	mg/l	0,024				0,048	0,3	0,05
Chrome hexavalent	NF T 90-043	mg/l	0,05				0,1	-	-
Chrome total	NF EN ISO 11885	mg/l	0,05				0,1	0,3	0,05
Plomb	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002				< 0,004	0,3	0,05
Zinc	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002				< 0,004	1,5	5
Cadmium	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002				< 0,004	0,03	0,01
Nickel	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002				< 0,004	0,3	0,05
Arsenic	NF EN ISO 11885	mg/l	0,017				0,034	0,5	0,1
Cuivre	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002				< 0,004	0,3	1
Molybdène	NF EN ISO 11885	mg/l	0,010				0,02	0,3	-
Cobalt	NF EN ISO 11885	mg/l	< 0,002				< 0,004	0,3	-
Mercure	NF EN ISO 10304	mg/l	< 0,0002				< 0,0004	0,005	0,001
Sulfates	NF EN ISO 10304	mg/l	193				386	1600	252
Chlorures	NF EN ISO 10304	mg/l	73,6				147	1300	202
Nitrates	NF EN ISO 10304	mg/l (N)	6,3				12,6	300	101
Azote ammoniacal	NF T 90-015	mg/l (N)	0,5				1	25	4

## Sol S8 : problématique "pollution accidentelle par PCB"

---

Le test de percolation a été effectué sur deux échantillons de sol non traité, le premier présentant une teneur en PCB de l'ordre de 60 mg/kg MS, le second présentant un contenu total de l'ordre de 1 500 mg/kg MS. On observe des concentrations en PCB (somme des congénères) plus importante pour le second échantillon que pour le premier échantillon. Cependant le rapport des concentration reste faible (3 à 6) comparé au rapport du contenu total (près de 25). Globalement les PCB sont assez peu mobiles. On observe également dans le percolat issu u premier échantillon, une concentration en chrome total de l'ordre de 0,14 mg/l.

Le traitement par extraction aux solvants ne permet pas d'atteindre les objectifs de traitement n°2 pour les PCB, les objectifs de traitement n°1 étant atteints. Pour les autres composés suivis, les concentrations dans les percolats sont inférieures aux objectifs de traitement n°2.

### Résultats des essais d'écotoxicité - Sol S8

#### Effet de S8 sur l'émergence et la croissance des végétaux supérieurs (norme ISO 11 269-2 Annexe B)

Les essais ont été réalisés sur des semences d'orge (*Hordeum vulgare*) et de cresson (*Lepidium sativum*). Les résultats de ces essais sont donnés en terme de :

- LOEC (plus faible concentration observée présentant un effet) : concentration en sol la plus faible utilisée dans les essais, à laquelle on observe un effet significatif de la substance sur l'émergence ou la croissance, par rapport au témoin ;
- NOEC (concentration sans effet observé) : concentration d'essai immédiatement inférieure à la plus faible concentration observée présentant un effet (LOEC).

S8			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	< 13,7 %	56,25 %
	LOEC	< 13,7 %	< 13,7 %
Inhibition de la croissance	NOEC	13,7 %	13,7 %
	CE 50	31,6 %	54,9 %

Le sol S8 présente une inhibition significative de la **germination** des semences d'orge dans une moindre mesure des semences de cresson.

## Sol S8 : problématique "pollution accidentelle par PCB"

---

Un effet significatif sur la **croissance** des végétaux (orge et cresson) est également constaté, les CE 50 (inhibition de 50 % de la croissance) de l'orge et du cresson étant respectivement de l'ordre de 30 % et 55 %, les plus faibles concentrations présentant un effet étant de 14 % environ (LOEC).

S8 SOLV			
Paramètre		Orge	Cresson
Inhibition de l'émergence	NOEC	11 %	100 %
	LOEC	< 11 %	100 %
Inhibition de la croissance	NOEC	11 %	*
	CE 50	70 %	> 100 %

\* Indéterminable

Dans les conditions expérimentales observées, l'échantillon de sol S8 SOLV n'a pas d'effet inhibiteur de la germination pour le cresson tout en provoquant une faible inhibition de la germination de l'orge.

La croissance du cresson n'est pas affectée par le sol S8 SOLV non dilué, mais on note un effet inhibiteur pour la croissance de l'orge à toutes les concentrations testées.

### Écotoxicité du percolat de S8 - S8 SOLV

L'écotoxicité de la solution obtenue à l'issue de la percolation correspondant à un rapport liquide/solide cumulé de 2,0 a été caractérisée par quatre types d'essais. Les résultats des essais Microtox<sup>®</sup>, daphnies et algues sont donnés en terme de proportion d'éluat dans le milieu des organismes testés qui fournit comme réponse, après une durée d'exposition donnée, un effet sur 50 % de la population d'organismes testés. Cette valeur est appelée Concentration Efficace pour 50 % de la population (CE 50).

Les effets sont différents suivant le test pratiqué :

- Dans le cas du test Microtox<sup>®</sup>, l'effet correspond à une inhibition de la bioluminescence,
- Dans le cas du test daphnies, l'effet correspond à une inhibition de la mobilité des daphnies,
- Dans le cas du test algues, l'effet correspond à une inhibition de croissance.

