

RAPPORT  
INERIS-DRC-15-140314-11768A

25/11/2016

**PROJET BIODÉPOL**  
**Comparaison entre outils et protocoles**  
**d'échantillonnage des eaux souterraines**  
**sur le site atelier de la Crau**

Région



Provence-Alpes-Côte d'Azur

**INERIS**

maîtriser le risque |  
pour un développement durable |



## **PROJET BIODéPOL**

### **Comparaison entre outils et protocoles d'échantillonnage des eaux souterraines sur le site atelier de la Crau**

Rapport réalisé dans le cadre du projet BIODéPOL co-financé par la Région PACA.

Liste des personnes ayant participé à l'étude : Loïc Esnault (ECOGEOSAFE).

## PRÉAMBULE





Le présent rapport a été établi sur la base des informations fournies à l'INERIS, des données (scientifiques ou techniques) disponibles et objectives et de la réglementation en vigueur.

La responsabilité de l'INERIS ne pourra être engagée si les informations qui lui ont été communiquées sont incomplètes ou erronées.

Les avis, recommandations, préconisations ou équivalent qui seraient portés par l'INERIS dans le cadre des prestations qui lui sont confiées, peuvent aider à la prise de décision. Etant donné la mission qui incombe à l'INERIS de par son décret de création, l'INERIS n'intervient pas dans la prise de décision proprement dite. La responsabilité de l'INERIS ne peut donc se substituer à celle du décideur.

Le destinataire utilisera les résultats inclus dans le présent rapport intégralement ou sinon de manière objective. Son utilisation sous forme d'extraits ou de notes de synthèse sera faite sous la seule et entière responsabilité du destinataire. Il en est de même pour toute modification qui y serait apportée.

L'INERIS dégage toute responsabilité pour chaque utilisation du rapport en dehors de la destination de la prestation.

	Rédaction	Vérification	Approbation
NOM	Benoit CHARRASSE et Fabrice QUIOT	Roger REVALOR	Martine RAMEL
Qualité	Ingénieurs de l'unité « Comportement des contaminants dans les sols et les matériaux »	Responsable de l'unité « Comportement des contaminants dans les sols et les matériaux »	Responsable du pôle "Risque et technologies durables" Direction des Risques Chroniques
Visa	 		

## TABLE DES MATIÈRES

<b>RESUME</b> .....	<b>16</b>
<b>ABREVIATIONS</b> .....	<b>21</b>
<b>1. CONTEXTE ET OBJECTIFS</b> .....	<b>23</b>
1.1 Le projet BIODéPOL.....	23
1.2 Objectifs de la comparaison menée entre outils et protocoles d'échantillonnage des eaux souterraines .....	23
<b>2. SURVEILLANCE DU MILIEU EAU SOUTERRAINE</b> .....	<b>24</b>
<b>3. POURQUOI CET EXERCICE DE COMPARAISON ?</b> .....	<b>25</b>
<b>4. MISE EN OEUVRE DE LA COMPARAISON</b> .....	<b>28</b>
4.1 Site atelier du projet BIODéPOL .....	29
4.1.1 Nature de la pollution.....	29
4.1.2 Contexte naturel .....	30
4.1.3 Historique de la pollution et mesures de gestion .....	31
4.2 Substances retenues .....	32
4.3 Outils et protocoles testés .....	33
4.3.1 Outils testés.....	33
4.3.2 Protocoles testés .....	46
4.3.3 Questions subsidiaires .....	47
4.4 Informations complémentaires : tuyaux de pompe et nettoyage des outils réutilisés .....	49
<b>5. DEFINITION DU PLAN D'ECHANTILLONNAGE ET CAMPAGNES     REALISEES</b> .....	<b>51</b>
5.1 Stratégie retenue.....	51
5.2 Plan d'échantillonnage (évolutif entre chaque campagne).....	53
5.2.1 Campagnes de comparaison menées .....	55
5.2.2 Purge des ouvrages .....	60
5.2.3 Flaconnage, conditionnement, transport et analyses .....	60
5.3 Remarques concernant l'incertitude du laboratoire .....	61
<b>6. MODALITES D'EXPLOITATION QUALITATIVE ET QUANTITATIVE POUR     L'OBJECTIF DE COMPARAISON</b> .....	<b>63</b>
6.1 Objectif .....	63
6.2 Représentation graphique .....	63
6.3 Exploitation statistique .....	64
<b>7. VALIDATION DE LA DEMARCHE</b> .....	<b>65</b>
7.1 Hypothèse n°1 - Evolution limitée de la qualité de la nappe (niveau 1) sur une période de 8 jours .....	65

7.2	Hypothèse n°2 - Evolution de la qualité verticale de la nappe sur 24 heures	69
7.3	Conclusion des essais sur la validation de la démarche	72
<b>8.</b>	<b>DESCRIPTION DU JEU DE DONNEES</b>	<b>74</b>
8.1	Description générale du jeu de données	74
8.2	Description du jeu de données par famille de composés	77
8.2.1	BTEX	77
8.2.2	Hydrocarbures volatils (>C5-C10)	78
8.2.3	HAP	80
8.2.4	HCT (<C10-C40)	81
<b>9.</b>	<b>RESULTATS - COMPARAISON DES OUTILS DE PRELEVEMENT</b>	<b>84</b>
9.1	Comparaison des outils pour un prélèvement Mononiveau	84
9.1.1	Représentation graphique - Approche par ouvrage et par composés	84
9.1.1.1	BTEX- Représentation graphique	87
9.1.1.2	Hydrocarbures volatils – Représentation graphique	91
9.1.1.3	HAP – Représentation graphique	93
9.1.1.4	Hydrocarbures >C10-C40 – Représentation graphique	96
9.1.2	Exploitation statistique	99
9.1.2.1	Comparaison 2 à 2 pour l'ensemble des composés	101
9.1.2.2	Comparaison 2 à 2 par famille de contaminants	103
9.1.2.2.1	Cas des BTEX	103
9.1.2.2.2	Cas des Hydrocarbures volatils	105
9.1.2.2.3	Cas des HAP	105
9.1.2.2.4	Cas des Hydrocarbures Totaux	107
9.1.3	Synthèse – Comparaison des outils Mononiveau	108
9.2	Comparaison des outils pour un prélèvement Multiniveaux	110
9.2.1	Représentation graphique - Approche par ouvrage et par composés	110
9.2.1.1	BTEX – Représentation graphique	112
9.2.1.2	Hydrocarbures volatils- Représentation graphique	113
9.2.1.3	HAP – représentation graphique	115
9.2.1.4	Hydrocarbures Totaux- Représentation graphique	119
9.2.2	Exploitation statistique	121
9.2.2.1	Comparaison 2 à 2 pour l'ensemble des composés	121
9.2.2.2	Comparaison 2 à 2 par famille de contaminants	123
9.2.2.2.1	Cas BTEX	123
9.2.2.2.2	Cas des Hydrocarbures Volatils	124
9.2.2.2.3	Cas HAP	124
9.2.2.2.4	Cas des Hydrocarbures Totaux	126
9.2.3	Synthèse – Comparaison des outils Multiniveaux	126
9.3	Protocoles testés	128
9.3.1	Protocole n°1 : Influence de la purge	128
9.3.1.1	Prélèvements après purge et 24 heures après purge	128

9.3.1.2	Influence de l'absence de purge sur le prélèvement des eaux souterraines .....	129
9.3.2	Protocole n°2 : Influence des débits de prélèvement.....	132
9.3.3	Protocole n°3 – Influence du protocole d'utilisation des Hydrasleeves...	133
9.4	Questions subsidiaires .....	136
9.4.1	Transport colloïdal/particulaire.....	136
9.4.1.1	Rappels sur les colloïdes .....	136
9.4.1.2	Fractionnement de la contamination .....	139
9.4.1.3	Synthèse transport colloïdal/particulaire.....	145
9.4.2	Influence des flux verticaux sur la stratification du panache.....	146
9.4.2.1	Mesure des flux verticaux au cours du temps sur plusieurs piézomètres.....	147
9.4.2.2	Influence des flux verticaux sur l'échantillonnage .....	150
9.4.2.3	Synthèse sur l'influence des Flux verticaux sur la stratification du panache .....	156
<b>10.</b>	<b>ASPECT FINANCIER.....</b>	<b>159</b>
10.1	Prélèvements en mononiveau.....	159
10.1.1	Echantillonneurs passifs à l'équilibre.....	159
10.1.2	Echantillonneurs passifs instantanés .....	160
10.1.3	Echantillonneurs actifs .....	162
10.1.4	Synthèse - Aspect financier - Mononiveau .....	165
10.2	Prélèvement en multiniveaux .....	166
10.2.1	Tests préalables pour effectuer des prélèvements multiniveaux.....	166
10.2.2	Echantillonneurs passifs à l'équilibre.....	167
10.2.3	Echantillonneurs passifs instantanés .....	169
10.2.4	Echantillonneurs actifs .....	170
10.2.5	Synthèse - Aspect financier - Multiniveaux.....	171
<b>11.</b>	<b>CONCLUSION ET PERSPECTIVES.....</b>	<b>174</b>
<b>12.</b>	<b>REFERENCES .....</b>	<b>176</b>
<b>13.</b>	<b>LISTE DES ANNEXES.....</b>	<b>180</b>

## LISTE DES FIGURES

<i>Figure 1 : Localisation de la zone de l'accident au sein de la plaine de la Crau, cf. rond rouge en pointillés au centre (source : Géoportail, IGN).....</i>	<i>29</i>
<i>Figure 2 : Fractions massiques des composés et classes de composés dans le pétrole « Russian express » déversé en Crau en 2009 (ICF Environnement, 2009a) .....</i>	<i>30</i>
<i>Figure 3 : Piézomètres implantés au sein de la zone d'étude (à cette échelle 4 ouvrages en aval, vers l'ouest, ne sont pas représentés ici). La flèche en bleu représente le sens d'écoulement de la nappe de la Crau dans la zone d'étude... </i>	<i>32</i>
<i>Figure 4 : Pompe PP36 avec système Low Flow utilisée sur un puits de la plaine de la Crau (INERIS).....</i>	<i>34</i>
<i>Figure 5 : Pompe Gigant utilisée sur un puits de la plaine de la Crau (INERIS) ...</i>	<i>35</i>
<i>Figure 6 : Différentes configurations pour l'utilisation des packers dans le cadre de la présente étude : A- Prélèvement à différents niveaux de la nappe ; B – Prélèvement en fond d'ouvrage .....</i>	<i>36</i>
<i>Figure 7 : Système de pompe et packers utilisé sur la plaine de la Crau (INERIS) (a) Contrôleur d'air comprimé et batterie. (b) Pompe vessie entre packers.....</i>	<i>37</i>
<i>Figure 8 : Pompe péristaltique employée sur la plaine de la Crau (INERIS) .....</i>	<i>38</i>
<i>Figure 9 : Modes de fonctionnement des échantillonneurs passifs ; régime cinétique ou à l'équilibre d'après Booij et Smedes (2007). .....</i>	<i>39</i>
<i>Figure 10 : Triplicat de PDB mis en place sur un puits de la plaine de la Crau (INERIS) .....</i>	<i>40</i>
<i>Figure 11 : Membrane de dialyse mise en place sur un puits (INERIS) .....</i>	<i>41</i>
<i>Figure 12 : Membranes de LDPE mises en place sur un puits de la plaine de la Crau (INERIS) .....</i>	<i>42</i>
<i>Figure 13 : Bailer utilisé sur un puits de la plaine de la Crau (INERIS).....</i>	<i>43</i>
<i>Figure 14 : Hydrasleeve™ type "SKINNY SuperSleeve 2" employé sur un piézomètre de la plaine de la Crau (INERIS).....</i>	<i>44</i>
<i>Figure 15 : Préleveur pneumatique ou commandé utilisé sur un puits de la plaine de la Crau (INERIS).....</i>	<i>45</i>
<i>Figure 16 : Répartition des flux ambiants sur 142 ouvrages d'après Elci et al. (2003).....</i>	<i>48</i>
<i>Figure 17 : Mesure des flux verticaux lors de différentes campagnes au droit du PzB (septembre 2014, janvier 2015, août 2015) (donnée semi-quantitative) .....</i>	<i>52</i>
<i>Figure 18 : Contribution en % des différents horizons au droit de la crépine lors de différentes campagnes au droit du PzB (septembre 2014, janvier 2015, août 2015) (débit de pompage = 4l/min) (donnée qualitative) .....</i>	<i>52</i>
<i>Figure 19 : Représentation schématique des journées de prélèvement dans le cadre de la comparaison des outils de prélèvements (1<sup>er</sup> jour un lundi).....</i>	<i>54</i>
<i>Figure 20 : Représentation schématique des niveaux de prélèvement au sein d'un ouvrage – Prélèvement multiniveaux.....</i>	<i>55</i>
<i>Figure 21 : Ouvrages sélectionnés en fonction des différentes campagnes de prélèvement réalisées (sans échelle) .....</i>	<i>56</i>



Figure 22 : Présentation graphique type pour la comparaison des outils .....	64
Figure 23 : Evolution des paramètres physico-chimiques (température, pH, conductivité) au cours du temps au droit des piézomètres PzI et PzK.....	65
Figure 24 : Evolution de la concentration en >C10-C12, en naphtalène et en >C16-C20 au droit du PzI sur 8 jours .....	67
Figure 25 : Evolution de la concentration en >C10-C12, en naphtalène et en >C16-C20 au droit du PzK sur 8 jours.....	67
Figure 26 : Diagraphie réalisée au droit du PzL, avant purge dynamique (Av. Purge Dyn.), après purge dynamique (Ap. Purge Dyn.) et 24 h après la purge dynamique (24h Ap. Purge Dyn.). Les courbes en pointillées représentent $\pm 6\%$ de la conductivité, $\pm 0,1$ U pH, $\pm 10\%$ de la concentration en oxygène des valeurs obtenues par la diagraphie avant purge dynamique.....	70
Figure 27 : Diagraphie réalisée au droit du PzM, avant purge dynamique (Av. Purge Dyn.), après purge dynamique (Ap. Purge Dyn.) et 24 h après la purge dynamique (24h Ap. Purge Dyn.). Les courbes en pointillées représentent $\pm 6\%$ de la conductivité, $\pm 0,1$ U pH, $\pm 10\%$ de la concentration en oxygène des valeurs mesurées par la diagraphie avant purge dynamique.....	71
Figure 28 : Résultats supérieurs et inférieurs à la limite de quantification (LQ) pour les différents composés recherchés .....	75
Figure 29 : Répartition des données supérieures à la limite de quantification selon les ouvrages et les outils de prélèvements en fonction des familles de contaminants recherchées .....	76
Figure 30-A : Distribution des concentrations en BTEX (chaque point représente une valeur) ; B : Histogramme des concentrations ; C : Répartition des données selon les composés de la famille des BTEX.....	78
Figure 31-A : Distribution des concentrations en hydrocarbures volatils (chaque point représente une valeur) ; B : Histogramme des concentrations ; C : Répartition des données selon les différentes fractions d'hydrocarbures volatils (>C5-C10) .....	79
Figure 32 : A : Distribution des concentrations en HAP (chaque point représente une valeur) ; B : Histogramme des concentrations ; C : Répartition des données selon les différents HAP quantifiés.....	81
Figure 33 : A : Distribution des concentrations en hydrocarbures totaux (chaque point représente une valeur) ; B : Histogramme des concentrations ; C : Répartition des données selon les différentes fractions d'hydrocarbures (>C10-C40) .....	82
Figure 34 : Concentration en benzène selon plusieurs outils de prélèvement - Mononiveau.....	87
Figure 35 : Concentration en m,p-Xylène selon plusieurs outils de prélèvement - Mononiveau.....	89
Figure 36 : Concentration en o-Xylène selon plusieurs outils de prélèvement - Mononiveau.....	90
Figure 37 : Concentration en >C6-C8 selon plusieurs outils de prélèvement - Mononiveau.....	91
Figure 38 : Concentration en >C8-C10 selon plusieurs outils de prélèvement - Mononiveau.....	92

Figure 39 : Concentration en naphtalène selon plusieurs outils de prélèvement - Mononiveau.....	93
Figure 40 : Concentration en phénanthrène selon plusieurs outils de prélèvement – Mononiveau.....	94
Figure 41 : Concentration en >C10-C12 selon plusieurs outils de prélèvements - Mononiveau.....	96
Figure 42 : Concentration en >C12-C16 selon plusieurs outils de prélèvement - Mononiveau.....	97
Figure 43 : Exemple de valeurs communes (>LQ) utilisées pour la comparaison statistique de deux outils (2 à 2).....	99
Figure 44 : Echelle d'appréciation de la valeur du coefficient de corrélation. Si $r = -1$ : corrélation négative et parfaite ; si $r = 1$ : corrélation positive et parfaite ; si $r = 0$ : corrélation nulle .....	100
Figure 45 : Concentration en benzène selon plusieurs outils de prélèvements - Multiniveaux.....	112
Figure 46 : Concentration en >C6-C8 selon plusieurs outils de prélèvements - Multiniveaux.....	114
Figure 47 : Concentration en >C8-C10 selon plusieurs outils de prélèvements - Multiniveaux.....	115
Figure 48 : Concentration en naphtalène selon plusieurs outils de prélèvements – Multiniveaux.....	116
Figure 49 : Concentration en phénanthrène selon plusieurs outils de prélèvements - Multiniveaux .....	118
Figure 50 : Concentration en fluorène selon plusieurs outils de prélèvements - Multiniveaux.....	119
Figure 51 : Concentration en >C10-C12 selon plusieurs outils de prélèvements - Multiniveaux.....	120
Figure 52 : Comparaison des résultats pour des prélèvements réalisés après 24 heures de purge (Rpp) et après purge (Ap) par la pompe PP36 (A) et le Bailer (B). Les lignes grises indiquent l'intervalle de confiance selon la régression de Deming. La ligne rouge représente le modèle (équation $ax + b$ ) ; la ligne grise en pointillé représente une régression parfaite entre les outils testés (1:1).....	129
Figure 53 : Concentrations obtenues selon un prélèvement avant purge (Avp) et après purge (Ap) par la pompe PP36.....	130
Figure 54 : Concentrations obtenues selon un prélèvement avant purge (Avp) et après purge (Ap) par le Bailer.....	131
Figure 55 : Concentrations mesurées en fonction des différents débits testés...	133
Figure 56 : Comparaison des résultats pour les outils Hydrasleeve 72H et Hydrasleeve Instantané (Inst.). Les lignes grises indiquent l'intervalle de confiance selon la régression de Deming. La ligne rouge représente le modèle (équation $ax + b$ ) ; la ligne grise en pointillé représente une régression parfaite entre les outils testés (1:1).....	134
Figure 57 : Distributions des tailles des différents types de colloïdes et particules présents dans l'environnement d'après Lead et Wilkinson (2007) et domaine de prélèvement des outils (PDB, Dialyse et PP36).....	137

<i>Figure 58 : Origine des colloïdes dans l'eau interstitielle d'un sol d'après Buffle et Leppard (1995).....</i>	<i>138</i>
<i>Figure 59 : Concentration des composés (HAP, BTEX, fractions d'hydrocarbures) selon les différentes méthodes de prélèvements .....</i>	<i>141</i>
<i>Figure 60 : Domaine de prélèvement (limite physique de l'outil) des PDB, membrane de dialyse et pompe PP36 en lien avec le calcul des pourcentages pour chaque fraction (Eq.A, Eq. B, Eq. C).....</i>	<i>142</i>
<i>Figure 61 : Pourcentage de la concentration en composés selon les seuils de coupures des différents outils utilisés.....</i>	<i>143</i>
<i>Figure 62 : Proportion (%) de composés libres (dissous, &lt;1 nm)) dans les eaux souterraines en fonction du LogK<sub>ow</sub> des composés.....</i>	<i>144</i>
<i>Figure 63 : Flux verticaux mesurés en août 2014, janvier et juin 2015 au droit du PzB, et coupe lithologique (données semi-quantitatives).....</i>	<i>147</i>
<i>Figure 64 : Flux verticaux mesurés en août 2014, janvier et juin 2015 au droit du PzH et coupe lithologique (données semi-quantitatives).....</i>	<i>148</i>
<i>Figure 65 : Flux verticaux mesurés en août 2014, janvier et juin 2015 au droit du PzJ et coupe lithologique (données semi-quantitatives).....</i>	<i>149</i>
<i>Figure 66 : Description du dispositif MLPS équipé par des PDB (A). Mise en place du dispositif dans un ouvrage de 2,5 pouces (B).....</i>	<i>150</i>
<i>Figure 67 : Concentrations verticales en naphtalène au droit du PzB et flux verticaux associés. PDB = passifs sans support, PDB-MLPS = PDB sur support MLPS .....</i>	<i>151</i>
<i>Figure 68 : Concentrations verticales en naphtalène au droit du PzH et flux verticaux associés. PDB = passifs sans support, PDB-MLPS = PDB sur support MLPS .....</i>	<i>152</i>
<i>Figure 69 : Représentation schématique du terme source (flottant), du panache associé (horizontal au sens d'écoulement de la nappe) et des zones de prélèvements réalisés (plusieurs niveaux) au droit des ouvrages PzB, PzH et PzJ en février 2015 (proportions respectées dans l'axe vertical) .....</i>	<i>153</i>
<i>Figure 70 : Concentrations verticales en naphtalène au droit du PzI et flux verticaux associés. PDB = passifs sans support, PDB-MLPS = PDB sur support MLPS .....</i>	<i>154</i>
<i>Figure 71 : Concentrations verticales en naphtalène au droit du PzJ et flux verticaux associés. PDB = passifs sans support, PDB-MLPS = PDB sur support MLPS .....</i>	<i>155</i>
<i>Figure 72 : Concentrations verticales en naphtalène au droit du PzK et flux verticaux associés. PDB = passifs sans support, PDB-MLPS = PDB sur support MLPS .....</i>	<i>156</i>
<i>Figure 73 : Répartition des flux verticaux sur 20 mesures (site de la Crau) .....</i>	<i>156</i>
<i>Figure 74 : Représentation schématique de l'influence des flux verticaux sur l'homogénéisation de la colonne d'eau .....</i>	<i>158</i>
<i>Figure 75 : Evolution du coût pour l'utilisation des dispositifs suivant plusieurs campagnes de prélèvement - Mononiveau .....</i>	<i>166</i>
<i>Figure 76 : Evolution du coût pour l'utilisation des dispositifs suivant plusieurs campagnes de prélèvement - Multiniveaux.....</i>	<i>172</i>

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Principaux travaux ayant orienté la démarche et les actions engagées par l'INERIS.....	27
Tableau 2 : Gamme de débits de prélèvements testés (sept. 2015) .....	47
Tableau 3 : Périodes de prélèvement, caractéristiques de la nappe, opérations réalisées et ouvrages concernés pour la comparaison et la délimitation du panache selon les campagnes de prélèvements.....	56
Tableau 4 : Listes des outils testés par ouvrage selon les différentes campagnes de prélèvements.....	58
Tableau 5 : Listes des protocoles testés par ouvrage selon les différentes campagnes de prélèvements.....	59
Tableau 6 : Analyse des différences entre les modalités avec un intervalle de confiance à 95% (test de Tukey, ANOVA).....	68
Tableau 7 : Domaine de validité de la démarche proposée – Possibilité de comparer les outils entre eux pour un prélèvement mono- et multiniveaux pour l'ensemble des composés caractérisés .....	73
Tableau 8 : Composés recherchés – Limites de Quantification (LQ) et méthodes d'analyses.....	74
Tableau 9 : Description du jeu de données pour la famille des BTEX .....	77
Tableau 10 : Description du jeu de données pour la famille des hydrocarbures volatiles.....	79
Tableau 11 : Description du jeu de données pour la famille des HAP .....	80
Tableau 12 : Description du jeu de données pour la famille des HCT .....	82
Tableau 13 : Comparaisons possibles entre les outils pour un prélèvement mononiveau (selon les composés ciblés par campagne et piézomètre).....	85
Tableau 14 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvement, des ouvrages et des familles de contaminants .....	101
Tableau 15 : Coefficients de corrélation entre les différentes méthodes de prélèvement – Jeu de données (toutes les familles de contaminants) .....	101
Tableau 16 : Réponses au test « Constante du modèle » – Jeu de données (toutes les familles de contaminants) .....	102
Tableau 17 : Réponses au test « Pente du modèle » - Jeu de données (toutes les familles de contaminants).....	102
Tableau 18 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvement, des ouvrages pour les BTEX .....	103
Tableau 19 : Coefficients de corrélation entre les différentes méthodes de prélèvement – Jeu de données BTEX.....	104
Tableau 20 : Réponses au test « Constante du modèle » – Jeu de données BTEX .....	104
Tableau 21 : Réponses au test « Coefficient de la pente du modèle » – Jeu de données BTEX .....	104

<i>Tableau 22 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvement, des ouvrages pour les Hydrocarbures Volatils</i>	105
<i>Tableau 23 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvement, des ouvrages pour les HAP</i>	105
<i>Tableau 24 : Coefficients de corrélation entre les différentes méthodes de prélèvement – Jeu de données HAP</i>	106
<i>Tableau 25 : Réponses au test « Constante du modèle » – Jeu de données HAP</i>	106
<i>Tableau 26 : Réponses au test « Coefficient de la pente du modèle » – Jeu de données HAP</i>	107
<i>Tableau 27 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvement, des ouvrages pour les Hydrocarbures Totaux</i>	107
<i>Tableau 28 : Comparaison possible entre les outils pour un prélèvement multiniveaux (selon les composés ciblés par campagne et piézomètre)</i>	111
<i>Tableau 29 : Nombre de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvements, des ouvrages et des composés – Prélèvement Multiniveaux</i>	121
<i>Tableau 30 : Coefficients de corrélation entre les différentes méthodes de prélèvement – Jeu de données (toutes les familles de contaminants) – Prélèvement Multiniveaux</i>	122
<i>Tableau 31 : Réponses au test « Constante du modèle » – Cas : toutes les familles de contaminants – Prélèvement Multiniveaux</i>	122
<i>Tableau 32 : Réponses au test « Coefficients de la pente du modèle » – Cas toutes les familles de contaminants – Prélèvement Multiniveaux</i>	122
<i>Tableau 33 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvements, des ouvrages pour les BTEX – Prélèvement Multiniveaux</i>	123
<i>Tableau 34 : Coefficients de corrélation entre les différentes méthodes de prélèvement – Jeu de données BTEX – Prélèvements Multiniveaux</i>	123
<i>Tableau 35 : Réponses au test « Constante du modèle » – Jeu de données BTEX – Prélèvements Multiniveaux</i>	124
<i>Tableau 36 : Réponses au test « Coefficient de la pente du modèle » – Jeu de données BTEX – Prélèvements Multiniveaux</i>	124
<i>Tableau 37 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvements, des ouvrages pour les Hydrocarbures Volatils – Prélèvement Multiniveaux</i>	124
<i>Tableau 38 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvements, des ouvrages pour les HAP – Prélèvement Multiniveaux</i>	125
<i>Tableau 39 : Coefficients de corrélation entre les différentes méthodes de prélèvement – Jeu de données HAP - Prélèvement Multiniveaux</i>	125
<i>Tableau 40 : Réponses au test « Constante du modèle » – Jeu de données HAP – Prélèvement Multiniveaux</i>	125
<i>Tableau 41 : Réponses au test « Coefficient de la pente du modèle » – Jeu de données HAP – Prélèvement Multiniveaux</i>	126

<i>Tableau 42 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvements, des ouvrages pour les Hydrocarbures Totaux - Prélèvement Multiniveaux.....</i>	<i>126</i>
<i>Tableau 43 : Nombre de couples de valeurs communes, coefficients de corrélation et réponses aux tests statistiques (coefficients du modèle) – Influence du prélèvement après purge et 24 heures après purge.....</i>	<i>129</i>
<i>Tableau 44 : Influence de la purge sur les prélèvements – Description des données et réponses au test ANOVA.....</i>	<i>131</i>
<i>Tableau 45 : Gamme de débits testés.....</i>	<i>132</i>
<i>Tableau 46 : Nombre de couples de valeurs communes, coefficients de corrélation– Influence du protocole n°3.....</i>	<i>135</i>
<i>Tableau 47 : Caractéristiques des principaux colloïdes organiques d'après Buffle et al. (1998).....</i>	<i>138</i>
<i>Tableau 48 : Tailles des pores des échantillonneurs passifs en fonction des outils de prélèvement.....</i>	<i>139</i>
<i>Tableau 49 : Coûts liés à la mise en place de PDB – prélèvement mononiveau</i>	<i>160</i>
<i>Tableau 50 : Coûts liés à la mise en place de membranes de dialyse – prélèvement mononiveau.....</i>	<i>160</i>
<i>Tableau 51 : Coûts liés à l'utilisation de bailer – prélèvement mononiveau.....</i>	<i>161</i>
<i>Tableau 52 : Coûts liés à l'utilisation d'un l'échantillonneur pneumatique – prélèvement mononiveau.....</i>	<i>161</i>
<i>Tableau 53 : Coûts liés à la mise en place d'Hydrasleeve™ – prélèvement mononiveau.....</i>	<i>162</i>
<i>Tableau 54 : Coûts liés à l'utilisation d'une pompe PP36 avec survolteur – prélèvement mononiveau.....</i>	<i>162</i>
<i>Tableau 55 : Coûts liés à l'utilisation d'une pompe péristaltique – prélèvement mononiveau.....</i>	<i>163</i>
<i>Tableau 56 : Coûts liés à l'utilisation du système packers (ou obturateurs) avec pompe à vessie – prélèvement mononiveau.....</i>	<i>164</i>
<i>Tableau 57 : Coûts liés à l'utilisation d'une pompe Gigant – prélèvement mononiveau.....</i>	<i>164</i>
<i>Tableau 58 : Bilan des coûts selon différents outils de prélèvement – Mononiveau. L'achat du matériel (réutilisable) n'a pas été considéré.....</i>	<i>165</i>
<i>Tableau 59 : Coûts liés à la réalisation de tests préalables pour des prélèvements multiniveaux (INERIS, 2011b).....</i>	<i>167</i>
<i>Tableau 60 : Coûts liés à la mise en place de PDB – prélèvement multiniveaux</i>	<i>168</i>
<i>Tableau 61 : Coûts liés à la mise en place de membranes de dialyse – prélèvement multiniveaux.....</i>	<i>168</i>
<i>Tableau 62 : Coûts liés à l'utilisation d'un l'échantillonneur pneumatique – prélèvement multiniveaux.....</i>	<i>169</i>
<i>Tableau 63 : Coûts liés à l'utilisation d'Hydrasleeve™ – prélèvement multiniveaux.....</i>	<i>169</i>
<i>Tableau 64 : Coûts liés à l'utilisation de la pompe PP36-LF – prélèvement multiniveaux.....</i>	<i>170</i>

*Tableau 65 : Coûts liés à l'utilisation du système packers avec pompe à vessie –  
prélèvement multiniveaux..... 171*

*Tableau 66 : Bilan des coûts selon différents outils de prélèvement – Multiniveaux.  
L'achat du matériel (réutilisable) n'a pas été considéré..... 171*

## RESUME

Le projet BIODéPOL, conduit en collaboration avec les bureaux d'études ECOGEO SAFE et ATGEO, porte sur l'étude des mécanismes de BIODégradation des POLLUANTS dans les eaux souterraines. Il a pour objectif d'évaluer la faisabilité opérationnelle de la mise en œuvre de l'atténuation naturelle comme mesure de gestion d'un site pollué, complétant ainsi les travaux menés dans le cadre du projet ATTENA sur les aspects pratiques.

BIODéPOL s'appuie sur un site atelier situé dans la plaine de la Crau (13), impacté par la rupture d'un pipeline de pétrole brut durant l'été 2009.

L'INERIS a mené entre 2014 et 2015 plusieurs campagnes d'échantillonnage, l'objectif de ce volet spécifique du projet étant de comparer les résultats obtenus à partir de différents dispositifs afin d'alimenter le retour d'expérience et l'état de l'art au niveau national, tout en rendant plus robuste la connaissance de la pollution sur le site et son évolution.

Les enseignements de cette démarche de comparaison sont présentés ci-après. Le travail mené dans le cadre de BIODéPOL est un exercice de démonstration sur un site bien précis, représentatif d'une pollution aux hydrocarbures. A ce stade, les résultats n'ont pas vocation à être généralisés. En effet, ces résultats doivent être confirmés dans d'autres situations ainsi qu'à l'échelle expérimentale.

### Démarche de comparaison

La démarche de comparaison menée repose sur l'acquisition d'un important jeu de données de concentrations, relatif à une gamme de valeurs étendue. Plusieurs campagnes ont été effectuées durant la période 2014-2015 sur le site atelier de BIODéPOL, dont 4 majeures, considérant à chaque fois plusieurs piézomètres. Les concentrations en BTEX, en HAP, en Hydrocarbures Volatils (>C5-C10) et en Hydrocarbures Totaux (>C10-C40) ont été recherchées.

De nombreux outils de prélèvement ont été utilisés dans le cadre d'une approche mononiveau puis multiniveaux : PDB « Passive Diffuse Bag », membrane de LDPE, membrane de dialyse, Hydrasleeve™, Bailer, échantillonneur pneumatique ou préleveur commandé, échantillonneur pneumatique à vessie associé à des obturateurs ou packers, pompe immergée PP36 avec système Low Flow, pompe Gigant, pompe péristaltique.

Certains aspects liés au protocole de prélèvement comme la purge de l'ouvrage ou encore le débit de prélèvement ont également été considérés.

La démarche de comparaison a *in fine* permis de dresser un bilan économique.



## Prélèvements en mononiveau

Les résultats acquis à ce stade sont issus d'une analyse descriptive et d'une analyse statistique des données de concentrations :

- Pour les BTEX : les outils employés donnent des résultats comparables au regard de l'incertitude du laboratoire et ceci pour différentes gammes de concentrations ;
- Pour les hydrocarbures volatils (C6-C8 et C8-C10) : les résultats sont comparables entre eux bien que la pompe péristaltique, et les PDB, présentent généralement des concentrations sous-estimées par rapport à celles obtenues à l'aide d'autres dispositifs ;
- Pour les HAP : les outils tels que la pompe PP36 seule, la pompe péristaltique, le Bailer, la pompe Gigant, l'échantillonneur pneumatique, la pompe PP36 avec le système Low Flow présentent des valeurs globalement similaires au regard des incertitudes du laboratoire. Des écarts plus importants sont observés avec les PDB, ce qui pourrait être liés à la présence de vecteurs colloïdaux qui limiteraient le domaine d'application pour ce type de dispositif passif (cf. seuil de coupure) ;
- Pour les hydrocarbures >C10-C40, la comparaison entre les outils a seulement pu être réalisée en considérant les fractions >C10-C12 et >C12-C16. De même que pour les HAP, les outils tels que la pompe PP36, la pompe péristaltique, le Bailer, la pompe Gigant, l'échantillonneur pneumatique, la pompe PP36 avec le système Low Flow présentent des valeurs globalement similaires au regard des incertitudes du laboratoire. La pompe péristaltique donne dans l'ensemble des concentrations plus faibles ou sous-estimées par rapport aux outils cités précédemment. Les échantillonneurs passifs (PDB et membrane de dialyse) présentent les plus faibles concentrations.

Ces résultats indiquent que l'hypothèse de la volatilisation au cours du prélèvement au niveau superficiel de la nappe peut être écartée au vu des similitudes entre les outils pour le cas des BTEX notamment (benzène en particulier).

Des essais complémentaires ont permis de mettre en évidence la présence d'un transport colloïdal sur ce site, spécialement pour les composés avec un  $\log K_{ow} \geq 3,92$ . En outre, les fractions d'hydrocarbures (>C10-C12 et >C12-C16) seraient également transportées à plus de 50% par des colloïdes/particules. Des écarts constatés pour certains HAP et certaines fractions hydrocarbures, entre les échantillonneurs passifs dits à l'équilibre (PDB, membranes de dialyse, LDPE) et les autres dispositifs, pourraient être attribués à la présence de colloïdes/particules dans les eaux souterraines (non pris en compte par ces derniers).

Bien que les échantillonneurs passifs à l'équilibre (PDB, membrane de dialyse) aient un domaine de prélèvement limité (cf. présence d'un transport colloïdal/particulaire), ils présentent au regard du bilan économique effectué les plus faibles coûts pour réaliser une campagne de prélèvement mononiveau. De façon plus générale, les systèmes jetables (bailer, pompe Gigant, PDB, membrane de dialyse, Hydrasleeve™) apparaissent être les plus performants en

considérant les aspects techniques et financiers pour des prélèvements en subsurface impliquant une pollution hydrocarbure et le suivi de substances « traceurs » dissoutes (benzène, naphthalène).

### Prélèvements en multiniveaux

A noter que pour l'échantillonnage à plusieurs niveaux, le système associant une pompe à vessie et des packers ou obturateurs, n'a pas pu être installé sur les puits de diamètre 6 pouces. La comparaison des résultats obtenus à partir de cet outil a pu faire défaut dans certains cas. En effet, ce système a pour avantages de couper les flux verticaux dans l'ouvrage et de limiter la volatilisation (débit <0,5 L/min).

De même que précédemment, les résultats acquis à ce stade sont issus d'une analyse descriptive et d'une analyse statistique des données de concentrations (ici moins de données disponibles que précédemment) :

- Pour les BTEX : seuls les résultats pour le benzène ont été exploités. Globalement, les résultats obtenus par les différents outils sont similaires entre eux et aux différents niveaux de prélèvement, à noter généralement une homogénéité de la colonne d'eau ;
- Pour les hydrocarbures volatils : les concentrations retrouvées par les différents outils peuvent ici varier de manière plus importante que dans le cas du benzène, en particulier entre les échantillonneurs passifs à l'équilibre (PDB, membrane de dialyse) et les autres techniques (sous-estimation avec les échantillonneurs passifs testés). Toutefois, les concentrations en hydrocarbures volatils semblent être également homogènes sur toute la colonne d'eau ;
- Pour les HAP : de façon générale, les composés comme le naphthalène, le phénanthrène, et le fluorène semblent être présents sur toute la colonne d'eau et ne présentent pas d'hétérogénéité verticale. Globalement, les tendances observées sont les mêmes entre les outils de prélèvement bien que de nouveau une différence existe entre échantillonneurs passifs à l'équilibre (PDB, membrane de dialyse) et les autres techniques (en général sous-estimation avec les échantillonneurs passifs testés) ;
- Pour les hydrocarbures totaux : seules les données liées à la fraction >C10-C12 ont pu être exploitées. Des écarts significatifs sont également à noter entre les échantillonneurs passifs à l'équilibre (PDB, membrane de dialyse) et les autres techniques (sous-estimation avec les échantillonneurs passifs testés). Les résultats ne mettent pas en évidence une hétérogénéité verticale.

Dans le cas présent, hormis pour le cas de l'ouvrage PzB (ouvrage profond et de faible diamètre où le dispositif packers a pu être testé), les concentrations retrouvées aux différents niveaux tendent à montrer que les concentrations en composés suivis sur l'ensemble de la colonne d'eau sont homogènes. Les résultats acquis pour des prélèvements multiniveaux s'avèrent plus difficiles à interpréter, en l'absence de contrastes entre niveaux et en présence de flux verticaux qui évoluent dans le temps.. A noter qu'il n'y a pas toujours corrélation

entre l'existence de flux verticaux dans l'ouvrage et l'homogénéisation de la qualité de la nappe.

Afin d'apporter des éléments de réponse, l'INERIS, dans le cadre du projet, a développé un outil permettant de couper les flux verticaux aux profondeurs définies tout en utilisant des échantillonneurs passifs sur des puits de diamètre important (flux verticaux présents dans 75% des cas). Cet outil dénommé MLPS pour Multi-Level-Passive-Sampler permet de couper les flux verticaux à l'aide de joints téflon/PTFE et de fixer des échantillonneurs passifs à l'équilibre ou intégratifs. Dans certains cas, en comparant les résultats des prélèvements réalisés avec des PDB avec ou sans le support MLPS, il a pu être mis en évidence que la présence de flux verticaux au sein des ouvrages était responsable de l'homogénéisation constatée, mais ce n'est pas le cas général.

Il n'a pas été possible d'établir de relation directe entre l'intensité des flux verticaux (variation au droit de la colonne d'eau) et les concentrations observées (stratification).

Dans ce contexte, le système packers peut être vu comme une solution alternative permettant de s'affranchir de la problématique liée aux flux verticaux, qu'ils existent ou non dans l'ouvrage, mais également de la problématique plus générale de la purge pour les prélèvements mononiveau comme multiniveaux. Toutefois, l'outil testé dans le cadre de ce projet peut être considéré comme peu opérationnel, du fait de l'utilisation d'une pompe à vessie entre packers (temps de prélèvement important/coût élevé). En outre, lorsque ce système est utilisé sur un piézomètre équipé, l'existence de flux au sein du massif filtrant ne peut être écarté.

D'autres hypothèses ont ainsi été émises pour expliquer l'homogénéité des concentrations retrouvées aux différents niveaux de la nappe :

- L'expansion verticale du panache au cours de sa migration dans le milieu (dispersivité verticale élevée) ;
- La présence de flux verticaux dans l'espace annulaire, au sein du massif filtrant.

Par ailleurs, les tests exploratoires réalisés sur la purge de l'ouvrage avant prélèvement, montrent qu'il n'y pas de différence sur ce site sur les résultats entre un prélèvement effectué avant purge, après purge et 24 heures après purge (résultats reproductibles sur plusieurs campagnes).

Des essais ont également été effectués afin d'évaluer l'influence du débit sur la qualité des échantillons prélevés à l'aide d'une pompe immergée. Les débits de prélèvements testés sur une pompe PP36 étaient compris entre 0,67 et 5,9 L/min. Au regard des résultats, les débits compris dans cette gamme n'influenceraient pas la qualité des prélèvements pour l'ensemble des composés analysés, exceptés pour la fraction >C8-C10.

Il est important de préciser à ce stade que la représentativité d'un échantillon dépend également d'autres facteurs, et en particulier :

- De l'incertitude associée à l'étape d'échantillonnage en elle-même ;
- De l'incertitude associée à l'analyse en laboratoire.

L'incertitude en laboratoire est donnée par le laboratoire d'analyses et considérée dans le cadre de la démarche menée. Celle inhérente au prélèvement, plus difficile à quantifier, fera l'objet d'une évaluation spécifique dans le cadre de la poursuite de ces travaux.

Ces résultats ont permis d'acquérir de nombreuses données sur un site réel, de mettre en place une démarche de comparaison et d'en tirer un retour d'expérience. Le site étudié dans le projet BIODéPOL concerne une typologie de pollution aux hydrocarbures et un contexte sédimentaire/alluvial qui sont représentatifs de nombreux sites pollués en France. Toutefois, ces enseignements doivent être vérifiés dans d'autres situations. L'INERIS mène donc en parallèle un autre projet qui se poursuit jusqu'en 2017, associant différents partenaires, et dont l'un des principaux objectifs est aussi la comparaison des outils et protocoles d'échantillonnage des eaux souterraines. D'autres sites réels sont impliqués ainsi qu'une cuve expérimentale de 12 m<sup>3</sup>. A ce jour, les premiers résultats acquis en mononiveau tendent à confirmer ceux présentés ici pour ce qui est du benzène et du naphtalène (deux substances généralement retenues comme traceurs de pollution aux hydrocarbures, sous forme dissoute).

Comme indiqué, le travail mené dans le cadre de BIODéPOL est un exercice de démonstration sur un site bien précis. A ce stade, ces résultats n'ont pas vocation à être généralisés à toutes les opérations de prélèvement effectuées au niveau national, ils viennent consolider une démonstration de gestion par AN. Mais les travaux qui se poursuivent permettront d'enrichir les observations faites ici, d'illustrer d'éventuelles variabilités voire dans certains cas de formuler des recommandations avec pour ambition de faire évoluer les pratiques sur la base de données de qualité et en nombre conséquent.