## Sol S8 : problématique "pollution accidentelle par PCB"

Les résultats de ces essais sont présentés ci-dessous :

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S 2,0) - Sol S8		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	18,15 % 19,19 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	> 90 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	25,28 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	Faible effet Faible effet

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol S8 présente une écotoxicité importante puisqu'une concentration inférieure à 20 % de ce percolat suffit pour inhiber l'activité lumineuse de 50 % de la population de *Vibrio fischeri* (dans les conditions normalisées) ; une dilution d'un quart de ce percolat suffit pour inhiber la croissance de 50 % de la population de l'algue d'eau douce *Pseudokirchneriella subcapitata* en 72 heures. Cependant, le percolat moyen est peu toxique pour *Daphnia magna*, puisque 90 % de ce percolat n'ont pas suffi pour agir sur la mobilité de 50 % de la population. En outre, l'effet génotoxique du percolat dans les conditions de l'essai Mutatox® n'a pas pu être clairement démontré.

Les résultats de ces essais mis en œuvre sur S8 SOLV sont présentés ci-dessous :

Écotoxicité du percolat moyen de colonne (L/S 2,0) - Sol S8 SOLV		
Paramètre	Méthode	Résultat
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai Microtox® CE50 15 min Essai Microtox® CE50 30 min	NF EN ISO 11 348-3	> 75 % > 75 %
<b>Écotoxicité aiguë</b> Essai daphnies CE50 24 h	NF EN ISO 6341	> 90 %
<b>Écotoxicité chronique</b> Essai algues CE50 72 h	NF T 90-375	> 80 %
<b>Génotoxicité</b> Sans activation Avec activation	Mutatox®	Présence d'effet (50-100 %) Absence d'effet

Le percolat résultant de l'essai de percolation en colonne du sol traité S8 SOLV ne présente plus d'effet toxique vis-à-vis des bactéries du test microtox, pas plus que vis-à-vis des daphnies, ni même des algues généralement plus sensibles.

## Protocole d'extraction et d'analyse des HAP

---

L'analyse des HAP (série des 16 EPA) a été réalisée en duplicat sur les échantillons de terre reçus, en partant de deux extractions sur deux échantillons différents. Les HAP sont extraits à partir d'une prise d'essai variant de 0,5 à 2 g (en fonction de l'hétérogénéité de l'échantillon et des concentrations) par un extracteur de type ASE (Accelerated Solvent Extractor 200, DIONEX) qui permet de réaliser une extraction solide/liquide à chaud et sous pression. L'extrait obtenu est tout d'abord évaporé avant d'être repris dans de l'acétonitrile. La détection et la séparation sont réalisées par chromatographie liquide haute performance (HPLC) couplée à un spectrofluorimètre et un détecteur UV/barrette de diodes.

### Extraction des HAP

Outre l'extracteur ASE (Accelerated Solvent Extractor 200, DIONEX), le matériel nécessaire à l'extraction est le suivant :

- des cellules d'extraction de 11 ou 22 ml,
- des filtres en cellulose pour les cellules d'extraction,
- des flacons de 40 ml servant à la récupération de l'extrait.

Le réactifs d'extraction sont :

- l'hexane,
- le dichlorométhane,
- le sable de Fontainebleau,
- l'azote.

Pour l'extraction, l'hexane et le dichlorométhane sont mélangés (50/50).

Les paramètres du programme d'extraction sont :

- Température du four recevant les cellules d'extraction : 100 °C
- Durée pour atteindre la température de la cellule : 5 minutes
- Pression d'extraction : 136 bars
- Durée de l'extraction à 100 °C sous 136 bars : 8 minutes
- Quantité de solvant servant à rincer la cellule après l'étape d'extraction exprimée comme un pourcentage du volume de la cellule : 70 %
- Durée de la purge de la cellule par de l'azote : 60 secondes
- Un cycle de rinçage automatique du système après chaque extraction.

## Dosage des HAP

La détection et la quantification sont réalisées par chromatographie liquide haute performance (HPLC). Le système chromatographique est composé :

- d'un injecteur automatique et d'une pompe haute pression (Waters 2690),
- d'une colonne travaillant en phase inverse avec un remplissage de silice greffée C18 de type VYDAC,
- d'un four thermorégulé à 30 °C,
- d'un détecteur spectrofluorimètre programmable en longueur d'onde (Waters 474),
- d'un détecteur UV à barrette d'iodes (Waters 996),
- d'un système d'acquisition et de traitement permettant la quantification des HAP.