## **ABREVIATIONS**

1, 2, 4 – TMB : 1,2,4-Trimethylbenzene  
ADEME : Agence De l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie  
AN : Atténuation Naturelle  
ATTENA : ATTEnuation NATurelle (Projet de recherche)  
B : Benzène  
Bailer-Rpp : Prélèvement effectué avec le bailer 24 heures après la purge  
Bailer-Ap : Prélèvement effectué avec le bailer après la purge  
Bailer-Avp : Prélèvement effectué avec le bailer avant la purge  
BE : Basses Eaux  
BIODéPOL : BIODégradation des POLLuants (Projet de recherche)  
BRGM : Bureau de Recherches Géologiques et Minières  
BTEX : Benzène, Toluène, Éthylbenzène et Xylènes  
COHV : Composés Organiques Halogenes Volatils  
COV : Composés Organiques Volatils  
EA : Environment Agency  
Fluo : Fluorène  
HAP : Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques  
HCT : Hydrocarbures Totaux  
HE : Hautes Eaux  
Hydrasleeve™-72H : Hydrasleeve™ récupéré après 72 heures  
Hydrasleeve™-Inst. : Hydrasleeve™ récupéré suite à leur mise en place  
ICPE : Installations Classées pour la Protection de l'Environnement  
INERIS : Institut National de l'Environnement Industriel et des Risques  
INOX : Acier inoxydable  
ITRC : Interstate Technology & Regulatory Council  
LogK<sub>ow</sub> : Coefficient de partage entre l'octanol et l'eau  
LDPE : Low Density PolyEthylene  
LQ : Limite de Quantification  
ME : Moyennes Eaux  
MEEM : Ministère de l'Environnement, de l'Energie et de la Mer MLPS : MultiLevel Passive Sampler  
Napht : Naphtalène  
NF : Norme Française  
NGF : Nivellement Général de la France  
PACA : Provence-Alpes-Côte d'Azur  
PDB : Passive Diffuse Bag  
PE : PolyEthylène  
PEBD : PolyEthylène Basse Densité

PER : Pompe péristaltique

Phe : Phénanthrène

Pompe PP36-LF : Pompe PP36 utilisé avec le survolteur

Pompe PP36-Rpp : Prélèvement effectué avec la pompe PP36 24 heures après la purge

Pompe PP36-Ap : Prélèvement effectué avec la pompe PP36 après la purge

Pompe PP36-Avp : Prélèvement effectué avec la pompe PP36 avant la purge

PTFE : PolyTetraFluoroEthylene

PVC : PolyChlorure de Vinyle

SPMR : Société du Pipeline Méditerranée Rhône

SPSE : Société du Pipeline Sud-Européen

TCE : Tétra-Chloro-Éthylène

US-EPA : United States Environmental Protection Agency

VOICE : Validation d'Outils Innovants pour la Caractérisation et le suivi de la qualité des Eaux souterraines (Projet de recherche)

# **1. CONTEXTE ET OBJECTIFS**

## **1.1 LE PROJET BIODÉPOL**

Ce rapport est lié au projet BIODÉPOL (« Méthode dynamique et quantitative de suivi des mécanismes de BIODégradation des POLLuants dans les eaux souterraines ») et concerne l'échantillonnage des eaux souterraines sur le site atelier associé à ce projet. Il s'agit d'une zone s'étendant sur 5 hectares au sein de la plaine de la Crau dans les Bouches-du-Rhône (13). Cette zone a été impactée par la rupture d'un pipeline de pétrole brut appartenant à la Société du Pipeline Sud-Européen (SPSE) à l'été 2009.

BIODÉPOL est un projet en partie financé par la Région PACA qui a réuni ATGEO, ECOGEO SAFE et l'INERIS de 2014 à 2016. Comme indiqué par la suite, l'objectif final du projet était d'appliquer et de compléter sur le plan opérationnel le protocole national de gestion d'une pollution du milieu eau souterraine par atténuation naturelle. En effet, dans le cadre de l'étude d'un site pollué, que la pollution soit liée à une activité industrielle récente ou passée, les effets sur l'environnement concernent fréquemment le milieu eau souterraine. Afin de gérer au mieux les risques sanitaires et environnementaux, le choix de la méthode de gestion la plus adaptée est une étape cruciale. Une des solutions de gestion admise depuis 2007 par le Ministère en charge de l'environnement est l'Atténuation Naturelle (AN). Cette solution requiert néanmoins que certaines conditions soient réunies pour sa mise en œuvre : capacité du site à pouvoir dégrader les polluants concernés (de manière pérenne) ; compatibilité des enjeux sanitaires et environnementaux avec un traitement à long terme. Le projet ATTENA, qui s'est achevé en 2013 et auquel participait l'INERIS, portait sur l'élaboration d'un protocole de gestion d'un site pollué par atténuation naturelle. Bien que ce protocole détermine les phases clés à valider afin de qualifier puis quantifier les phénomènes naturels régissant le comportement des polluants sur les sites, il reste incomplet sur les aspects pratiques.

## **1.2 OBJECTIFS DE LA COMPARAISON MENEÉ ENTRE OUTILS ET PROTOCOLES D'ECHANTILLONNAGE DES EAUX SOUTERRAINES**

Le projet BIODÉPOL a pour objectif final d'évaluer la faisabilité opérationnelle de mise en œuvre de l'AN comme mesure de gestion, en particulier sur le site atelier, complétant ainsi les travaux menés dans le cadre du projet ATTENA sur les aspects pratiques, tout en associant les approches hydrogéologiques, biogéochimiques et géophysiques (notamment via la mise en œuvre d'essais de faisabilité et de traitabilité à différentes échelles).

Dans ce cadre, l'INERIS a mené plusieurs campagnes d'échantillonnage au cours de la durée du projet, l'objectif de ce volet de BIODÉPOL étant notamment de comparer les résultats obtenus à partir de différents dispositifs afin d'alimenter le retour d'expérience et l'état de l'art au niveau national.

## **2. SURVEILLANCE DU MILIEU EAU SOUTERRAINE**

La surveillance de la qualité des eaux souterraines dans le domaine des ICPE et des sites pollués peut être conduite, selon le contexte de gestion, dans un cadre « préventif » ou dans un cadre « curatif ».

Dans le cadre d'une autorisation d'exploiter, le Préfet peut exiger de la part de l'exploitant le suivi de la qualité des eaux souterraines afin de réagir au plus vite à toute dégradation imputable à l'activité concernée ; ce suivi peut être qualifié de « préventif ». Dans un autre cadre, une pollution accidentelle des sols pourra elle aussi entraîner la réalisation d'un suivi destiné à déterminer s'il y a dégradation du milieu eau souterraine, l'ampleur de cette dégradation et son évolution du fait d'actions sur la source notamment ; ce suivi peut être quant à lui qualifié de « curatif ».

Quel que soit le cadre du suivi, la caractérisation ou le contrôle de la pollution des eaux souterraines sont conduits à partir de prélèvements au sein de la colonne d'eau (nappe), selon les recommandations de la norme qui s'applique (AFNOR NF X31-615<sup>1</sup>). L'accès à ce milieu « caché » s'effectue à partir d'un ouvrage spécifique dénommé « piézomètre ».

Au cours de cette démarche, la représentativité d'un échantillon d'eau souterraine s'avère essentielle, or, cette représentativité est en partie liée aux outils et protocoles de prélèvement employés. La norme AFNOR NF X31-615 intègre différentes recommandations sur ce point, toutefois, certaines questions perdurent et la profession manque de données de comparaison quantifiées afin de clarifier certains choix portant sur les outils (actifs, passifs) et protocoles (prélèvement unique ou multiniveaux, débit de purge et de prélèvement, filtration, décantation, etc.) les plus adaptés à la situation rencontrée.

L'INERIS a donc lancé des actions destinées à comparer des outils et des protocoles de prélèvement des eaux souterraines à plusieurs échelles, et à évaluer leurs performances. Deux projets, dont BIODÉPOL, - débutés respectivement en 2014 et 2015 ont pour ambition d'apporter des éléments de réponse. Le présent document concerne BIODÉPOL, ces résultats seront à terme intégrés dans un rendu de l'ensemble des travaux menés (en 2017-2018).

La démarche suivie par l'INERIS pour comparer les dispositifs d'échantillonnage vise à tester dans le cadre d'actions reproductibles dans le temps et dans l'espace :

- Ce qui est fait sur site aujourd'hui ;
- Ce qui est disponible mais peu employé à ce jour (faible retour d'expérience, coûts élevés, etc.) ;
- Ce que l'on peut développer (suivant les travaux de l'INERIS en particulier).

---

<sup>1</sup> Actuellement FD (Fascicule de Documentation : AFNOR FD X31-615), ce document devrait par la suite devenir une norme AFNOR (NF), il est actuellement en cours de révision.



Il est important de préciser à ce stade que la représentativité d'un échantillon dépend également d'autres facteurs, et en particulier :

- De l'incertitude associée à l'étape d'échantillonnage en elle-même ;
- De l'incertitude associée à l'analyse en laboratoire.

L'incertitude en laboratoire est donnée par le laboratoire d'analyses et considérée par la suite. Celle inhérente au prélèvement, plus difficile à quantifier, fera l'objet d'une évaluation spécifique dans le cadre de la poursuite des travaux.

### **3. POURQUOI CET EXERCICE DE COMPARAISON ?**

Il s'agit en premier lieu d'apporter des éléments quantifiés, permettant d'illustrer les variations susceptibles d'être observées de nos jours en terme de concentrations en polluants selon le recours à telle ou telle technique d'échantillonnage (intégrant outil et protocole retenus). Le travail réalisé dans le cadre de BIODéPOL conduit également à comparer les coûts, le temps nécessaire à la réalisation de l'échantillonnage et *in fine*, à évaluer la performance d'un outil (facilité ou difficulté de mise en œuvre, fragilité, etc.).

Comme indiqué précédemment, de nombreuses questions perdurent encore vis-à-vis du choix portant sur les outils et protocoles les plus adaptés à la situation rencontrée. En effet, certains phénomènes en liens avec l'AN peuvent conduire à privilégier un outil, un protocole plutôt qu'un autre, citons notamment :

- La volatilisation et la perte de substances volatiles au cours du prélèvement – il peut être recommandé de privilégier un débit très faible pour l'échantillonnage voire pour la purge de l'ouvrage ;
- La stratification verticale du panache de pollution – il peut être recommandé de mener un échantillonnage à plusieurs niveaux.

Ci-dessous sont présentés des éléments permettant de justifier la nécessité de mener ce type de comparaison.

#### **Focus sur l'influence du débit de prélèvement**

Des travaux antérieurs menés pour le compte de l'ADEME ont montré l'influence des débits sur la quantification des HAP. En effet, au cours de travaux de comparaison, la baisse du débit de prélèvement (1 m<sup>3</sup>/h et 0,2 à 0,3 m<sup>3</sup>/h) s'était traduite dans la majorité des cas par une augmentation de la concentration en HAP (cf. page 101, ADEME, 2005). Néanmoins, ce travail ne précise pas les substances concernées, l'outil et le protocole associés au prélèvement.

Pour rappel, les HAP généralement recherchés sont les 16 substances prioritaires dont la plus volatile est le naphthalène (substance semi-volatile s.s.).

Dans un précédent rapport de l'INERIS portant sur l'état des connaissances pour le prélèvement de substances volatiles dans les eaux souterraines (INERIS, 2012), la synthèse des recommandations existantes quant aux débits de prélèvement montrait que les débits recommandés variaient de 0,006 m<sup>3</sup>/h à 0,3 m<sup>3</sup>/h soit 0,1 L/min à 5 L/min selon les références. Des tests réalisés par la suite en 2013 à l'échelle du laboratoire, en collaboration avec un laboratoire Universitaire (Aix-Marseille Université) et se basant sur l'utilisation de plusieurs

dispositifs couramment employés, ont montré que les différences de concentrations en TCE obtenues à l'issue d'un prélèvement en colonne étaient faibles.

***L'influence du débit est donc connue mais les recommandations sont différentes selon les sources consultées et l'influence de ces variations sur le résultat final n'est pas quantifiée sur la base de campagnes reproductibles.***

### **Focus sur l'influence de la purge**

Actuellement, l'échantillonnage de l'eau souterraine dans un forage équipé en piézomètre doit être réalisé préférentiellement après la purge de celui-ci, lorsque cette opération permettant de renouveler l'eau dans l'ouvrage est réalisable, de façon à disposer d'un échantillon représentatif (et se prémunir d'échanges avec l'atmosphère au niveau de la surface libre, d'échanges avec le tubage, etc.).

La purge est généralement effectuée par pompage à l'aide de pompes immergées (INERIS, 2011a,b). Une purge standard consiste en un pompage de plusieurs fois le volume de puits, ici encore les recommandations diffèrent : 5 fois pour l'US-EPA (1991), entre 1 et 20 fois selon le fascicule de documentation AFNOR FD X31-615 (2000), entre 1 et 3 fois pour l'ISO 5667-11 (2009). La réalisation d'une purge doit également s'appuyer sur la stabilisation de certains paramètres physico-chimiques (pH, Eh, conductivité en particulier). L'étude de l'ADEME précitée a tenté d'évaluer l'influence de la position de la pompe (purge statique, purge dynamique c'est-à-dire en faisant varier la position de la pompe dans la colonne d'eau), du débit de purge, etc. Toutefois, les conclusions ne permettent pas actuellement de constater une évolution des pratiques.

Plusieurs documents préconisent l'utilisation d'une micro-purge voire l'absence de purge dans certains cas (Environment Agency, 2009). En effet, de nombreuses études ont montré qu'il était possible de prélever des échantillons d'eau souterraine qui soient représentatifs du milieu, sans purger, en particulier pour des milieux transmissifs (Robin and Gillham, 1987 ; Kearl *et al.*, 1992 ; Powells and Puls 1993).

***Ainsi, le choix et le mode de purge restent une question ouverte, les recommandations peuvent s'avérer différentes selon les sources consultées et là aussi l'influence de ces variations sur le résultat final n'est pas quantifiée sur la base de campagnes reproductibles.***

Le Tableau 1 mentionne les travaux cités ci-avant et d'autres qui ont conduit à présenter des outils, protocoles ou à comparer différentes techniques d'échantillonnage. Ces éléments ont servi de base à l'INERIS afin d'identifier les techniques à intégrer à la démarche (dispositif disponible, utilisation et retour d'expérience) et les actions à engager pour mener à bien ce travail de comparaison.

Tableau 1 : Principaux travaux ayant orienté la démarche et les actions engagées par l'INERIS

Année	Nature du document	Objet	Outils et protocoles testés	Substances	Nature des sites étudiés	
BRGM	1993	Guide technique	Guide pratique pour l'échantillonnage des eaux souterraines			
ADEME	2005	Programme de Recherche	Etudier l'effet perturbateur de la descente d'une sonde Comparer Représentativité des prélèvements selon l'outil testé les critères d'arrêt de purge l'influence des modalités de renouvellement de la colonne d'eau	Influence de la purge / Prélèvements à faibles débits et prélèvements multiniveaux Bailer, préleveur pneumatique et pompe immergé	Chlorures, Sulfates, Nitrates / COV dont COHV / Métaux (Zn, Cu et Pb) /	Sites industriels en activités ou friches industrielles / site minier / site agricole. Aquifères : milieux poreux / milieux fissurés
Dumble	2006	Programme de Recherche (US-EPA)	Comparer différentes techniques pour déterminer les COHV dans les eaux souterraines	DMLS, PDB, pompe immergée, pompe péristaltique, pompe à vessie	COHV	
ADEME	2007	Programme de Recherche (MACAOH)	Etude bibliographique sur les techniques de prélèvements des eaux souterraines en multiniveaux			
Wickert <i>et al</i>	2008	Programme de Recherche	Comparaison de plusieurs outils de prélèvement en multiniveaux	PDB, packer flexible, packer à deux niveaux, packer en disques multiniveaux	COHV	Aquifère alluvial
EA	2009	Guide technique	Fournir des lignes de conduites sur les méthodes et outils pour suivre des émissions liées à un centre de stockage de déchets			
Ghestem <i>et al</i>	2009	Programme de travail	Impact des opérations de prélèvement sur la variabilité des résultats Observation et évaluation des pratiques de prélèvements en eau souterraine	Pompe MP1, SQ3, Powerpurge 61, twister, hydrolift, watterra, pompe à vessie, SQ5	Nitrates / Pesticides / Métaux (Al, As, Co, Cr, Fe, Mo, Ni, Sb, Se, Sn, Ti, U, V, Pb, Zn) / Cations majeurs	
INERIS	2011a,b,c	Programme de Recherche (METROCAP)	Apporter des éléments d'informations sur l'utilisation de ces capteurs dans le cadre de la surveillance des eaux souterraines polluées	Comparaison des outils de prélèvements : Pompe MP1, PDB, dosimètre en céramique, SorbiCells	COHV	Aquifère alluvial
INERIS	2012	Appui au MEEM	Etude bibliographique sur les outils et les protocoles de prélèvement de substances volatiles dans les eaux souterraines			
INERIS	2014	Appui au MEEM	Comparer différents outils pour le prélèvement de substances volatiles - Essais en laboratoire	Prélèvement dans une colonne en verre d'un mélange eau / substance Bailer, pompe immergée PP36 avec Low Flow, pompe péristaltique, pompe Gigant et Whale	TCE	
ADEME	2014	Programme de Recherche	Capitalise les retours d'expérience acquis au cours des projets METROCAP, ATTENA et CityChlor pour le prélèvement des eaux souterraines par des échantillonneurs passifs			
INERIS	2015	Programme de Recherche (BIODéPOL)	Etude bibliographique sur les outils et les protocoles de prélèvement en multiniveaux dans les eaux souterraines			
AQUAREF (INERIS, LNE et Agence de l'eau Artois Picardie)	2016	Programme de travail	Evaluation de l'incertitude de mesure, incluant la contribution de l'échantillonnage dans le cadre des programmes de surveillance DCE (finalisation pour fin d'année 2016)			

#### **4. MISE EN OEUVRE DE LA COMPARAISON**

Comme explicité dans le chapitre précédent, la problématique à laquelle ce volet du projet BIODéPOL tente d'apporter des éléments de réponse, porte sur le choix d'outils et de protocoles opérationnels les plus adaptés à la situation rencontrée. Pour y parvenir, les travaux menés dans le cadre de BIODéPOL et qui se poursuivent portent sur :

- L'échantillonnage de substances organiques volatiles (BTEX en particulier) ;
- L'échantillonnage à partir de systèmes actifs ou passifs (pompe immergée ou PDB par exemple) ;
- L'échantillonnage ponctuel ou à plusieurs niveaux de la nappe ou colonne d'eau (pompe immergée à un niveau ou à plusieurs et entre obturateurs ou packers).

Outre ces aspects, des essais complémentaires ont été réalisés au cours de BIODéPOL afin d'apporter des éléments de réponse à d'autres questions plus spécifiques :

- L'influence de la purge ;
- L'influence du débit d'échantillonnage ;
- L'influence du transport particulaire, colloïdal ;
- L'influence des flux verticaux au sein de l'ouvrage.

La démarche globale repose sur l'acquisition d'un jeu de données important et pour une gamme de concentrations étendue, obtenu à partir de différentes techniques, mises en œuvre sous différentes conditions (hydrodynamiques et météorologiques), afin d'en extraire des tendances ou tout au moins des illustrations de la variabilité des résultats. Pour ce faire, plusieurs campagnes de prélèvements ont été effectuées durant la période 2014-2015 sur le site atelier de BIODéPOL (4 campagnes majeures), à partir de plusieurs piézomètres. Tous les ouvrages ont été mis en place « récemment », c'est-à-dire après l'accident de l'été 2009. Leurs caractéristiques sont similaires à celles des ouvrages généralement rencontrés dans le domaine des ICPE et des sites pollués : 2 à 6 pouces de diamètre (6 pouces pour des mesures d'urgence : pompage, écrémage et barrière hydraulique) ; 10 à 25 m de profondeur et une crépine sur l'ensemble de la colonne d'eau (piézomètre complet).

Les effets liés au flaconnage, au transport, à la conservation et à l'analyse ont été minimisés (laboratoire unique) afin de discriminer au mieux les effets liés aux « outils » et « protocoles ». Ici aussi, le choix a été fait de se placer dans les conditions classiques d'intervention dans le domaine des ICPE et des sites pollués, d'où le recours à un laboratoire « de routine » et non pas au laboratoire de l'INERIS ou à un laboratoire universitaire comme ce fut le cas précédemment (INERIS, 2014).

Le travail mené dans le cadre de BIODéPOL est un exercice de démonstration sur un site bien précis. A ce stade, ces résultats n'ont pas vocation à être généralisés à toutes les opérations de prélèvement effectuées au niveau national, ils viennent appuyer une démonstration de gestion par AN. Mais les travaux qui se poursuivent à l'échelle d'une cuve expérimentale et de plusieurs autres sites permettront de valider les observations faites ici, de formuler des recommandations avec pour ambition de faire évoluer la norme, les pratiques sur la base de données de qualité et en nombre conséquent.

#### 4.1 SITE ATELIER DU PROJET BIODÉPOL

Le site étudié appartient à la Crau de Miramas dans le département des Bouches-du-Rhône (13), il se trouve sur la commune de Saint-Martin-de-Crau au sein de la réserve naturelle des Coussouls de Crau.

A l'été 2009, de l'ordre de 5400 m<sup>3</sup> de pétrole brut du type « Russian express » se sont répandus sur le sol sur une surface de 5 hectares, une partie s'est infiltrée en profondeur dans l'aquifère.

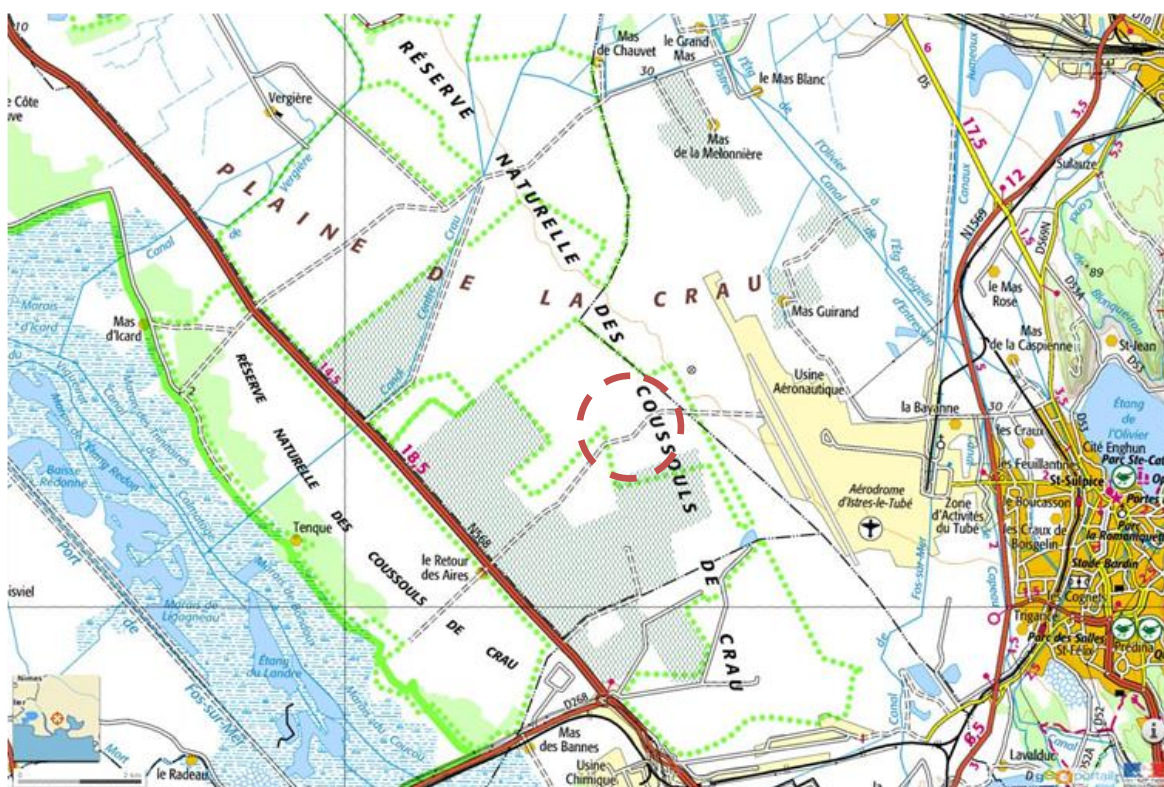
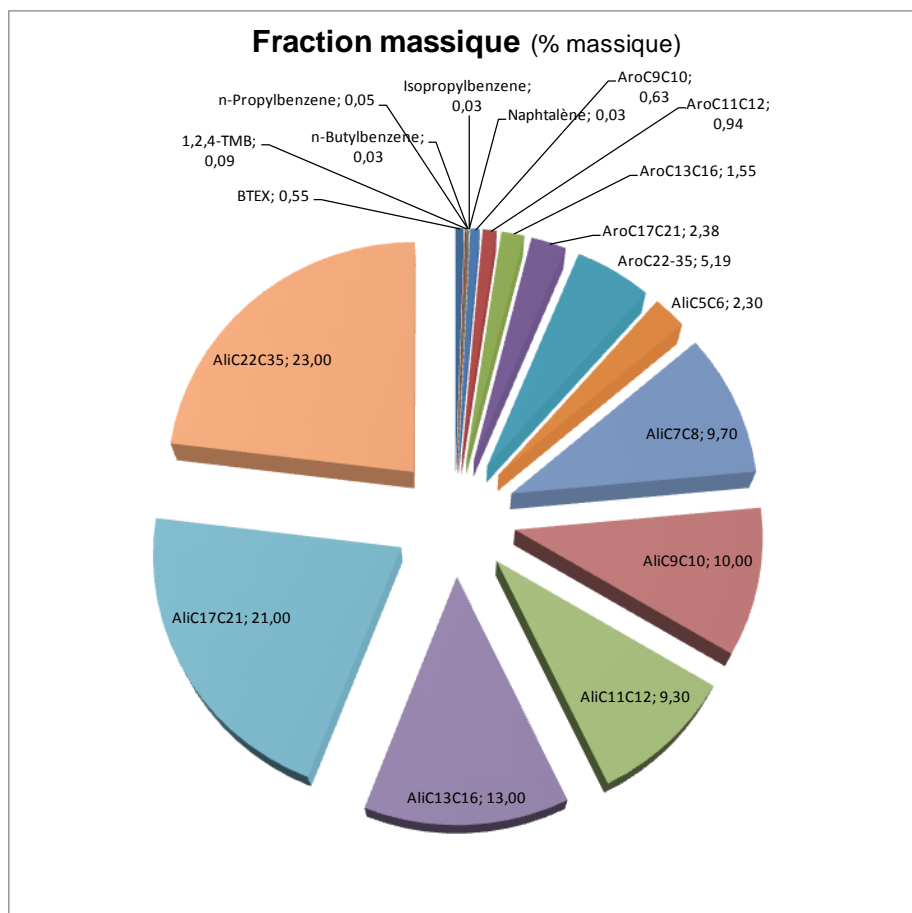


Figure 1 : Localisation de la zone de l'accident au sein de la plaine de la Crau, cf. rond rouge en pointillés au centre (source : Géoportail, IGN)

##### 4.1.1 NATURE DE LA POLLUTION

Le site atelier est marqué par la présence de nombreuses substances hydrocarbures. En effet, le pétrole brut du type « Russian express » a été caractérisé en 2009 par ICF Environnement (ICF Environnement, 2009a). Les fractions massiques des composés (BTEX, 1,2,4-TMB, ...) et les classes de composés (hydrocarbures aliphatiques et aromatiques) sont présentées dans la Figure 2.



*Figure 2 : Fractions massiques des composés et classes de composés dans le pétrole « Russian express » déversé en Crau en 2009 (ICF Environnement, 2009a)*

#### 4.1.2 CONTEXTE NATUREL

Sur la zone d'étude, qui s'étend en aval hydraulique du lieu de l'accident (vers l'Ouest), l'eau souterraine circule au sein de formations sédimentaires, il s'agit d'un aquifère de type alluvial (correspondant à un ancien lit de La Durance). La Crau de Miramas est décrite dans la notice de la carte géologique comme une formation de cailloutis à galets siliceux dominants. L'épaisseur des alluvions est variable de 0 à 5 m sur les bords, elle peut atteindre jusqu'à 20 à 30 m au centre. D'après une étude régionale du BRGM (1996) et en particulier une carte des isohypses du mur des cailloutis, le site est localisé au droit d'une crête de la base des cailloutis, l'épaisseur de cette formation aquifère est donc, à cet endroit, plus faible que de part et d'autre de la crête.

A partir des données des nombreux sondages réalisés, la géologie de la zone d'étude se compose des formations suivantes :

- De 0 à 10-15 mètres maximum : alternance de cailloutis cimentés (poudingue) et de cailloutis formés de galets et d'une matrice sablo-graveleuse plus ou moins limoneuse. Cette succession lithologique constitue la formation des cailloutis de la Crau de Miramas ;
- De 15 jusqu'à 35-40 mètres maximum : formations fines argilo-sableuses à cailloutis. Ces formations anté-cailloutis peuvent être attribuables aux formations tertiaires de l'Astien, Pliocène ;

- Sous ces formations : marnes à tendance argileuse ou sableuse contenant parfois des lentilles de sable plus ou moins indurées (grès). Ces formations peuvent être attribuables aux formations tertiaires du Miocène.

Les perméabilités mesurées à partir des essais de nappe réalisés sont comprises entre 5 et  $6 \cdot 10^{-4}$  m/s (ICF Environnement, 2009b). La vitesse d'écoulement mesurée via un essai de traçage est de l'ordre de 1,4 m/j (ICF Environnement, 2009b).

La nappe se situe à près de 9 m de profondeur, cette valeur fluctue de quelques mètres au gré des variations saisonnières.

#### **4.1.3 HISTORIQUE DE LA POLLUTION ET MESURES DE GESTION**

L'historique de la pollution est connu, l'accident industriel s'étant produit à l'été 2009. Après excavation d'une partie des sols impactés, une barrière hydraulique et un système de pompage/écrémage ont été mis en œuvre de septembre 2010 à l'été 2014, afin de contenir le panache et dépolluer la zone source ; ces mesures ont été arrêtées au démarrage du projet BIODéPOL.

Différentes investigations ont été menées afin de préciser notamment le contexte hydrogéologique au droit du site étudié avec en particulier : implantation d'un réseau de piézomètres avec relevés piézométriques et analyses chimiques, essais hydrauliques (traçage et essais de pompage), réalisation d'un modèle numérique (mis à jour dans le cadre du projet BIODéPOL compte tenu de l'arrêt des mesures d'urgence, barrière hydraulique et pompage/écrémage, (INERIS, 2016)).

Un réseau de 77 ouvrages a été implanté autour de la zone impactée entre 2009 et 2010 (cf. Figure 3). Ce réseau a permis de réaliser une surveillance concernant l'efficacité des mesures d'urgence, au démarrage du projet, en 2014, la fréquence de suivi était bimensuelle.

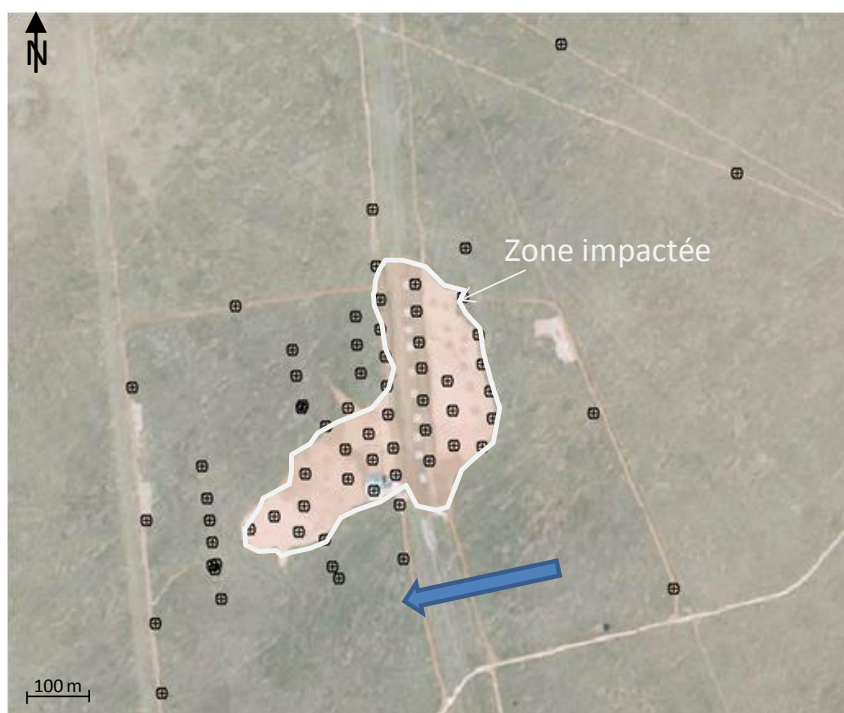


Figure 3 : Piézomètres implantés au sein de la zone d'étude (à cette échelle 4 ouvrages en aval, vers l'ouest, ne sont pas représentés ici). La flèche en bleu représente le sens d'écoulement de la nappe de la Crau dans la zone d'étude

## 4.2 SUBSTANCES RETENUES

Le site présente une pollution en hydrocarbures (pétrole brut du type « Russian express »). Ainsi, de nombreuses substances peuvent être considérées dans le cadre de cette comparaison. Cependant, afin de rationaliser le coût d'analyses, le temps d'exploitation et de faciliter la présentation des résultats, l'INERIS s'est basé sur la définition de traceurs pour réduire le nombre de substances à considérer dans la démarche. Cette démarche classique est également celle retenue depuis plusieurs années pour suivre l'efficacité des mesures d'urgence et l'évolution du panache de pollution sur le site.

Plusieurs familles de contaminants ont principalement été sélectionnées et notamment :

- Les BTEX – composés volatils ;
- Les 16 HAP – composés semi- à non volatils.

Outre ces deux familles de contaminants classiquement analysées dans les sites pollués en raison de leur toxicité et leurs propriétés physico-chimiques (volatilité, mobilité, ...), les hydrocarbures >C6-C10, fractionnés en >C5-C6, >C6-C8 et >C8-C10 (composés volatils) et l'indice d'hydrocarbure >C10-C40 et les différentes fractions d'hydrocarbures (aliphatiques et aromatiques confondus) ; >C10-C12, >C12-C16 ; > ; > C20-C24 ; > C24-C28 ; >C28-C32 ; > C32-C36 ; > C36-C40 (composés semi à non volatils) ont également été considérés.

Les propriétés physico-chimiques des composés sélectionnés sont disponibles sur le Portail Substances Chimiques de l'INERIS (<http://www.ineris.fr/substances/fr/>).



## 4.3 OUTILS ET PROTOCOLES TESTES

### 4.3.1 OUTILS TESTES

Au regard des outils employés par les bureaux d'études, de la bibliographie réalisée (cf. Tableau 1), des travaux en cours au sein de l'INERIS et enfin des questionnements posés (cf. chapitre 4), les dispositifs suivants ont été testés :

- PDB « Passive Diffuse Bag » ;
- Membrane de LDPE ;
- Membrane de dialyse ;
- Hydrasleeve™ ;
- Bailer (ou préleveur à usage unique à simple obturation) ;
- Échantillonneur pneumatique ou préleveur commandé (« Discrete interval sampler ») ;
- Échantillonneur pneumatique à vessie associée à des obturateurs ou packers ;
- Pompe immergée PP36 (PowerPurge 36) avec système Low Flow ;
- Pompe Gigant ;
- Pompe péristaltique.

Ces différents outils peuvent être regroupés en familles de préleveurs, avec :

- Les échantillonneurs actifs de types pompes immergés (pompe PP36, pompe Gigant, échantillonneur pneumatique à vessie) ;
- Les échantillonneurs actifs de type pompe de surface (pompe péristaltique) ;
- Les échantillonneurs passifs à l'équilibre (PDB, membrane de dialyse, membrane LDPE) ;
- Les échantillonneurs passifs dits instantanés (Hydrasleeve™, Bailer, échantillonneur pneumatique).

Les éléments qui suivent sont destinés à présenter certains dispositifs.

*Pour aller plus loin, à lire notamment :*

*« Mesure de la qualité des eaux souterraines à l'aide d'échantillonneurs passifs dans le contexte des sites pollués », (ADEME, 2014).*

*« Échantillonnage multiniveaux des eaux souterraines : état des connaissances et perspectives », rapport INERIS-DRC-14-140314-11198A (INERIS, 2014)*

### **Les échantillonneurs actifs de type pompe immergée**

Les pompes immergées sont les matériels de purge et de prélèvements les plus fréquemment utilisés. Elles peuvent fournir des hauteurs de refoulement et des débits importants suivant les modèles.

Trois modèles ont été testés et sont présentés ci-après.

#### **▪ Pompe PP36 avec système Low Flow**

Ce dispositif présenté dans la Figure 4, comprend :

- Une pompe immergée de 12 Volts en plastique de 46 mm de diamètre et de 508 mm de long. Ce type de pompe permet de réaliser des prélèvements à 36,5 m de profondeur. Elle délivre un débit maximum compris entre 10 et 18 L/min. Le débit diminue quand la hauteur manométrique augmente, et devient nul à la hauteur manométrique maximum spécifiée. Cette pompe fonctionne sur le principe de la force centrifuge. La pompe est constituée d'une roue à aubes mobile reliée à l'axe de transmission d'un moteur. Quand la roue tourne, l'eau contenue dans la roue est projetée par force centrifuge vers le tuyau d'exhaure, créant un vide partiel qui permet l'aspiration de l'eau de forage ;
- Un contrôleur de débit « Low Flow » (Proactive). Ce dispositif permet le réglage du débit (jusqu'à 0,1 L/min) de la pompe ;
- Une batterie 12 Volts.

Plusieurs modèles, similaires à celui utilisé, sont disponibles chez de nombreux fournisseurs. Les différences résident essentiellement dans la nature des matériaux de construction (plastique, inox) et dans la puissance de l'outil. En effet, certains modèles peuvent atteindre des hauteurs manométriques supérieures à 60 m assumant des débits de 15 L/min.



*Figure 4 : Pompe PP36 avec système Low Flow utilisée sur un puits de la plaine de la Crau (INERIS)*

### ▪ **Pompe Gigant**

Ce dispositif est présenté dans la Figure 5 et comprend :

- Une pompe 12 Volts de 46 mm de diamètre et de 508 mm de long. ce dispositif permet préférentiellement de prélever des eaux de nappe à faible hauteur manométrique (<12 m). En surface, elle délivre un débit de 8 L/min qui diminue avec la profondeur ;
- Une batterie de 12 Volts.

Un autre modèle, le modèle Whale, comparable à celui utilisé, est également disponible chez un autre fournisseur. Les caractéristiques techniques sont similaires.



*Figure 5 : Pompe Gigant utilisée sur un puits de la plaine de la Crau (INERIS)*

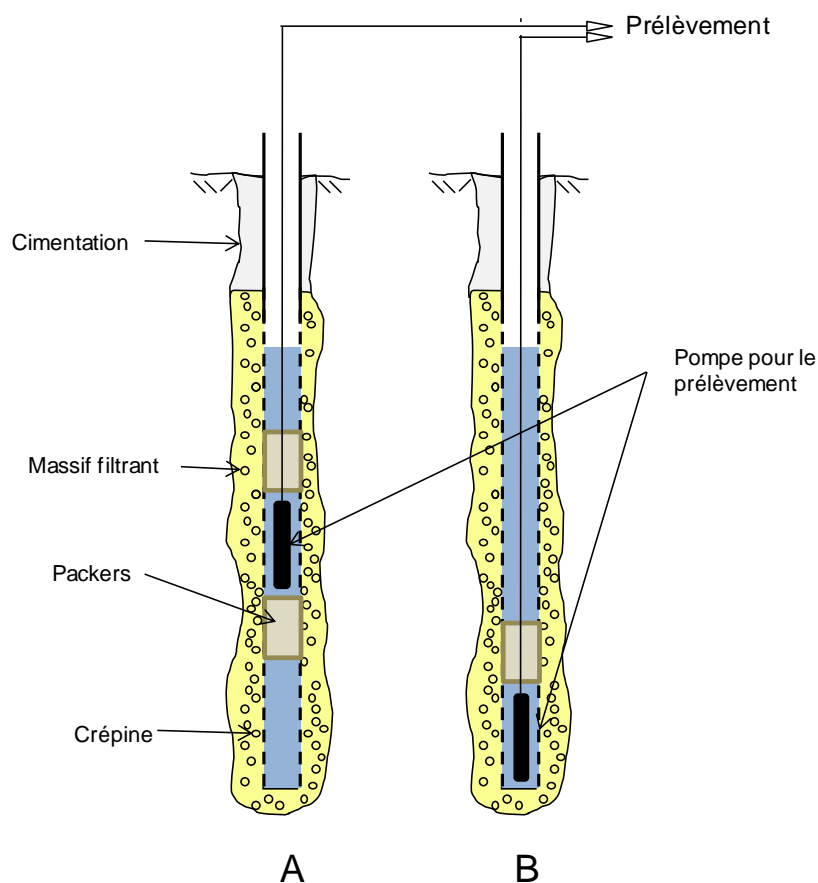
### ▪ **Échantillonneur pneumatique à vessie avec packers**

Ce dispositif est présenté dans la Figure 7 et comprend :

- Un échantillonneur pneumatique à vessie GEOTECH en INOX 316 de diamètre 42 mm et 48 cm de longueur. Ce système admet une profondeur maximum d'échantillonnage de 60 m pour un débit maximal de 2 L/min. L'eau est poussée vers le haut par des cycles de gonflement/dégonflement d'une membrane souple ou vessie (PTFE) dans le corps de la pompe, qui est fermé à ses extrémités par deux clapets antiretours. Celui du bas permet à l'eau de pénétrer dans la pompe par la crépine lors de la phase de dégonflement de la membrane pendant que celui du haut empêche l'eau présente dans le tuyau de refoulement de redescendre. Inversement, lors de la phase de gonflement de la membrane, le clapet du bas empêche l'eau de repartir par la crépine pendant que l'eau est poussée vers le haut dans le tuyau de refoulement ;

- Un contrôleur d'air comprimé GEOCONTROL PRO. Le contrôleur de pompe à vessie permet d'actionner la pompe et de gérer les cycles. Ce modèle permet l'échantillonnage bas débit (max 0,36 L/min). Il possède un compresseur intégré (bas débit) 12V/7.5A qui délivre 6,8 bars de pression max ;
- Une batterie externe de 12 V.

Ce dispositif a été complété par un système packer (modèle double packers ou obturateurs). Ces « boudins » gonflables permettent d'obturer le piézomètre et d'isoler une zone ciblée afin de réaliser des prélèvements dans cette zone (cf. Figure 6). Ils peuvent être proposés en modèles simples, doubles ou triples. Ce système permet également de s'affranchir des flux verticaux qui peuvent exister au sein même du tubage.



*Figure 6 : Différentes configurations pour l'utilisation des packers dans le cadre de la présente étude : A- Prélèvement à différents niveaux de la nappe ; B – Prélèvement en fond d'ouvrage*

Dans le cadre de notre étude, le système packer employé se compose :

- D'un obturateur gonflable double (supérieur) ;
- D'un obturateur gonflable simple (inférieur) ;
- D'un mini-compresseur (8 bar, 2 L ; NUAIR).

Le fonctionnement du mini-compresseur a été assuré via l'utilisation en parallèle d'un groupe électrogène de 3300 W de puissance (ZEUS 4100N).

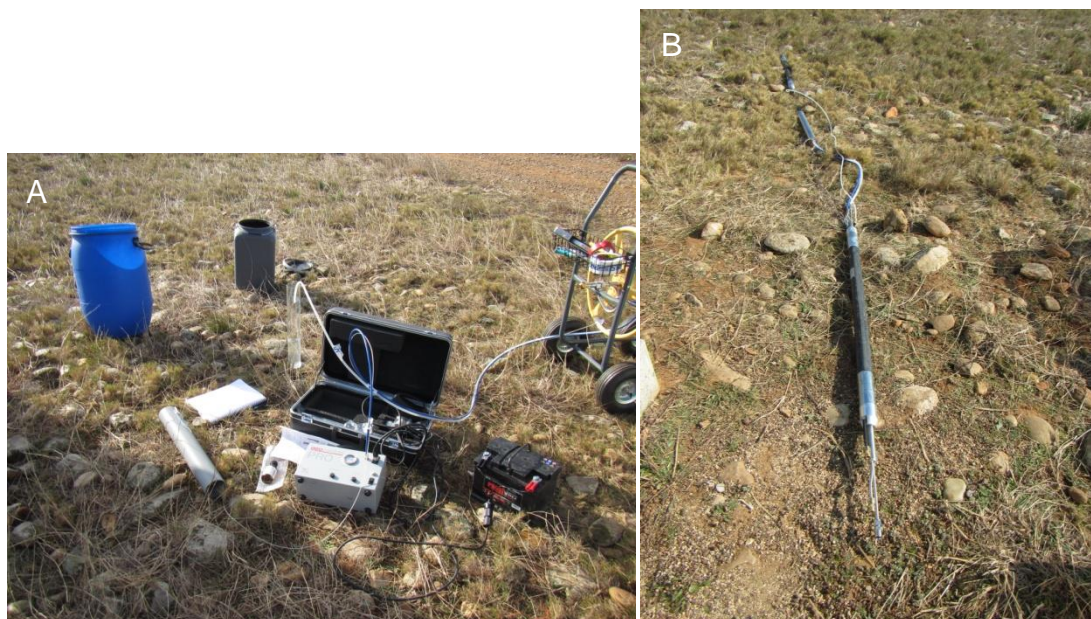


Figure 7 : Système de pompe et packers utilisé sur la plaine de la Crau (INERIS)  
(a) Contrôleur d'air comprimé et batterie. (b) Pompe vessie entre packers

### **Les Echantillonneurs actifs de type pompe de surface**

Plusieurs pompes de surface sont disponibles sur le marché. Deux systèmes sont principalement utilisés ; les pompes centrifuges et les pompes péristaltiques. Les deux systèmes fonctionnent par aspiration. L'utilisation de ces appareils n'est possible que dans des ouvrages où la surface de l'eau est peu profonde, car la limite de remontée par aspiration est de l'ordre de 7 m compte tenu des pertes de charge associée (cf. AFNOR FD X31-615).

Dans le cadre de cette étude, une pompe péristaltique de terrain a été utilisée.

#### **▪ Pompe péristaltique**

Le dispositif utilisé est présenté dans la Figure 8. Cette pompe comprend un rotor et plusieurs rouleaux à roulements à billes. Un tube flexible placé autour du rotor de la pompe est écrasé par les rouleaux qui tournent autour du rotor, en créant une aspiration. Selon un guide de 1993 du BRGM (BRGM, 1993), les débits de ces pompes sont compris entre 0,075 et 3,6 L/min.