A titre indicatif, le tableau ci-dessous présente les longueurs d'ondes utilisées par le spectrofluorimètre :

	$\lambda$ Ex (nm)	$\lambda$ Em (nm)
Naphtalène	280	340
Acénaphthylène	non détecté	
Acénaphthène Fluorène Phénanthrène	250	350
Anthracène Fluoranthène	237	440
Pyrène	333	382
Benzo(a)anthracène Chrysène	277	376
Benzo(b)fluoranthène Benzo(k)fluoranthène Benzo(a)pyrène	240	390
Di-benzo(ah)anthracène Benzo(ghi)pérylène	300	415
Indénopyrène	260	495

---

## 4 Validation et mise à jour de la méthode

Les travaux présentés dans les précédents chapitres ont conduit l'ADEME à éditer en 2003 une « Version test » du guide « Essais de traitement de sols », destinée à faire l'objet d'applications dans plusieurs cas distincts, et à organiser une réunion de présentation et d'échanges le 19 juin 2003 sur le thème « **Traitement des sols pollués : comment sécuriser le choix des techniques ?** » afin de faire connaître le guide et d'en proposer l'application.

Une seconde étape visant à valider la méthodologie proposée en version « test » a consisté en une application dans trois cas distincts de pollution de site. Les trois cas de pollution de site qui ont fait l'objet d'une application de la méthode ont porté sur les problématiques suivantes :

- Traitement d'une pollution mixte solvants chlorés / Hydrocarbures totaux ;
- Traitement in situ du site d'une ancienne usine à gaz ;
- Traitement in situ d'un site pollué par des composés organochlorés aliphatiques

Ces applications, menées par les bureaux d'étude Biobasic Environnement et BURGEAP, avec la participation de l'IFP et d'AKZO NOBEL, pour le compte d'entreprises industrielles, ont conduit à une révision du guide visant notamment à le rendre plus opérationnel.

Les résultats de ces programmes d'application aidés par l'ADEME ont été présentés à l'occasion de la conférence du 28 novembre 2006 intitulée « **Traitement des sols pollués : retours d'expérience sur la méthode « Traitabilité » de sélection des techniques et d'évaluation de leurs performances** » à l'occasion du salon POLLUTEC.

A l'issue de ces programmes d'application, un certain nombre d'améliorations ont été souhaitées et ont conduit à la mise à jour du guide méthodologique. Cette mise à jour a consisté à :

- Etendre l'application de la méthode au traitement de sources de pollution présentes dans la zone saturée, ce que la version initiale du guide ne prévoyait pas ;
- Intégrer les remarques et conclusions des trois programmes de validation de la méthode ;
- Intégrer la technique d'oxydation chimique in situ ;
- Constituer un format type de cahier des charges contenant les informations indispensables à collecter dans l'éventualité d'un ajout d'autres techniques de traitement de sols ;
- Restructurer le guide sous une forme évolutive pour le rendre plus facilement opérationnel. Cette nouvelle structure consiste en une version allégée du guide d'une part et un ensemble de documents d'appui d'autre part qui fournissent au Maître d'ouvrage les éléments documentaires et les cahiers des charges de caractérisations et essais en vue d'une sélection des techniques les plus appropriées pour le traitement du site concerné.

---

Cette mise à jour a été réalisée par INSAVALOR Division POLDEN avec la participation du Service Environnement et Procédés du BRGM et du Laboratoire de Génie Civil et Ingénierie Environnemental de l'INSA de Lyon :

---

**Laboratoire de Génie Civil et Ingénierie de l'environnement – INSA de Lyon**

**Belkacem BENADDA  
Otmane BOUDOUCHE**

---

**Service Environnement et Procédés – BRGM**

**Hervé GABORIAU  
Daniel HUBE  
Solène TOUZE**

---

## Liste des auteurs

Ce guide a été élaboré sous la direction de :  
Nadine DUESO et de Frédérique CADIÈRE (ADEME - Département Sites et Sols Pollués)

avec la collaboration de nombreux participants :  
Gérard ANTONINI, PROCEDIS - Daniel BALLERINI, IFP - Fabienne BATTAGLIA-BRUNET, BRGM  
Rémy BAYARD, INSA de Lyon - Belkacem BENADDA, INSA de Lyon - Denis BLANCHET, IFP  
Ottmane BOUDOUCHE, INSA de Lyon - Jean CARRE, Université Claude Bernard Lyon 1  
Blandine CLOZEL, BRGM - Pierre CONIL, BRGM - Stéfan COLOMBANO, BRGM  
Camille DUTHEIL, INSA de Lyon - Hervé GABORIAU, BRGM - Rémy GOURDON, INSA de Lyon  
Frank HAESELER, IFP - Mourad HAZI, Université de Technologie de Compiègne - Daniel HUBE, BRGM  
Ioannis IGNIATIADIS, BRGM - Jean-Marie LETOFFE, Université Claude Bernard Lyon 1  
Marcel ROPARS, IFP - Catherine SCHMITT, ENSAIA / INRA  
Christophe SCHWARTZ, ENSAIA / INRA - Jacques THIRY, COGEMA - Solène TOUZE, BRGM  
Emmanuel VERNUS, INSAVALOR - Division POLDEN

### L'ADEME en bref

L'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Énergie (ADEME) est un établissement public sous la tutelle conjointe du ministère de l'Écologie, de l'Énergie, du Développement durable et de la Mer et du ministère de l'Enseignement supérieur et de la Recherche. 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.



**Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Énergie**  
20, avenue du Grésillé - BP 90406  
49004 Angers Cedex 01  
[www.ademe.fr](http://www.ademe.fr)