Figure 8 : Pompe péristaltique employée sur la plaine de la Crau (INERIS)

### **Les Echantillonneurs passifs à l'équilibre**

De manière générale, le prélèvement passif est défini comme étant basé sur le flux libre et non contraint de molécules du milieu échantillonné vers un milieu récepteur (Varna *et al.*, 2005). Les échantillonneurs à l'**équilibre** permettent un prélèvement suite à la diffusion, jusqu'à l'équilibre, des contaminants d'intérêt entre le dispositif et le milieu échantillonné (résultats ponctuels). Ces types d'échantillonneurs ne nécessitent ni purge ni pompe (ITRC, 2006). La plupart de ces échantillonneurs peuvent être mis bout à bout pour obtenir des échantillons à des profondeurs différentes ou associés pour réaliser des triplicats par exemple.

Les échantillonneurs passifs sont encore en développement, mais des progrès considérables ont été réalisés ces dernières années, notamment dans la conception et les méthodes de calibration. Le nombre de publications grandissant sur ces techniques prouve l'intérêt de la communauté scientifique, leur grand potentiel et témoigne de leur utilisation de plus en plus fréquente pour la surveillance environnementale de différents milieux (Zabiegala *et al.*, 2010 ; INERIS, 2011a). En France, selon une enquête réalisée auprès de bureaux d'études par l'INERIS en 2011 (INERIS, 2011b), ces types d'échantillonneurs étaient à l'époque connus par 42% des personnes ayant répondu à l'enquête, principalement par le retour d'expérience et via la littérature scientifique, mais restaient très faiblement utilisés (15% des personnes ayant répondu aux questionnaires). Depuis la réalisation de cette enquête, l'INERIS a réalisé différents travaux pour tester ces dispositifs (le plus récent : ADEME, 2014), ces travaux se poursuivent actuellement pour ce qui concerne des échantillonneurs passifs à flux.

Dans la pratique, hormis pour les échantillonneurs instantanés, en fonction des caractéristiques du dispositif utilisé, les échantillonneurs passifs fonctionnent soit selon un « régime cinétique », soit selon un « régime d'équilibre » comme l'illustre la Figure 9.

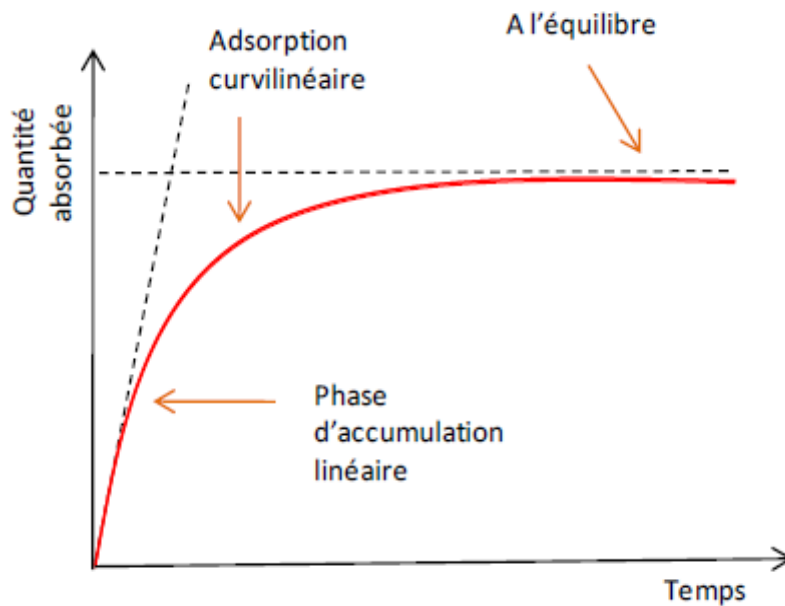


Figure 9 : Modes de fonctionnement des échantillonneurs passifs ; régime cinétique ou à l'équilibre d'après Booij et Smedes (2007).

Trois systèmes d'échantillonneurs passifs à l'équilibre ont été testés dans le cadre de BIODéPOL.

- **PDB pour « Passive Diffuse Bag »**

Le PDB se compose (cf. Figure 10) :

- D'une membrane de forme cylindrique, semi-perméable en polyéthylène de faible densité (LDPE) remplie d'environ 350 mL d'eau ;
- D'une gaine maillée en polyéthylène de basse densité afin de protéger contre l'abrasion ;
- D'un flacon rempli de sable afin de lester le dispositif ;
- D'une ligne permettant de les positionner et de les maintenir aux profondeurs désirées.

Les contaminants présents dans l'eau diffusent vers l'échantillonneur jusqu'à l'atteinte d'un équilibre (la concentration dans l'échantillonneur est égale à celle dans l'eau échantillonnée). Le temps nécessaire pour l'échantillonnage dépend non seulement du temps requis pour le PDB à s'équilibrer avec l'eau souterraine du piézomètre, mais également du temps nécessaire au milieu pour revenir à des conditions normales suite aux perturbations liées au déploiement de l'échantillonneur. Après échantillonnage, l'eau dans le PDB représente l'eau souterraine qui est en contact avec la membrane du PDB, celle-ci dépendant elle-même de différents facteurs tels que les conditions d'écoulement et de mélange dans le piézomètre, de l'hétérogénéité de la lithologie et de la distribution verticale des contaminants (ITRC, 2004). Pour des températures supérieures ou égales à 10°C, les PDB atteignent l'équilibre en 3 à 4 jours selon les caractéristiques hydrogéologiques de l'aquifère (Vroblesky and Campbell, 2001). Les échantillons

d'eau ainsi collectés sont a priori représentatifs de l'eau qui était présente dans le piézomètre pendant les 24 à 72 heures précédant le retrait des échantillonneurs. Le résultat de plusieurs études indique que 2 semaines sont nécessaires pour l'échantillonnage des COV pour la plupart des applications dans des sols de perméabilité forte à moyenne, contenant majoritairement des sables et des silts peu compacts. Une durée plus importante peut être nécessaire pour les sols à faible perméabilité (Vroblesky and Campbell, 2001). Il n'existe pas de période d'exposition maximum étant donné que le PDB se met en équilibre avec le milieu. Cependant, certaines publications montrent qu'une exposition supérieure à 1 mois peut entraîner la création d'un biofilm autour de la membrane et limiter la diffusion à travers celle-ci (Vroblesky and Peters, 2000).

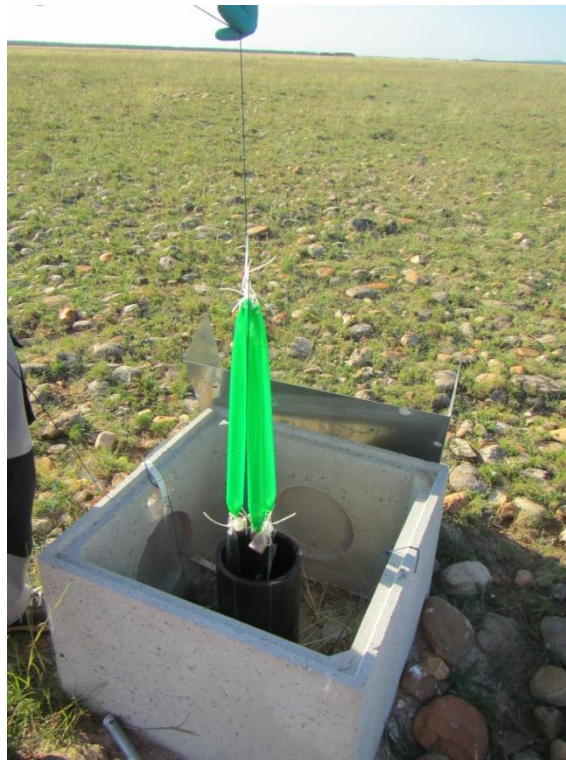


Figure 10 : Triplicat de PDB mis en place sur un puits de la plaine de la Crau (INERIS)

#### ▪ Membrane de dialyse

Les membranes de dialyses se composent (cf. Figure 11) :

- D'un tube comprenant une membrane de cellulose régénérée de qualité supérieure et remplie d'eau déionisée (45 mm de largeur). Les pores de la membrane de diffusion en cellulose régénérée ont une taille  $\approx 20\text{\AA}$  pour un poids moléculaire de 12000 à 14000 Daltons. Les extrémités de la membrane ont été fermées à l'aide de pince universelle (50 mm) en Nylon ;
- D'une gaine protectrice en polyéthylène basse densité (LDPE) ;
- D'un flacon rempli de sable afin de lester le dispositif ;
- D'une ligne permettant de les positionner et de les maintenir aux profondeurs désirées.



De même que pour les PDB, les membranes de dialyses fonctionnent sur le principe de diffusion comme explicité précédemment. Les membranes de dialyse doivent donc être positionnées dans l'ouvrage et laissées à l'équilibre sur une période de 2 semaines, comme indiqué via le retour d'expérience acquis dans le cadre du projet PASSCITYCLHOR (ADEME, 2014).

Les préleveurs à membrane de dialyse ont été utilisés avec succès pour le prélèvement d'une grande variété de produits chimiques à la fois organiques et inorganiques présents dans des piézomètres (Vrobesky *et al*, 2002 ; Vrobesky and Pravecek 2002). Par ailleurs, ces préleveurs ont été utilisés enfouis dans des sédiments de lacs et de rivières pour évaluer de potentielles sources de contamination des eaux souterraines (ITRC, 2007).



Figure 11 : Membrane de dialyse mise en place sur un puits (INERIS)

#### ▪ Membrane de LDPE

Le dispositif se compose (cf. Figure 12) :

- D'une membrane de LDPE (de 10, 15 et 20 cm de long pour 2,5 cm de large) ;
- D'un poids fixé sur la membrane afin de lester le dispositif.

Cet outil fonctionne de la même manière que les deux autres systèmes présentés précédemment. Toutefois, les niveaux de concentration mesurables sont plus bas avec la membrane LDPE que pour les deux autres systèmes (PDB, membrane de dialyse). En effet, pour les PDB et les membranes de dialyse, l'eau désionisée est analysée tandis que pour les membranes LDPE, ce sont les composés sorbés sur les membranes qui sont quantifiés. En d'autres termes, cette technique permet de diminuer de plus de 1000 les limites de quantification du laboratoire.



Figure 12 : Membranes de LDPE mises en place sur un puits de la plaine de la Crau (INERIS)

### **Les Echantillonneurs passifs dits instantanés**

Les échantillonneurs instantanés sont des dispositifs qui permettent un prélèvement ponctuel et instantané d'un échantillon d'eau sans purge préalable. Ils sont activés en utilisant un mouvement descendant et ascendant pour forcer le passage de l'eau dans l'échantillonneur (Bailer, Hydrasleeve™) ou par un dispositif de déclenchement à la tête des piézomètres (Snap™, échantillonneur pneumatique, Kemmerer). Ils peuvent être employés, quelle que soit la substance recherchée. Toutefois, le volume restreint de prélèvement peut être un handicap à leur utilisation lorsque les analyses à effectuer sont nombreuses.

Trois systèmes d'échantillonneurs passifs à l'équilibre ont été testés dans le cadre de BIODéPOL.

#### ▪ **Bailer**

Le Bailer utilisé est un préleveur à simple obturation à bille. La Figure 13 présente l'outil qui se décompose en :

- Un corps cylindrique transparent en PTFE rigide de 39mm de diamètre pour 91 cm de long pour une capacité de 1 L ;
- Un embout de vidange COV.

Le tube rigide est ouvert sur le haut et le fond est fermé par une soupape à bille. Il est attaché à un câble ou une corde et descendu à la main. Après son remplissage, le dispositif est remonté. Ce système est principalement reconnu pour prélever un échantillon d'eau au toit de la nappe.

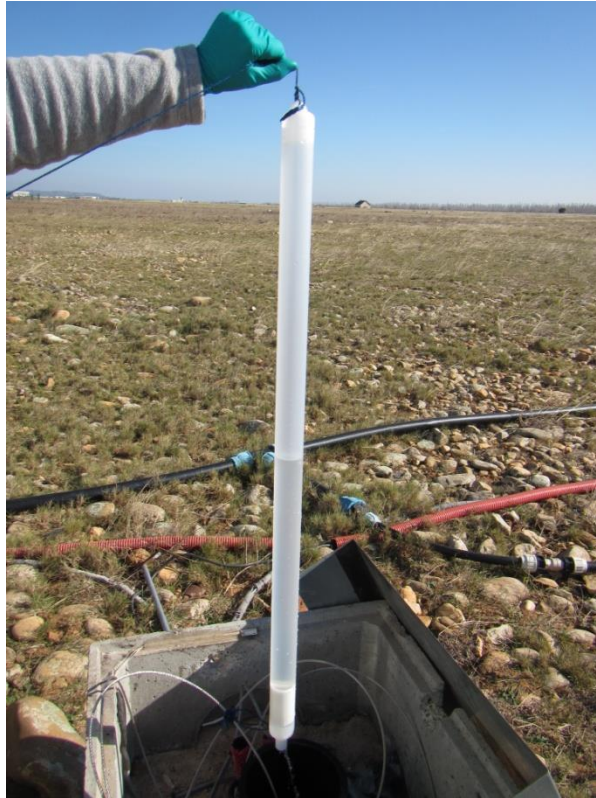


Figure 13 : Bailer utilisé sur un puits de la plaine de la Crau (INERIS)

▪ **Hydrasleeve™**

Les échantillonneurs Hydrasleeve™ utilisés sont présentés dans la Figure 14 et se composent :

- D'une poche de polyéthylène flexible et imperméable, fermée au niveau de son extrémité inférieure, pour un diamètre de 5,1 cm et une longueur de 91 cm (capacité 1 L). Cette poche est terminée au sommet par une valve flexible de contrôle de chargement, qui fonctionne sur le principe de la pression hydrostatique ;
- D'un collier d'ouverture en PVC qui permet, lors de la remontée du dispositif, de s'assurer de son remplissage (maintient le col ouvert) ;
- D'une ficelle de suspension pour maintenir la poche ;
- D'une pince à ressort fixée au collier et à la ligne ;
- D'un poids réutilisable en acier inoxydable.



*Figure 14 : Hydrasleeve™ type "SKINNY SuperSleeve 2" employé sur un piézomètre de la plaine de la Crau (INERIS)*

Ces échantillonneurs sont lentement descendus dans l'ouvrage à prélever (information constructeur : 15 cm/s) pour minimiser les perturbations. Étant donné que le dispositif fonctionne sur le principe de la pression hydrostatique, il ne s'ouvre pas lors de la descente. Après avoir atteint la profondeur cible (haut de l'échantillonneur en dessous de la profondeur cible), les échantillonneurs sont attachés à la tête de l'ouvrage pendant une durée fonction des composés à analyser et des conditions hydrodynamiques du milieu prélevé (ITRC, 2007). Selon les fabricants, il est conseillé d'attendre au moins 24 heures pour retrouver les conditions initiales avant la récupération du dispositif, ce qui nuance la notion d'instantané. Après cette période d'atteinte de l'équilibre, l'Hydrasleeve™ doit être tiré vers le haut sur une distance de 1,5 à 2 fois la longueur de l'échantillonneur, de manière à le placer au sein de l'intervalle de prélèvement. Les échantillonneurs sont remontés à la surface à une vitesse de 30 cm/s afin que la pression hydrostatique ouvre la soupape flexible permettant l'échantillonnage de l'eau (GeoInsight, 2010). Arrivée à la surface, la soupape flexible du sommet de l'échantillonneur se ferme afin d'éviter tout échange (perte ou apport) avec le milieu extérieur à pression atmosphérique. Une fois que l'échantillonneur est à la surface, l'échantillon doit être immédiatement transféré dans des flacons adaptés. Une petite quantité de l'échantillon doit être jetée avant de récupérer l'échantillon destiné au laboratoire, en vue d'éviter les contaminations provenant potentiellement du tube de vidange.

Les méthodes pour la descente et la remontée des échantillonneurs sont détaillées dans ITRC (2007) et GeoInsight (2010).

### ▪ **Echantillonneur pneumatique ou préleveur commandé**

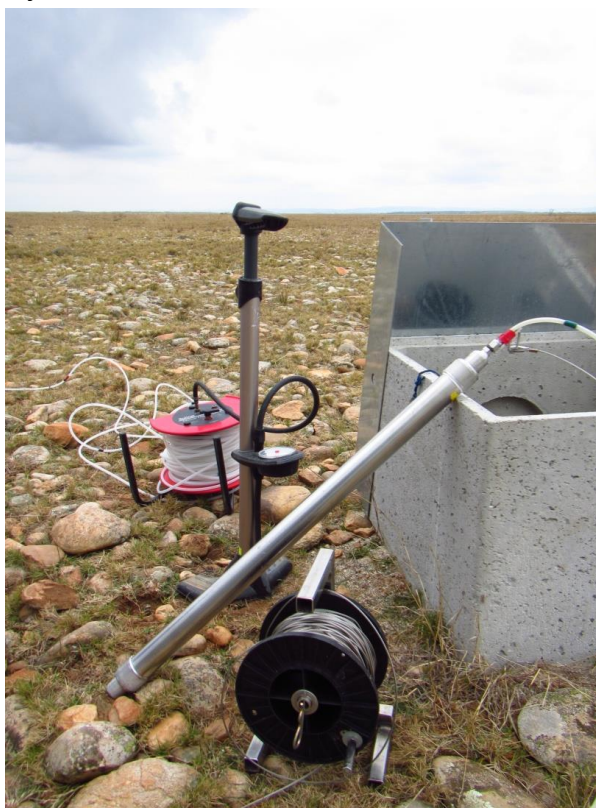
Cet échantillonneur pneumatique est un tube mis sous pression (la pression retenue étant supérieure ou égale à la pression à la profondeur de prélèvement choisie).

Le dispositif est présenté dans la Figure 15 et se compose :

- D'un corps en acier inoxydable avec joints toriques Viton® et Téflon® de 5 cm de diamètre pour une capacité de 0,8 L ;
- D'un enrouleur de tube air en PEBD (polyéthylène basse densité) fixé à l'échantillonneur ;
- D'une bobine de câble permettant d'assurer la mise en place et le retrait du dispositif ;
- D'une pompe manuelle à haute pression.

Ce système, selon les fournisseurs, permettrait de réaliser l'échantillonnage d'eau à plus de 150 m de profondeur.

Le principe de la mise sous pression empêche l'eau de pénétrer dans l'échantillonneur lors de sa descente au sein de l'ouvrage jusqu'à la position choisie pour le prélèvement, le système est donc mis sous pression avant de le descendre. Une fois arrivée à la profondeur cible, la pression de l'air est libérée permettant à l'échantillonneur de se remplir. Après remplissage, le système est de nouveau mis sous pression pour empêcher le mélange des eaux prélevées avec les eaux en tête du piézomètre. Une fois à la surface, l'eau est transvasée dans les flacons pour l'analyse.



*Figure 15 : Préleveur pneumatique ou commandé utilisé sur un puits de la plaine de la Crau (INERIS)*

### 4.3.2 PROTOCOLES TESTES

Au regard des protocoles employés par les bureaux d'études, de la bibliographie réalisée (cf. Tableau 1), des travaux en cours au sein de l'INERIS et enfin des questionnements posés (cf. section 4), les protocoles testés ont été les suivants :

- Influence de la purge, avec prélèvements avant et après purge (protocole n°1) ;
- Influence des débits, avec prélèvements selon différents débits à partir de plusieurs outils (protocole n°2) ;
- Retrait des Hydrasleeve™, quelques minutes à 72h d'exposition (protocole n°3).

Les éléments qui suivent détaillent ces protocoles.

#### ▪ Influence de la purge (protocole n°1)

Trois cas ont été testés :

- Le prélèvement des eaux souterraines en l'absence de purge ;
- Le prélèvement des eaux souterraines après la réalisation d'une purge (pratique actuelle) ;
- Le prélèvement des eaux souterraines 24 heures après avoir réalisé une purge.

Deux outils ont été utilisés pour prélever les eaux souterraines dans ce cadre : le Bailer (échantillonneur passif instantané) et la pompe PP36 (échantillonneur actif immergé). Les essais ont été réalisés sur plusieurs ouvrages au cours des 4 campagnes précitées et décrites par la suite.

*Remarque : le prélèvement sans purge a été testé seulement pendant la campagne de septembre 2015 ; en effet, au cours de cette dernière campagne, aucun dispositif n'avait été introduit dans l'ouvrage ce qui n'était pas le cas des autres campagnes pour lesquelles par exemple, des PDB avaient été installés 2 semaines avant. Pour ces dernières, l'INERIS a considéré que la présence d'autres dispositifs pouvait engendrer une perturbation de la qualité et ainsi conduire à des observations biaisées.*

#### ▪ Influence des débits de prélèvement (protocole n°2)

Afin de clarifier l'influence du débit sur le prélèvement à la fois sur les substances volatiles (BTEX, >C6-C10) et semi ou non-volatiles (fractions d'hydrocarbures, HAP), des essais ont été réalisés sur un ouvrage lors de la campagne de septembre 2015. Plusieurs débits ont été testés comme présentés dans le Tableau 2.

Tableau 2 : Gamme de débits de prélèvements testés (sept. 2015)

Gamme de débits testés	Débits lors des prélèvements effectués	Unité
0,5-1	0,67	L/min
2-2,5	2,1	L/min
3,5-4	3,54	L/min
5-5,5	5,16	L/min
6,5-7	5,88	L/min

Les débits testés varient de 0,67 à 5,88 L/min soit 0,04 à 0,35 m<sup>3</sup>/h lors de cette campagne. Les essais ont été réalisés en triplicats.

▪ **Influence du protocole d'utilisation des Hydrasleeves™ (protocole n°3)**

Selon le fabricant, il est conseillé d'attendre au moins 24 heures pour retrouver les conditions initiales avant la mise en place du dispositif (GeoInsight, 2010). Bien qu'il soit recommandé d'attendre un retour aux conditions naturelles dans l'ouvrage avant le prélèvement, nous avons voulu tester le dispositif dans le cadre d'une utilisation plus rapide, instantanée, avec un retrait quelques minutes après sa mise en place. Ainsi, deux cas d'utilisation des Hydrasleeve™ ont été testés :

- Le retrait (remontée) des Hydrasleeve™ quelques minutes après leur mise en place ;
- Le retrait des échantillonneurs 72 heures après les avoir installés.

Dans les deux cas, les méthodes de descente (vitesse 15 cm/s) et de remontée (30 cm/s) des Hydrasleeve™ ont été réalisées selon les recommandations de l'ITRC (2007) et de GeoInsight (2010).

#### 4.3.3 QUESTIONS SUBSIDIAIRES

Dans le cadre du projet BIODéPOL, en compléments des actions menées (comparaison des outils et des protocoles), et en fonction des résultats obtenus sur la première campagne de prélèvement (septembre 2014), l'INERIS a réalisé des essais afin d'apporter des éléments de réponse au niveau :

- De la présence et de l'influence des flux verticaux sur la mesure de l'hétérogénéité verticale dans la colonne d'eau ;
- De la présence et de l'influence d'un transport colloïdal en lien avec les outils de prélèvement utilisés.

- **Caractérisation des flux verticaux et outil de prélèvement multiniveaux spécifique**

La connaissance des flux est primordiale à la fois pour le choix des échantillonneurs à utiliser et pour une meilleure compréhension du site. Plusieurs facteurs peuvent faciliter l'homogénéisation des solutés dans le piézomètre. Ces facteurs incluent les gradients thermiques, la diffusion moléculaire et les flux verticaux (principalement liées aux différentes perméabilités des sous-couches). Selon Elci et al (2003), les flux verticaux sont présents dans la plupart des sites, et avec des amplitudes qui dépassent souvent les flux horizontaux. Le développement de flowmètre/débitmètres de plus en plus sensibles a permis de prendre en considération les flux dans l'interprétation et la modélisation des données (Hutchins and Acree, 2000 ; Crisman *et al*, 2001). Un résumé des mesures de débit qui ont été obtenues à partir d'un total de 142 puits de surveillance sur 16 sites à travers les Etats-Unis est présenté dans la Figure 16. Dans 73% des cas, des flux verticaux ont été observés. Dans la majorité des cas, les flux verticaux sont descendants (44%). Dans 23% des cas, ils sont ascendants et dans 6% des cas, des flux mixtes ont été identifiés (Elci et al 2003). La gamme de débits mesurés variait de 0,01 à 6,2 L/min.

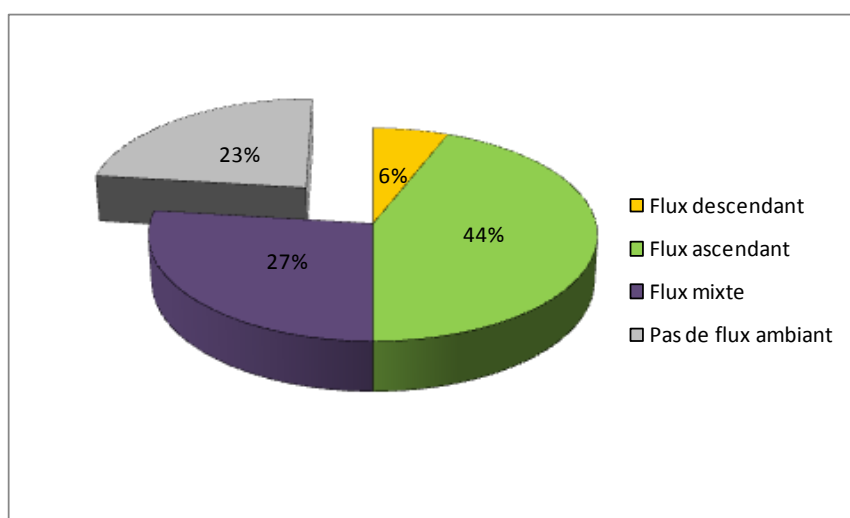


Figure 16 : Répartition des flux ambiants sur 142 ouvrages d'après Elci et al. (2003)

Selon Elci et al. (2003), la décision de mettre en œuvre un prélèvement à différents niveaux de la nappe et le choix des techniques de prélèvement multiniveaux est fonction des caractéristiques du site, des enjeux, mais également de la présence ou non de flux verticaux dans les ouvrages à prélever.

Dans le cadre de cette étude, la mesure des flux verticaux a été réalisée à l'aide de la sonde « Heat-Pulse Flowmeter » permettant de mesurer des débits de 0,1 à 4 L/min environ. Pour plus d'informations sur la mesure de flux verticaux par Heat-Pulse Flowmeter, le lecteur pourra se reporter à l'annexe 7 du rapport de l'INERIS de 2011 (INERIS, 2011c).



Afin d'évaluer l'influence des flux verticaux sur la mesure, un dispositif permettant de couper les flux verticaux au sein de l'ouvrage a également été mis en place par l'INERIS. Le dispositif « MLPS » pour Multi Level Passive Sampler intégrant des échantillonneurs passifs de type PDB a été déployé au droit de plusieurs ouvrages lors des campagnes de prélèvement de février et de juin 2015. La démarche a consisté à étudier la relation entre la présence de flux verticaux et les concentrations obtenues à partir d'échantillonneurs passifs avec et sans le MLPS.

#### ▪ **Influence du transport de contaminants via des colloïdes/particules sur les échantillonneurs**

Les colloïdes sont généralement définis comme des particules de petite taille (conception arbitraire) (MacCarthy and Zachara, 1989) tout en sachant que la notion de « petite taille » varie selon les auteurs. Classiquement, la taille des colloïdes est généralement comprise entre 1 nm et 1 µm. Selon McCarthy et Degueudre (1993), les colloïdes sont présents dans les eaux superficielles et souterraines de façon ubiquiste. Plusieurs études ont montré que la présence de colloïdes pouvait jouer un grand rôle dans le transport de composés métalliques (Michel, 2009) et organiques (Mackay and Gschwend 2001 ; Michel, 2009 ; Charrasse, 2013). Outre l'influence des colloïdes dans le transport de contaminants (organiques et inorganiques) dans les eaux souterraines, l'utilisation de certains échantillonneurs pourrait ne pas considérer cette fraction et ainsi sous-estimer la concentration en composés d'intérêt.

Afin de mettre en évidence ces deux aspects, à savoir la présence de colloïdes et l'influence des outils de prélèvement pour la quantification de composés recherchés, nous avons comparé les données issues de différentes techniques de prélèvement en considérant leur spécificité (notamment le seuil de coupure) ; membranes LDPE, PDB, membranes dialyse avec des prélèvements réalisés par la pompe PP36-LF (échantillon comprenant à la fois les colloïdes et les composés dissous).

#### **4.4 INFORMATIONS COMPLEMENTAIRES : TUYAUX DE POMPE ET NETTOYAGE DES OUTILS REUTILISES**

Plusieurs matériaux de tuyaux ou flexibles sont disponibles et peuvent être utilisés dans le cadre d'un échantillonnage :

- PVC ;
- Polyéthylène ;
- Polypropylène ;
- Téflon ;
- Silicone renforcé.

Peu d'informations sont disponibles sur les avantages et inconvénients de ces différents types de tuyaux dans le cadre de prélèvements. Les tuyaux en téflon sont réputés plus inertes que les autres matériaux, mais ils sont chers, moins maniables et seront sans doute remplacés moins souvent que les autres types de tuyau.

L'INERIS a opté pour des tubes en polyéthylène (PE).

Afin d'éviter les contaminations croisées entre les échantillonneurs et les différents ouvrages, les tubes ont été rincés plusieurs fois avec de l'eau distillée entre les prélèvements lors d'une même campagne. En outre, les prélèvements ont été conduits de l'ouvrage le moins impacté au plus impacté (information connue).

Par mesure de précaution, un changement de flexible a été réalisé entre les différentes campagnes mais également entre les différentes journées de prélèvement au cours d'une même campagne.

Les outils de prélèvements ont également été nettoyés par des solutions savonneuses et de l'eau déionisée en accord avec les recommandations de la norme AFNOR FD X31-615 et le guide de l'ADEME (2005). Le préleveur commandé (corps en acier inoxydable) a été nettoyé successivement par différents bains de solvants (dichlorométhane, méthanol, acétone) puis rincés à l'eau déionisée. La pompe Gigant a été remplacée pour chaque nouvelle campagne de prélèvement.

## **5. DEFINITION DU PLAN D'ECHANTILLONNAGE ET CAMPAGNES REALISEES**

### **5.1 STRATEGIE RETENUE**

La fréquence de suivi de la qualité du milieu eau souterraine était bimensuelle au démarrage du projet, début 2014 (prescription du Préfet). Ainsi, sur la base de nombreuses données piézométriques et de qualité transmises par SPSE et ECOGEOSAFE en charge de ce suivi, l'INERIS a pu choisir des ouvrages pertinents à la fois pour :

- Observer en 3D (cf. prélèvements multiniveaux) un éventuel « effet rebond » lié à l'arrêt des mesures d'urgence ;
- Mener une comparaison sur des ouvrages où les gammes de concentrations pouvaient être anticipées.

Ce choix a été évolutif : au fil du temps et de l'évolution du panache, certains ouvrages ont été abandonnés ou associés à la démarche.

A noter que la première campagne de septembre 2014 menée par l'INERIS avait pour principal objectif de dresser un premier état des lieux de la qualité des eaux souterraines quelques mois après l'arrêt de la barrière hydraulique et du pompage/écrémage (obtenir une information en 3D). La campagne de septembre 2015 a quant à elle permis de dresser un second état des lieux en fin de projet BIODéPOL.

En amont de la réalisation de ces campagnes de comparaison, l'INERIS a effectué des mesures destinées à préciser certaines informations sur les caractéristiques des ouvrages (puits et piézomètres), à réaliser des diagraphies ainsi que des mesures de flux verticaux et des entrées d'eau. Ces mesures ont été réalisées plusieurs fois lors de l'installation des échantillonneurs passifs. En outre, des sondes de pression, température et conductivité (CTD) ont été installées sur 5 piézomètres pour la durée du projet.

Des diagraphies de la colonne d'eau ont été réalisées à l'aide d'une sonde multiparamètres (Multi 3430) lors de deux campagnes de prélèvement afin d'intégrer des conditions d'écoulement et d'émission différentes (mesures utilisées : pH, Eh, conductivité et température).

Les mesures des entrées d'eau et des flux verticaux ont été réalisées à l'aide du « Heat Pulse Flowmeter » sur trois campagnes comme mentionnées dans le Tableau 3. À titre d'exemple, la Figure 17 et la Figure 18 présentent respectivement les flux verticaux et les entrées d'eau pour un ouvrage à différentes périodes.

L'ensemble de ces données, acquises par L'INERIS, ou transmises par ECOGEOSAFE, a permis d'élaborer une stratégie d'échantillonnage (zones de prélèvement, nombre de prélèvements et profondeurs des prélèvements). Comme indiqué, celle-ci a pu varier entre les 4 campagnes de comparaison effectuées.

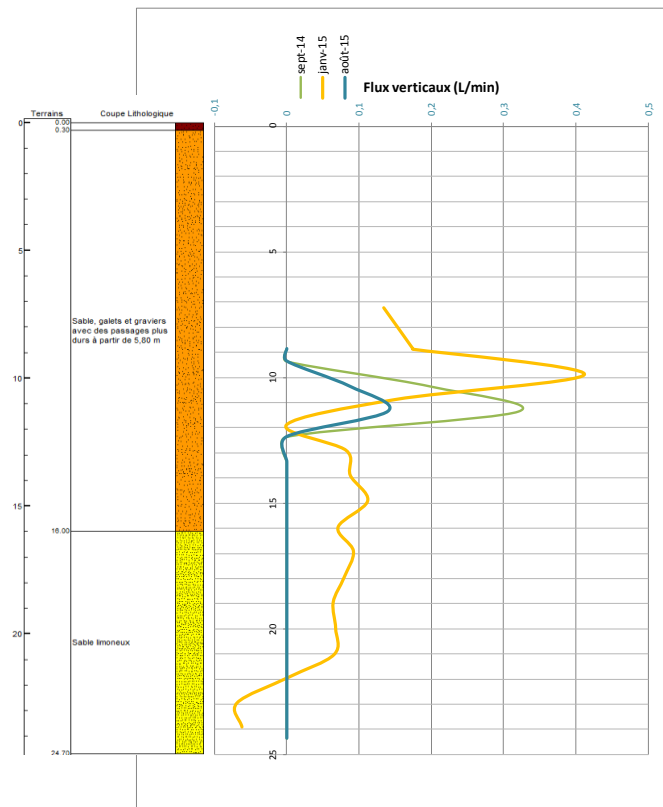


Figure 17 : Mesure des flux verticaux lors de différentes campagnes au droit du PzB (septembre 2014, janvier 2015, août 2015) (donnée semi-quantitative)

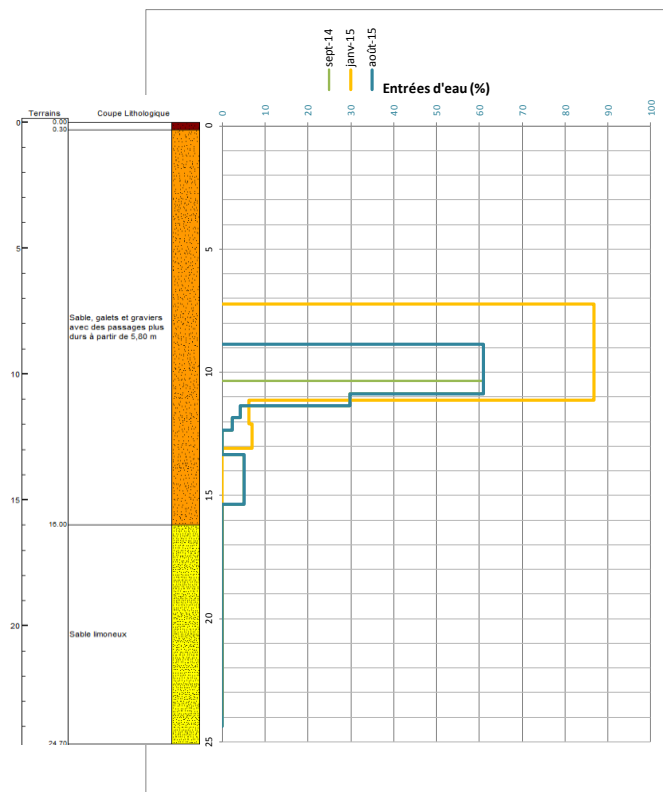


Figure 18 : Contribution en % des différents horizons au droit de la crépine lors de différentes campagnes au droit du PzB (septembre 2014, janvier 2015, août 2015) (débit de pompage = 4l/min) (donnée qualitative)

## 5.2 PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE (EVOLUTIF ENTRE CHAQUE CAMPAGNE)

Outre les données de terrain évoquées précédemment, d'autres aspects ont été considérés par l'INERIS pour définir le plan d'échantillonnage de chaque campagne.

### ▪ Influence du volume prélevé (dénoyage de l'ouvrage)

Les études réalisées auparavant ont montré que l'aquifère était suffisamment transmissif pour pouvoir utiliser plusieurs outils de prélèvement dans la même journée sans modification importante du niveau piézométrique et risque de dénoyage, le rabattement de la nappe est très faible (ICF Environnement, 2009b).

### ▪ Influence de l'introduction d'un outil précédent dans l'ouvrage

L'INERIS a intégré dans sa réflexion le fait que l'introduction d'un outil dans l'ouvrage était susceptible d'altérer la représentativité de l'échantillon suivant en mélangeant la colonne d'eau, d'autant plus pour les outils les plus imposants comme la pompe à vessie entre packers par exemple (cf. Figure 7).

Tout d'abord, les outils mononiveau ont été utilisés avant les multiniveaux et dans la mesure du possible les moins imposants ont été employés en premiers.

Pour les 3 premières campagnes, les échantillonneurs passifs PDB, LDPE et membrane de dialyse mis en place 2 semaines auparavant ont été retirés en début de campagne. La remontée de ces échantillonneurs a pu entraîner une homogénéisation de la colonne d'eau, mais une purge a été réalisée. Comme indiqué en 4.3.2, le test du **protocole n°1** a également conduit à réaliser un prélèvement en l'absence de purge, toutefois, la campagne concernée, de septembre 2015, n'intégrait pas d'échantillonneurs passifs disposés 2 semaines avant le prélèvement.

La pompe PP36 a été utilisée pour réaliser toutes les purges (statiques), à 2 mètres au-dessous du niveau piézométrique. A la suite de la purge, elle a été employée pour effectuer le premier prélèvement du jour 1 dans la plupart des cas (sauf campagne de septembre 2015 ou prélèvement sans purge avec Bailer puis avec la pompe PP36).

Afin de pouvoir comparer les différents outils entre eux dans le cadre de la réalisation de prélèvements multiniveaux, il a été décidé d'attendre 24 heures avant de réaliser un nouveau prélèvement considérant que ce délai permettait à la colonne d'eau de retrouver son état naturel (non perturbé).

L'ordre d'utilisation des différents outils est présenté schématiquement sur la Figure 19.

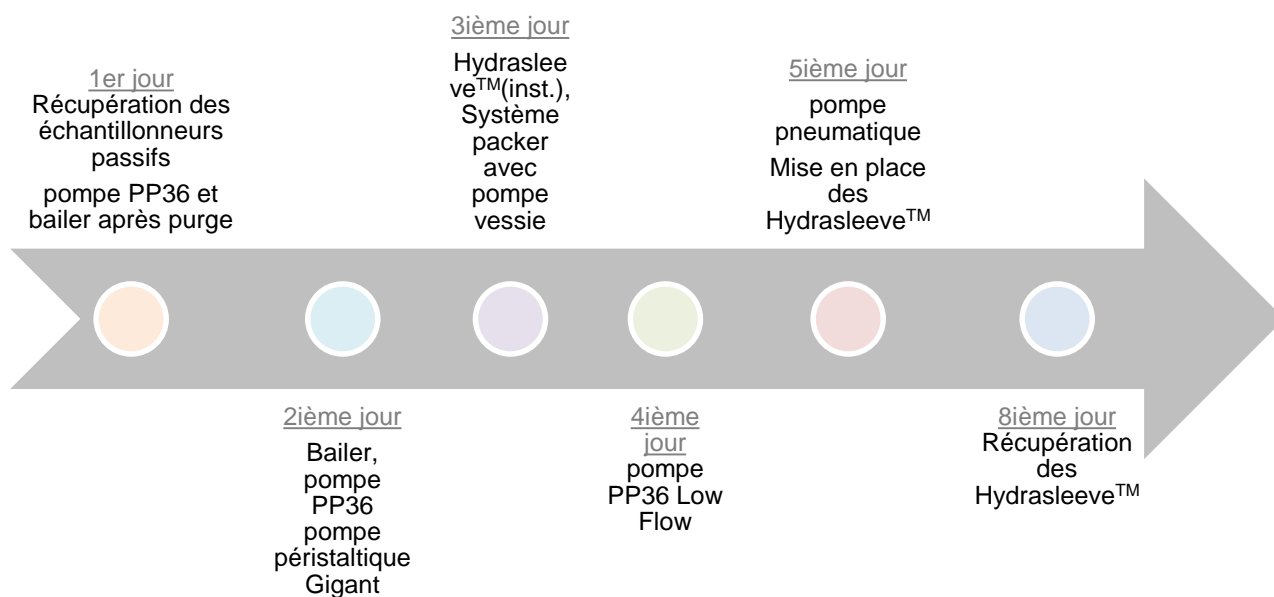
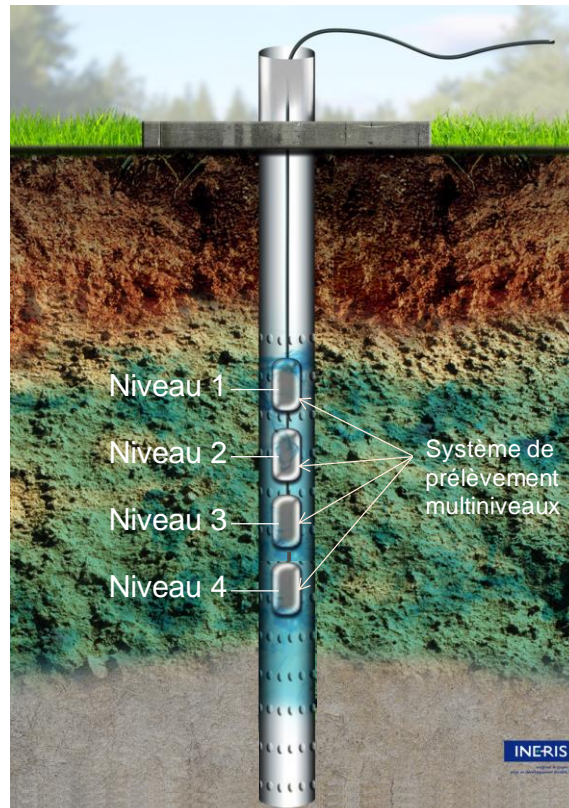


Figure 19 : Représentation schématique des journées de prélèvement dans le cadre de la comparaison des outils de prélèvements (1<sup>er</sup> jour un lundi)

Dans l'ordre, les prélèvements mononiveau ont été effectués via : le Bailer, la pompe PP36, la pompe péristaltique et la pompe Gigant.

Les jours suivants ont permis de tester les dispositifs multiniveaux dans l'ordre suivant : système packer avec pompe vessie (purge dans la zone entre deux packers), pompe PP36 Low Flow, Hydrasleeve™ ou échantillonneur pneumatique (préleveur commandé). Les profondeurs des niveaux de prélèvement (niveaux 1, 2, 3, 4) varient au droit des différents ouvrages. Le niveau 1 correspond au niveau le plus haut (toit de la nappe), les niveaux 2, 3 et 4 à des profondeurs croissantes au droit de l'ouvrage comme représenté schématiquement en Figure 20.



*Figure 20 : Représentation schématique des niveaux de prélèvement au sein d'un ouvrage – Prélèvement multiniveaux*

La profondeur et les outils utilisés pour les prélèvements mono- et multiniveaux pour chaque ouvrage et chaque campagne sont présentés en Annexe 1.

Par conséquent, en considérant les différents protocoles et outils à comparer, les campagnes de prélèvement se sont déroulées sur 8 jours (5 jours consécutifs + 1 après 2 jours de repos) (configuration optimale). Typiquement du lundi au lundi suivant. Pour que la comparaison des outils et des protocoles soit possible, la démarche repose ainsi sur deux hypothèses majeures :

- (1) La qualité de la nappe est « homogène » sur une période 8 jours ;
- (2) La stratification verticale se rétablit après 24h.

Afin de valider la démarche, plusieurs essais ont été réalisés. Les essais et les résultats pour valider la démarche sont présentés au chapitre 0.

### 5.2.1 CAMPAGNES DE COMPARAISON MENEES

Quatre campagnes ont été réalisées comme le précise le Tableau 3. Outre l'aspect de comparaison des outils de prélèvement et des protocoles, les campagnes de septembre 2014 et septembre 2015 ont été dimensionnées afin d'évaluer l'expansion du panache et circonscrire la zone impactée après arrêt des mesures d'urgence.

Tableau 3 : Périodes de prélèvement, caractéristiques de la nappe, opérations réalisées et ouvrages concernés pour la comparaison et la délimitation du panache selon les campagnes de prélèvements

Campagne	Période	Niveau de la nappe	Réalisation de diagraphie	Mesure des entrées d'eau et des flux verticaux	Ouvrages concernés pour la comparaison des outils	Ouvrages concernés pour délimiter le panache
Sept.-14	du 20/09/2014 au 27/09/2014	BE*	oui	oui	PzA, B, C,D,E,F,G,H,J	PzA, B, C,D,E,F,G
Fév.-15	du 09/02/2015 au 16/02/2015	HE**	oui	oui	PzB,C,G,H,J	
Juin-15	du 22/06/2015 au 29/06/2015	ME***		oui	PzB, C,H,I,J,K	
Sept.-15	du 14/09/2015 au 18/09/2015	BE			PzH,I,J,K	PzA, B, C,D,E,F,G

BE\* pour basses eaux, HE\*\* pour hautes eaux et ME\*\*\* moyennes eaux

Les ouvrages sélectionnés pour la comparaison et pour la délimitation du panache varient au cours des différentes campagnes de prélèvement réalisées comme présentées dans le Tableau 3 et la Figure 21. Ces variations sont liées à l'intégration d'ouvrages non retenus initialement, mais qui se sont avérés pertinents du fait des concentrations observées lors des campagnes bimensuelles réalisées par ECOGEO SAFE (cas du PzI et PzK par exemple).

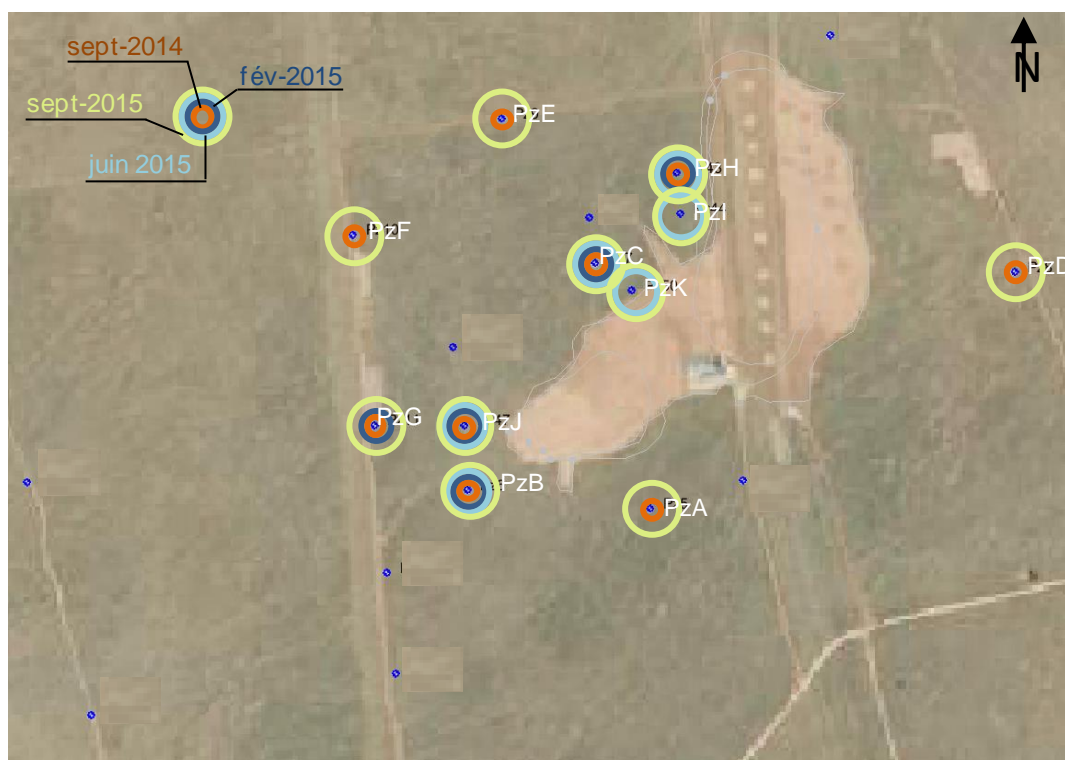


Figure 21 : Ouvrages sélectionnés en fonction des différentes campagnes de prélèvement réalisées (sans échelle)



Les principaux ouvrages utilisés pour la comparaison sont les piézomètres PzB, C, H, I, J, K.

Les outils et les protocoles comparés par campagne et par piézomètre sont présentés dans le Tableau 4 et le Tableau 5, respectivement. Le déroulement des différentes campagnes (chronologies) est présenté dans l'Annexe 2. Les débits de prélèvement pour les différents outils (échantillonneurs actifs) aux différentes campagnes de prélèvement sont présentés en Annexe 3.

Tableau 4 : Listes des outils testés par ouvrage selon les différentes campagnes de prélèvements

Campagne	Période	Ouvrages										
		PzA	PzB	PzC	PzD	PzE	PzF	PzG	PzH	PzI	PzJ	PzK
Sept.-14	du 20/09/2014 au 27/09/2014	PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp	PDB, LDPE, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Pompe à Vessie, PP36 Low Flow, Pneumatique	PDB, LDPE, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Pompe à Vessie, PP36 Low Flow, Pneumatique	PDB, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp	PDB, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp	PDB, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp	PDB, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp	PDB, LDPE, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Pompe à Vessie, PP36 Low Flow, Pneumatique	PDB, LDPE, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Pompe à Vessie, PP36 Low Flow, Pneumatique	PDB, LDPE, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Pompe à Vessie, PP36 Low Flow, Pneumatique	PDB, LDPE, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Pompe à Vessie, PP36 Low Flow, Pneumatique
Fév.-15	du 09/02/2015 au 16/02/2015		PDB, LDPE, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Gigant, Péristaltique, Packer avec pompe à Vessie, PP36 Low Flow, Pneumatique, Hydrasleeve™ Inst, Hydrasleeve™ 72h, MLPS avec PDB	PDB, LDPE, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Gigant, Péristaltique, Packer avec pompe à Vessie, PP36 Low Flow, Pneumatique, Hydrasleeve™ Inst, Hydrasleeve™ 72h				PDB, LDPE, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Gigant, Péristaltique, Packer et pompe à Vessie, PP36 Low Flow, Pneumatique, Hydrasleeve™ Inst, Hydrasleeve™ 72h	PDB, LDPE, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Gigant, Péristaltique, PP36 Low Flow, Pneumatique, Hydrasleeve™ Inst, Hydrasleeve™ 72h, MLPS avec PDB	PDB, LDPE, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Gigant, Péristaltique, PP36 Low Flow, Pneumatique, Hydrasleeve™ Inst, Hydrasleeve™ 72h, MLPS avec PDB	PDB, LDPE, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Gigant, Péristaltique, PP36 Low Flow, Pneumatique, Hydrasleeve™ Inst, Hydrasleeve™ 72h, MLPS avec PDB	
Juin-15	du 22/06/2015 au 29/06/2015		PDB, dialyse, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Gigant, Péristaltique, Packer avec pompe à Vessie, PP36 Low Flow, Pneumatique, Hydrasleeve™ Inst, Hydrasleeve™ 72h	PDB, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Gigant, Péristaltique, Packer avec pompe à Vessie, PP36 Low Flow, Pneumatique, Hydrasleeve™ Inst, Hydrasleeve™ 72h				PDB, dialyse, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Gigant, Péristaltique, PP36 Low Flow, Pneumatique, Hydrasleeve™ Inst, Hydrasleeve™ 72h, MLPS avec PDB et dialyse	PDB, dialyse, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Gigant, Péristaltique, PP36 Low Flow, Pneumatique, Hydrasleeve™ Inst, Hydrasleeve™ 72h, MLPS avec PDB et dialyse	PDB, dialyse, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Gigant, Péristaltique, PP36 Low Flow, Pneumatique, Hydrasleeve™ Inst, Hydrasleeve™ 72h, MLPS avec PDB et dialyse	PDB, dialyse, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Ap, Bailer Rpp, Gigant, Péristaltique, PP36 Low Flow, Pneumatique, Hydrasleeve™ Inst, Hydrasleeve™ 72h, MLPS avec PDB et dialyse	
Sept.-15	du 14/09/2015 au 18/09/2015	Packer avec pompe à vessie	Packer avec pompe à vessie	Packer avec pompe à vessie	Packer avec pompe à vessie	Packer avec pompe à vessie	Packer avec pompe à vessie	Packer avec pompe à vessie	PP36 Avp, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Avp, Bailer Ap, Bailer Rpp, PP36 Low Flow, Pneumatique	PP36 Avp, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Avp, Bailer Ap, Bailer Rpp, PP36 Low Flow, Pneumatique	PP36 Avp, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Avp, Bailer Ap, Bailer Rpp, PP36 Low Flow, Pneumatique	PP36 Avp, PP36 Ap, PP36 Rpp, Bailer Avp, Bailer Ap, Bailer Rpp, PP36 Low Flow, Pneumatique

PDB : échantillonneur passif (« Passive Diffuse Bag ») ; PP36 Avp : prélèvement avec la pompe PP36 sans purge (débit ≈ 3L/min) ; PP36 Ap : prélèvement avec la pompe PP36 après la purge (débit ≈ 3L/min) ; PP36 Rpp : prélèvement avec la pompe PP36 24h après la réalisation de la purge (débit ≈ 3L/min) ; PP36 Low Flow : prélèvement à très faible débit ( 0,5 L/min < débit < 1 L/min) ; Bailer Avp : prélèvement avec le Bailer sans avoir réalisée de purge initialement ; Bailer Ap : prélèvement avec le Bailer après avoir purgé l'ouvrage avec la pompe PP36 ; Bailer Rpp : prélèvement avec le Bailer 24h après la purge réalisée par la pompe PP36 24h ; Hydrasleeve™ Inst : Hydrasleeve™ descendu dans l'ouvrage et remonté instantanément ; Hydrasleeve™ 72h : Hydrasleeve™ descendu dans l'ouvrage puis récupéré 72h après ; MLPS avec PDB : MultiLevel Passive Sampling, outil développé dans le cadre du projet et équipé de PDB

Tableau 5 : Listes des protocoles testés par ouvrage selon les différentes campagnes de prélèvements

Campagne	Période	Ouvrages										
		PzA	PzB	PzC	PzD	PzE	PzF	PzG	PzH	PzI	PzJ	PzK
Sept.-14	du 20/09/2014 au 27/09/2014	Prélèvements après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)	Prélèvements après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)	Prélèvements après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)	Prélèvements après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)	Prélèvements après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)	Prélèvements après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)	Prélèvements après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)	Prélèvements après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)	Prélèvements après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)	Prélèvements après purge et 24 h après la purge (Bailer et pompe PP36)	
			Prélèvement après purge et 24h après (Bailer et pompe PP36)	Prélèvements après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)					Prélèvements après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)	Prélèvements après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)		Prélèvements après purge et 24 h après la purge (Bailer et pompe PP36)
Fév.-15	du 09/02/2015 au 16/02/2015		Utilisation des Hydrasleeves™ en instantané et après 72h PDB vs PDB avec MLPS	Utilisation des Hydrasleeves™ en instantané et après 72h				Utilisation des Hydrasleeves™ en instantané et après 72h	Utilisation des Hydrasleeves™ en instantané et après 72h		Utilisation des Hydrasleeves™ en instantané et après 72h	
			Prélèvements sans purge, après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)	Prélèvements sans purge, après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)					PDB vs PDB avec MLPS Prélèvements sans purge, après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)	Prélèvements sans purge, après purge et 24 h après la purge (Bailer et pompe PP36)		PDB vs PDB avec MLPS Prélèvements sans purge, après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)
Juin-15	du 22/06/2015 au 29/06/2015		Utilisation des Hydrasleeves™ en instantané et après 72h	Utilisation des Hydrasleeves™ en instantané et après 72h				Utilisation des Hydrasleeves™ en instantané et après 72h	Utilisation des Hydrasleeves™ en instantané et après 72h		Utilisation des Hydrasleeves™ en instantané et après 72h	
			PDB vs PDB avec MLPS	PDB vs PDB avec MLPS				PDB vs PDB avec MLPS	PDB vs PDB avec MLPS		PDB vs PDB avec MLPS	PDB vs PDB avec MLPS Prélèvements sans purge, après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)
Sept.-15	du 14/09/2015 au 18/09/2015								Prélèvements sans purge, après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)		Prélèvements sans purge, après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)	
											Prélèvements sans purge, après purge et 24h après la purge (Bailer et pompe PP36)	Influence des débits de prélèvement

### 5.2.2 PURGE DES OUVRAGES

La purge des ouvrages a été réalisée en utilisant la pompe PP36 pour un débit moyen pour les 4 campagnes de l'ordre de 7 L/min, soit 0,42 m<sup>3</sup>/h à 2 m sous le niveau piézométrique.

La purge de l'ouvrage est destinée à renouveler l'eau du puits afin d'effectuer un prélèvement représentatif de la masse d'eau et non de l'eau ayant potentiellement stagné dans le puits. A noter que lors de l'utilisation du système Packer et de la pompe à vessie, une purge a été réalisée avant le prélèvement, mais pour un débit inférieur, de l'ordre de 0,25 L/min.

Plusieurs modes de détermination du volume de purge à considérer sont recommandés à ce jour :

- Le premier consiste à éliminer un certain nombre de fois le volume du puits ;
- Le deuxième consiste à purger jusqu'à stabilisation de certains paramètres physico-chimiques de l'eau pompée.

Un des paramètres importants de la purge est le volume d'eau à purger avant de commencer l'échantillonnage. Une purge standard consiste en un pompage de plusieurs fois le volume de puits 5 fois pour l'US-EPA (1991), entre 1 et 20 selon l'AFNOR FD X31-615 (2000), 1 à 3 fois pour l'ISO 5667-11 (2009).

Une autre méthode destinée à assurer l'efficacité de la purge consiste à suivre certains paramètres pris comme références et à vérifier que les mesures tendent à se stabiliser. Plusieurs paramètres peuvent être considérés : la température, le pH, la conductivité, le potentiel redox, l'oxygène dissous et la turbidité.

Dans le cadre ce projet, les critères d'arrêt de purge sont à la fois la purge de 3 volumes de puits et l'obtention de paramètres physico-chimiques stables pour la conductivité et le pH. Ces paramètres ont été considérés comme stables lorsque la différence entre deux points de mesures était :

- Pour le pH, inférieure ou égale à 0,1 U pH ;
- Pour la conductivité, inférieure ou égale à 6 %.

Les eaux de purges ont été traitées sur un filtre à charbon actif avant d'être rejetées dans le milieu naturel.

### 5.2.3 FLACONNAGE, CONDITIONNEMENT, TRANSPORT ET ANALYSES

Afin de faciliter le traitement des résultats et de répondre spécifiquement aux objectifs définis, il a été décidé de faire appel à un seul et même laboratoire analytique tout au long du projet BIODÉPOL.

Les flaconnages appropriés aux substances recherchées ont été réceptionnés quelques jours avant leur utilisation puis étiquetés.

Le matériel fourni par le laboratoire comprenait à chaque fois :

- 2 bouteilles en verre ambré de 500 mL contenant de l'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) pour les HCT ;
- 2 bouteilles de 40 mL munis d'un septum pour les COV ;
- 1 bouteille de 500 mL sans stabilisant pour les HAP.

Des blancs « systèmes de prélèvement » ont été réalisés avant chaque campagne. L'objectif des blancs « systèmes de prélèvement » était de vérifier l'absence de contamination du matériel spécifique. Ces blancs ont été effectués en utilisant de l'eau déionisée (PURELAB Option). La méthodologie retenue consistait à faire passer de l'eau exempte en micropolluants dans chaque système de prélèvement et à collecter les eaux en vue de les analyser. Parallèlement, des blancs de l'eau déionisée utilisée pour réaliser les blancs de systèmes de prélèvement ont été effectués. Les flacons ont été rincés sur le terrain avec cette eau dans les mêmes conditions que les échantillons. Les flacons ont ensuite été remplis avec de l'eau ultra pure.

A l'issue de chaque prélèvement, les échantillons ont été conservés dans des glacières réfrigérées par des pains de glace. Les flacons ont été conservés le soir dans une chambre froide (< 4°C) et expédiés le lendemain via transporteur. Tous les échantillons ont été reçus le lendemain matin dans de bonnes de conditions selon le laboratoire.

Les analyses ont été effectuées par le laboratoire AGROLAB Group, laboratoire accrédité selon les Comités d'Accréditation néerlandaise (RVA), reconnu Cofrac, sous le numéro L005. Selon ce prestataire, les analyses qui ont été effectuées sont conformes à la norme EN ISO CEI 17025.

### **5.3 REMARQUES CONCERNANT L'INCERTITUDE DU LABORATOIRE**

L'incertitude est un des points critiques qui entre dans les performances d'une méthode. Liée au prélèvement en lui-même, elle est également inhérente à toute analyse en laboratoire.

En ce qui concerne le laboratoire, le niveau d'incertitude, ainsi que la méthode d'estimation employée, sont des informations importantes qui donnent une indication sur la capacité de la méthode à déterminer l'espèce chimique recherchée et qui doivent par conséquent être maîtrisées, connues et documentées (intégrées aux bordereaux d'analyses).

Différents documents traitent de l'estimation de l'incertitude de mesure en laboratoire : le GUM qui constitue le document de référence, le guide Eurachem/CITAC et la norme XP T90-220 qui sont plus spécifiquement dédiés aux analyses chimiques.

Dans les fichiers de résultats rendus par le laboratoire, les données sont accompagnées d'une incertitude sur la mesure. Il s'avère que l'incertitude (en %) pour un composé donné est identique, quelles que soient les concentrations. Cela semble peu réaliste, car l'incertitude de mesure varie généralement fortement en fonction de la concentration, augmentant d'autant plus que la concentration est proche de la limite de quantification. Après échange, le laboratoire a précisé que l'incertitude fournie est estimée à partir de la norme NEN 7779 qui est basée sur les documents existants de l'Eurachem et du GUM. La formule utilisée par le laboratoire pour estimer les incertitudes est la suivante :

$$U_c = \sqrt{d^2 + s^2} \text{ et } U = kU_c$$

Avec  $U$  l'incertitude élargie avec un facteur d'élargissement  $k$  de 2, et ce, pour un niveau de confiance de 95 %, avec l'hypothèse d'une distribution normale,  $U_c$  l'incertitude type,  $d$  la déviation systématique (évaluation de la justesse) et  $s$  la reproductibilité (fonction du coefficient de variation).

Ces incertitudes fournies par le laboratoire prennent en considération seulement l'analyse et ne considèrent donc pas l'incertitude liée à la préparation des échantillons.

Bien que chaque laboratoire d'analyses affiche des valeurs différentes (principalement liées aux méthodes de calcul), les incertitudes fournies par AGROLAB Group ont été utilisées telles qu'elles nous ont été fournies. En effet, un des objectifs du projet est de comparer les différents outils et protocoles en considérant également les incertitudes associées (prélèvement et laboratoire) en conditions réelles.

## **6. MODALITES D'EXPLOITATION QUALITATIVE ET QUANTITATIVE POUR L'OBJECTIF DE COMPARAISON**

Les résultats obtenus sont présentés dans ce rapport sous différentes formes (résultats bruts sous forme d'histogrammes, graphiques, tableau de réponses aux tests statistiques) afin de faciliter les interprétations.

Afin de permettre une plus grande visibilité et compréhension du document, les résultats des essais sont présentés de la façon suivante :

- Validation de la démarche ;
- Description des données disponibles sur l'ensemble des campagnes de prélèvements ;
- Exploitation des données pour la comparaison des outils mononiveau ;
- Exploitation des données pour la comparaison des outils multiniveaux ;
- Exploitation des données pour comparer différents protocoles ;
- Exploitation des données pour répondre aux questions subsidiaires (transport colloïdal et influence des flux verticaux).

Ces six types d'exploitation sont repris respectivement dans les chapitres et sections 0, 0, 9.1, 9.2, 9.3 et 9.4.

### **6.1 OBJECTIF**

L'objectif tel que décrit dans la section 1.2 consiste à comparer les outils et protocoles de prélèvement par l'acquisition d'un jeu de données important à travers la réalisation de plusieurs campagnes (au nombre de 4 dans le cadre du projet BIODéPOL). L'exploitation repose sur 2 approches :

- (1) Une approche par lecture graphique en intégrant les incertitudes fournies par le laboratoire d'analyses ;
- (2) Une approche statistique.

### **6.2 REPRESENTATION GRAPHIQUE**

Les résultats seront donc présentés sous forme graphique (hors résultats pour la validation de la démarche) dont un exemple type est donné à la Figure 22.

Les caractéristiques du graphique sont les suivantes :

- En abscisse : nom du piézomètre pour lequel les prélèvements ont été effectués ;
- En ordonnée : concentration de la substance X ;
- En légende, l'ensemble des outils testés.

Ecart-type : les écarts-types sont calculés à partir des incertitudes fournies par le laboratoire (pourcentage multiplié par la concentration retrouvée avec l'outil pour la substance X).

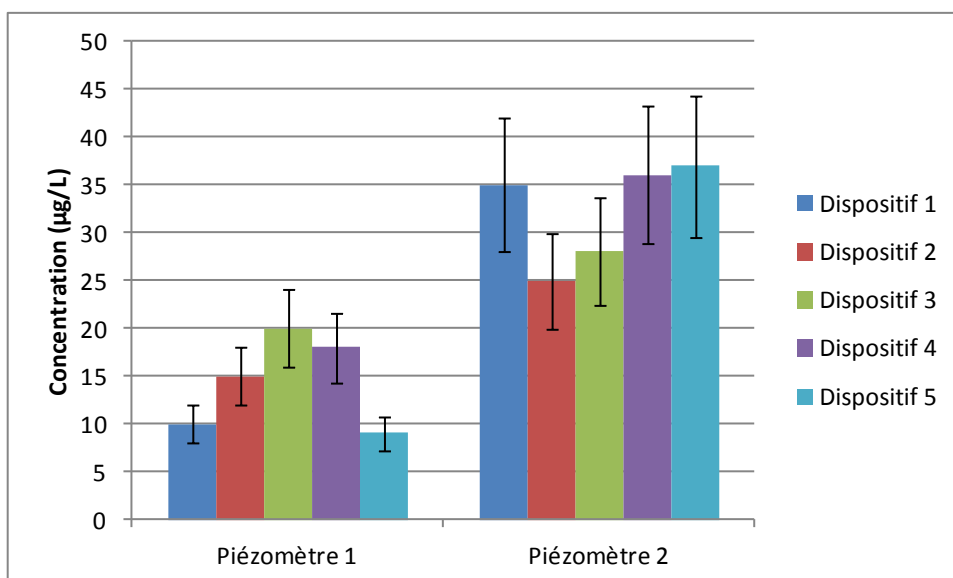


Figure 22 : Présentation graphique type pour la comparaison des outils

### 6.3 EXPLOITATION STATISTIQUE

Deux tests statistiques ont été utilisés dans le cadre de cette étude, en fonction des objectifs :

- Le test de régression de Deming dans le cadre de la comparaison des outils de prélèvements mono- et multiniveaux, mais également dans le cadre de la comparaison du protocole n°1 (purge) et n°3 (Hydrasleeve) ;
- Le test ANOVA à un facteur pour la validation de la démarche et le cadre de la comparaison du protocole n°2 (influence du débit de prélèvement).

**L'exploitation statistique a été effectuée avec le logiciel XLStat Lite.**

**Avertissement** - Les statistiques calculées ne sont représentatives que de cet essai (type de site, outils et protocoles testés, ...). Elles n'ont pas vocation à être généralisées à d'autres contextes. Elles ont ici l'intérêt d'apprécier la similitude entre les outils de prélèvement ou les protocoles testés. Compte tenu du nombre limité de données acquises (valeurs >LQ), les statistiques calculées sont à interpréter avec prudence. Seules les grandes tendances sont à considérer, en complément de l'approche plus classique de comparaison qui se base sur des représentations graphiques.



## 7. VALIDATION DE LA DEMARCHE

La démarche repose, comme précédemment explicité, sur deux hypothèses majeures :

- (1) La qualité de la nappe reste suffisamment homogène sur une période 8 jours ;
- (2) La qualité verticale de la nappe est retrouvée après 24 heures.

### 7.1 HYPOTHESE N°1 - EVOLUTION LIMITEE DE LA QUALITE DE LA NAPPE (NIVEAU 1) SUR UNE PERIODE DE 8 JOURS

Afin de valider l'hypothèse 1, une campagne spécifique de prélèvement a été menée aux droits de deux ouvrages, Pzl et PzK, sur 6 temps (du lundi au lundi comme pour les campagnes de comparaison) : 1<sup>er</sup> jour (0h), 2<sup>ème</sup> jour (24h), 3<sup>ème</sup> jour (48h), 4<sup>ème</sup> jour (72h), 5<sup>ème</sup> jour (96h) et 8<sup>ème</sup> jour (168h). Les prélèvements ont tous été réalisés entre 9h et 11h. La pompe PP36 a été utilisée pour prélever les eaux souterraines. La pompe immergée a été placée à 2 m sous le niveau de la nappe et les prélèvements ont été effectués à un débit fixe de 2,4 L/min. Les prélèvements ont été réalisés en triplicats. Les paramètres physico-chimiques (redox, conductivité, pH et température) ont été mesurés avant chaque prélèvement. Le flaconnage utilisé, le conditionnement et la conservation des échantillons sont décrits dans la section 5.2.3. Les BTEX, HAP et les différentes fractions des hydrocarbures (>C5-C40) ont été recherchés.

A noter que cette campagne spécifique donne également une information quant à l'incertitude associée à l'étape d'échantillonnage et en particulier sur la reproductibilité. En effet, la même équipe a utilisé plusieurs fois le même outil et le même protocole sur les mêmes piézomètres.

#### Evolution des paramètres physico-chimiques au cours du temps

La Figure 23 présente l'évolution des paramètres physico-chimiques obtenus pour les différents prélèvements (0 à 168h) au droit des deux ouvrages sélectionnés (Pzl et PzK).

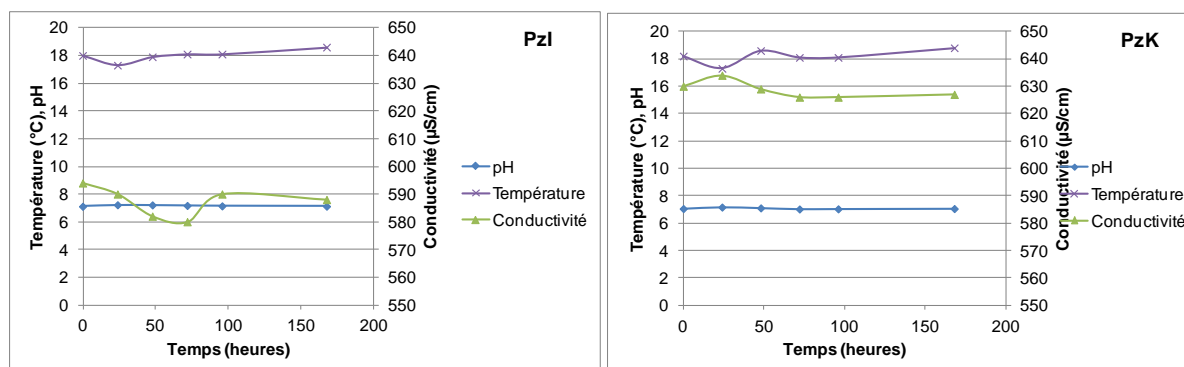


Figure 23 : Evolution des paramètres physico-chimiques (température, pH, conductivité) au cours du temps au droit des piézomètres Pzl et PzK

Les paramètres physico-chimiques présentés dans la Figure 23 fluctuent très faiblement. Les écarts constatés entre le minimum et le maximum pour la température, le pH et la conductivité sont respectivement de 1,3°C, 0,11 unité pH et 14 µS/cm pour l'ouvrage Pzl et 1,5 °C, 0,14 unité pH et 8 µS/cm pour le PzK. Les variations entre les pH et les conductivités mesurées au cours du temps sont inférieures à 3% tandis que les écarts de température sont inférieurs à 9%. Bien que le paramètre « température » présente une plus grande variation (entre le minimum et le maximum), la différence reste faible (+/- 1,5 °C). Comme indiqué, les essais ont tous été réalisés entre 9 et 11h, cependant les conditions météorologiques étaient légèrement différentes (ensoleillement, température extérieure).

#### Evolution des concentrations au cours du temps

Afin de valider l'hypothèse 1, l'INERIS s'est principalement intéressé à étudier l'évolution des concentrations en naphtalène, en >C10-C12 et en >C16-C20 au droit des ouvrages Pzl et PzK. Ces composés ont été considérés comme représentatifs de l'évolution temporelle de la concentration pour les composés dits volatils (fraction >C10-C12), les composés semi-volatils (naphtalène) et les composés non volatils (>C16-C20). Le benzène n'a pu être utilisé comme traceur. Les concentrations en benzène étant inférieures à la LQ sur les ouvrages échantillonnés.

La Figure 24 et la Figure 25 présentent l'évolution des concentrations au cours du temps, du lundi au lundi suivant. La ligne en pointillé en rouge (...) représente la moyenne. Les lignes en pointillés en noir (....) et (- - -) représentent respectivement une fois et deux fois l'incertitude du laboratoire appliquée à la moyenne calculée (cf. Annexe 4). Les barres d'erreur sont définies à partir des triplicats réalisés aux différents temps.

Les concentrations mesurées au droit du Pzl pour les trois composés/familles de composés sont principalement centrées autour de la moyenne calculée et sont comprises dans une « incertitude du laboratoire » (mis à part pour le naphtalène au 5<sup>ième</sup> jour). Les résultats sont similaires au droit du PzK. Bien qu'il existe une variabilité au cours du temps, graphiquement les concentrations selon les trois traceurs restent homogènes.

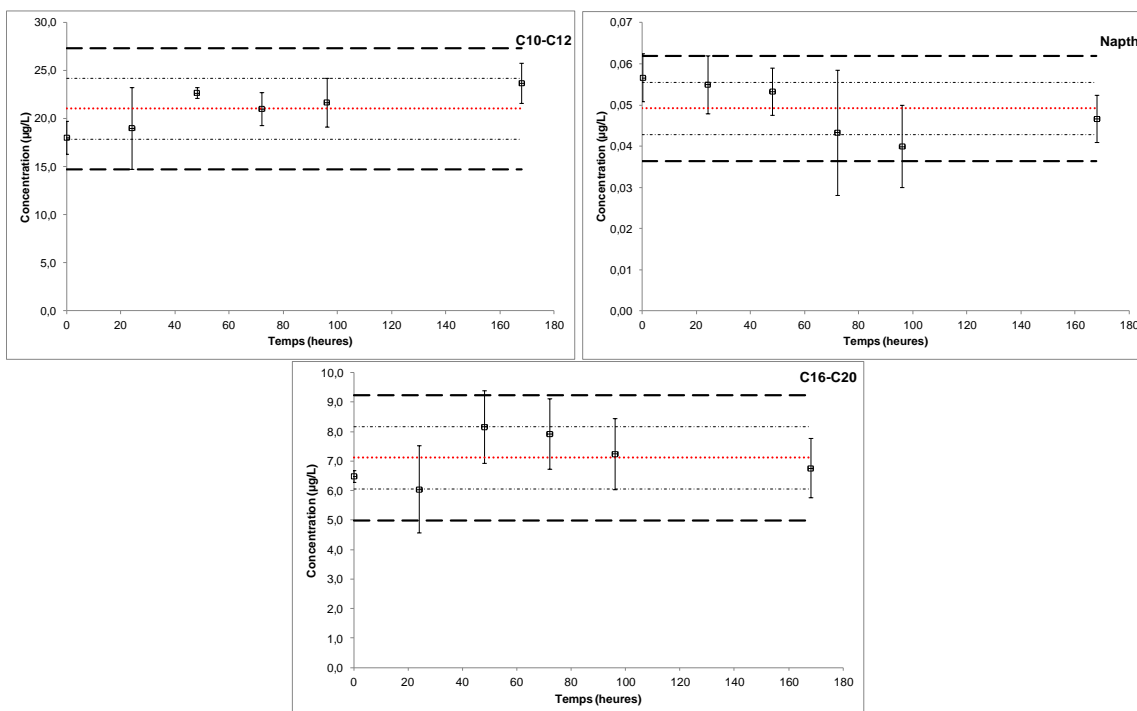


Figure 24 : Evolution de la concentration en >C10-C12, en naphtalène et en >C16-C20 au droit du PzI sur 8 jours

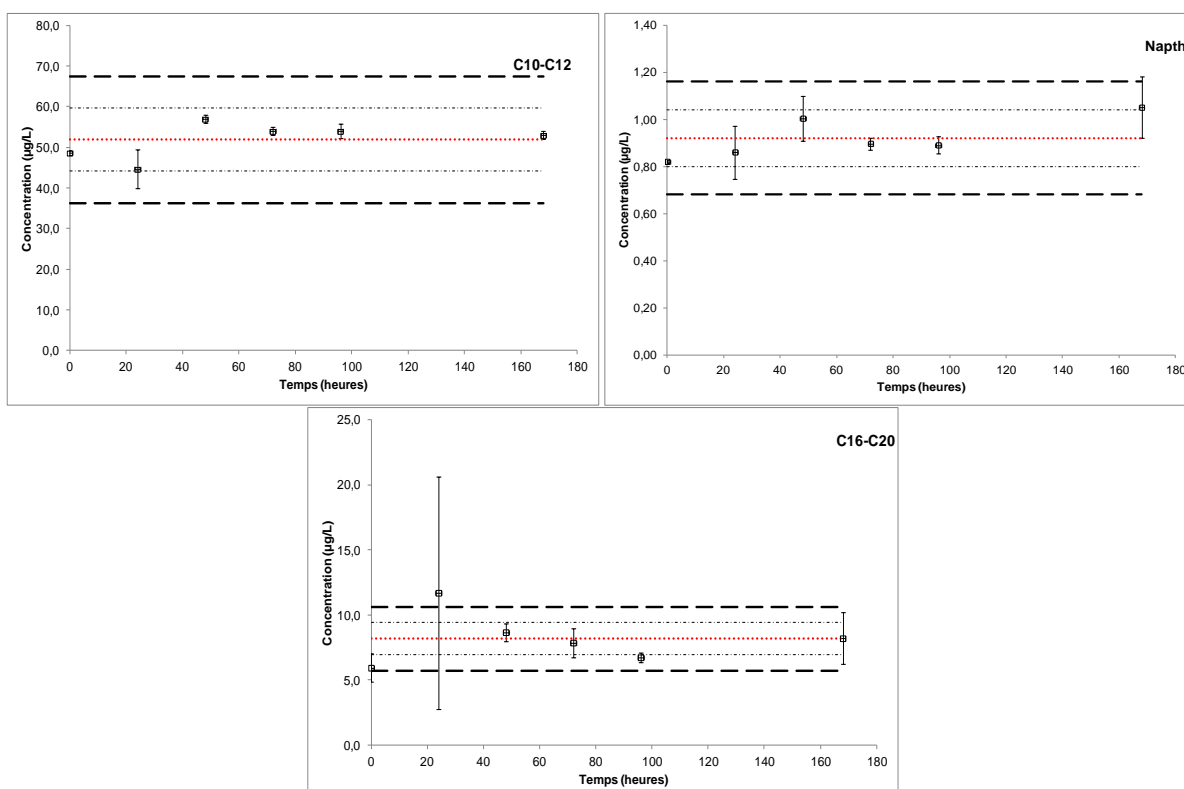


Figure 25 : Evolution de la concentration en >C10-C12, en naphtalène et en >C16-C20 au droit du PzK sur 8 jours

Un test statistique, ANOVA à un facteur, a été appliqué afin de déterminer si les concentrations mesurées entre les différentes modalités (journée de prélèvement) étaient significativement différentes avec un intervalle de confiance à 95%. Les résultats sont présentés dans le Tableau 6 pour les 3 composés/familles de composés sur les deux ouvrages. Une réponse positive au test statistique (oui) met en évidence qu'il existe entre les deux modalités (ici le jour du prélèvement) une différence significative entre les observations (concentration). Une réponse négative (non), au contraire, ne met pas en évidence de différences significatives entre les deux modalités.

Tableau 6 : Analyse des différences entre les modalités avec un intervalle de confiance à 95% (test de Tukey, ANOVA)

Modalités	PzK			PzI		
	>C10-C12	Napht	>C16-C20	>C10-C12	Napht	>C16-C20
3e jour vs 5e jour	Non	Non	Non	Non	Non	Non
3e jour vs 1er jour	Non	Non	Non	Non	Non	Non
3e jour vs 2d jour	Non	Non	Non	Non	Non	Non
3e jour vs 8e jour	Non	Non	Non	Non	Non	Non
3e jour vs 4e jour	Non	Non	Non	Non	Non	Non
4e jour vs 5e jour	Non	Non	Non	Non	Non	Non
4e jour vs 1er jour	Non	Non	Non	Non	Non	Non
4e jour vs 2d jour	Non	Non	Non	Non	Non	Non
4e jour vs 8e jour	Non	Non	Non	Non	Non	Non
8e jour vs 5e jour	Non	Non	Non	Non	Non	Non
8e jour vs 1er jour	Non	Oui	Non	Non	Non	Non
8e jour vs 2d jour	Oui	Non	Non	Non	Non	Non
2d jour vs 5e jour	Non	Non	Non	Non	Non	Non
2d jour vs 1er jour	Non	Non	Non	Non	Non	Non
1er jour vs 5e jour	Non	Non	Non	Non	Non	Non

Ces résultats montrent qu'il n'existe pas de différence significative entre les niveaux de concentrations observées pour les trois composés cibles/traceurs pour l'ouvrage PzI et corroborent les observations graphiques faites précédemment. Cependant, des différences significatives ont été mises en exergue au droit du PzK principalement pour le naphtalène et l'indice >C10-C12. Les résultats sont globalement identiques pour l'ouvrage PzK sauf ponctuellement pour les concentrations en >C10-C12 mesurées le 2<sup>ème</sup> jour et le 8<sup>ème</sup> jour et pour les concentrations en naphtalène mesurées le 1<sup>er</sup> jour et le 8<sup>ème</sup> jour, qui paraissent significativement différentes.

En dehors de ces points singuliers, l'hypothèse n°1 « Evolution limitée de la qualité de la nappe (niveau 1) sur une période de 8 jours » peut être considérée comme validée d'autant plus que le 8<sup>ème</sup> et dernier jour ne concerne pas d'autres opérations que la récupération de l'hydrasleeve<sup>TM</sup>.

## 7.2 HYPOTHESE N°2 - EVOLUTION DE LA QUALITE VERTICALE DE LA NAPPE SUR 24 HEURES

Afin de valider l'hypothèse n°2, des essais spécifiques ont aussi été conduits au droit de deux ouvrages, représentatifs de ceux utilisés pour les campagnes de comparaison des outils :

- PzL : ouvrage profond (19 m) pour un diamètre de 2,5 pouces ;
- PzM : ouvrage peu profond (15 m) pour un diamètre de l'ordre de 6 pouces.

Les coupes lithologiques sont présentées en Annexe 5.

L'objectif était de simuler une perturbation de la colonne d'eau comparable à celle engendrée par des outils de prélèvements multiniveaux et d'évaluer si les conditions avant prélèvement et 24 heures après prélèvement étaient les mêmes. Ce test s'est déroulé sur 2 jours.

La démarche était la suivante :

- Réalisation d'une diagraphie avec suivi de la conductivité, du pH et de l'oxygène dissous ;
- Réalisation d'une purge dynamique simulant la réalisation de prélèvement multiniveaux à des débits comparables aux débits de prélèvement ;
- Réalisation d'une nouvelle diagraphie immédiatement après la purge dynamique et 24 heures après avec suivi de la conductivité, du pH et de l'oxygène dissous.

Dans le cadre de la validation de la démarche de comparaison, l'INERIS a considéré qu'il n'y avait pas d'influence des outils de prélèvement multiniveaux (simulé par la purge dynamique) sur la qualité verticale de la nappe lorsque les paramètres mesurés lors de la diagraphie 24 heures après purge dynamique étaient compris dans  $\pm 6\%$  de la conductivité, 0,1 U du pH et 10% de la concentration en oxygène dissous, résultats obtenus par la diagraphie avant purge dynamique.

Les critères de décision choisis sont ceux présentés précédemment (section 5.2.2) pour la conductivité et le pH.

Les diagraphies (mesure de la conductivité, du pH et de la concentration en oxygène dissous) réalisées au droit du PzL et du PzM sont, respectivement présentées par la Figure 26 et la Figure 27.

Pour le pH, les différences observées entre les valeurs sur les deux piézomètres (mesure avant purge et après purge), semblent être principalement liées à la calibration qui a été réalisée entre les 2 campagnes.

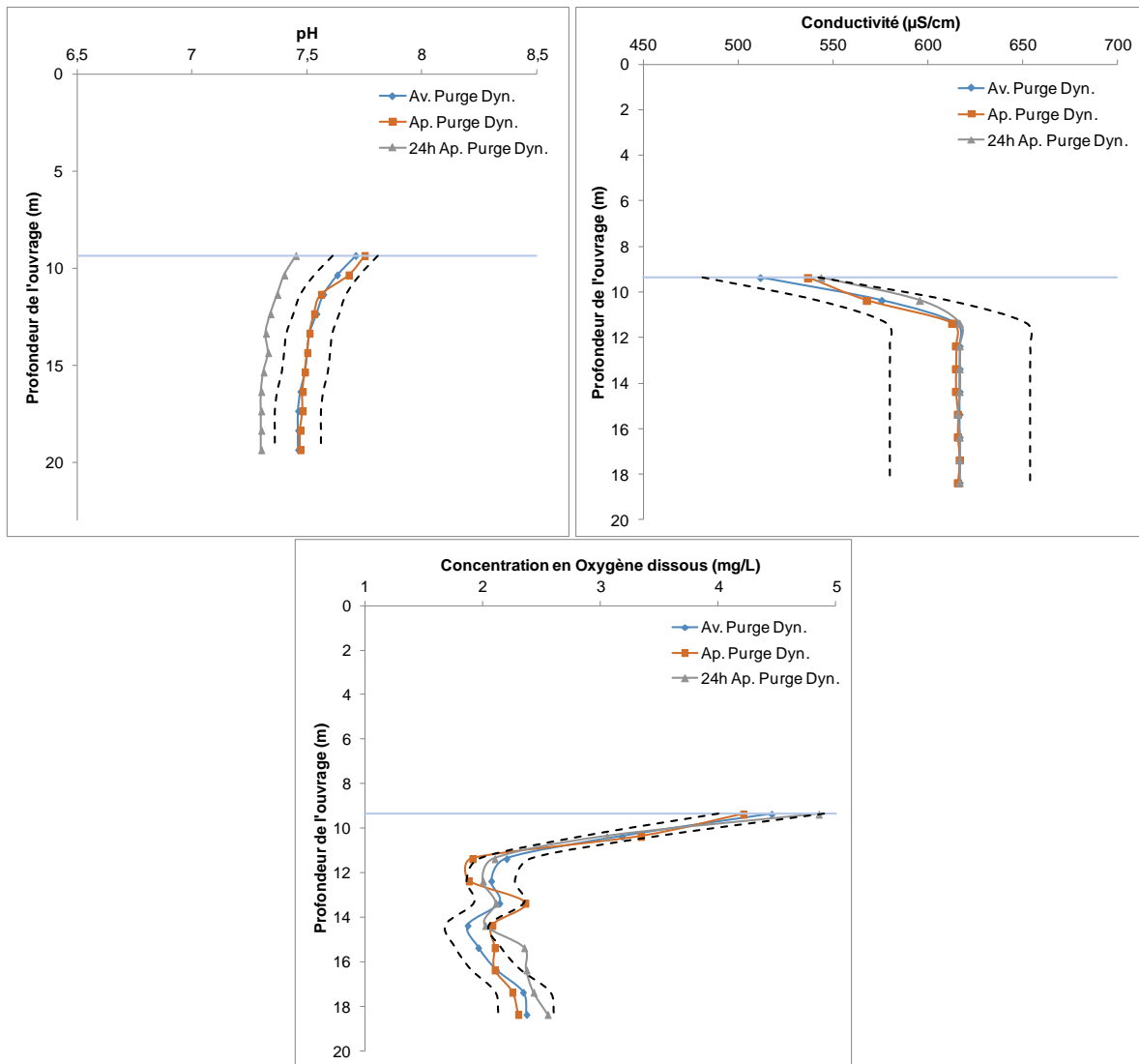


Figure 26 : Diagraphie réalisée au droit du PzL, avant purge dynamique (Av. Purge Dyn.), après purge dynamique (Ap. Purge Dyn.) et 24 h après la purge dynamique (24h Ap. Purge Dyn.). Les courbes en pointillées représentent  $\pm 6\%$  de la conductivité,  $\pm 0,1$  U pH,  $\pm 10\%$  de la concentration en oxygène des valeurs obtenues par la diagraphie avant purge dynamique

Les diagraphies réalisées avant la purge (ligne en bleu) au droit du PzL présentent une hétérogénéité verticale pour l'ensemble des paramètres suivis. Le pH est légèrement plus élevé au toit de la nappe puis diminue et se stabilise à environ 2/3 m sous la surface piézométrique. Cette tendance est également observée pour l'oxygène dissous, mais de façon plus marquée. A contrario, les conductivités mesurées sont plus faibles au toit de la nappe et augmentent avec la profondeur puis se stabilisent vers 12 m (soit 2-3 m sous la surface piézométrique) jusqu'à la base de l'ouvrage. Ces tendances observées semblent être directement liées à un changement lithologique, passage d'une lithologie marquée par des galets et graviers dans une matrice sableuse à une lithologie identifiée comme limono-sableuse (Annexe 5). La réalisation de la purge dynamique (débit de purge = 2,9 L/min) sur toute la colonne n'influence que très légèrement les paramètres physico-chimiques suivis 24 heures après la réalisation de la purge, les valeurs de conductivités sont très largement comprises dans les limites fixées (6%). Ce constat

est également valable pour la concentration en oxygène dissous bien qu'un écart soit constaté vers 15 m de profondeur. Pour le pH, la tendance est aussi identique aux mesures réalisées avant la purge dynamique.

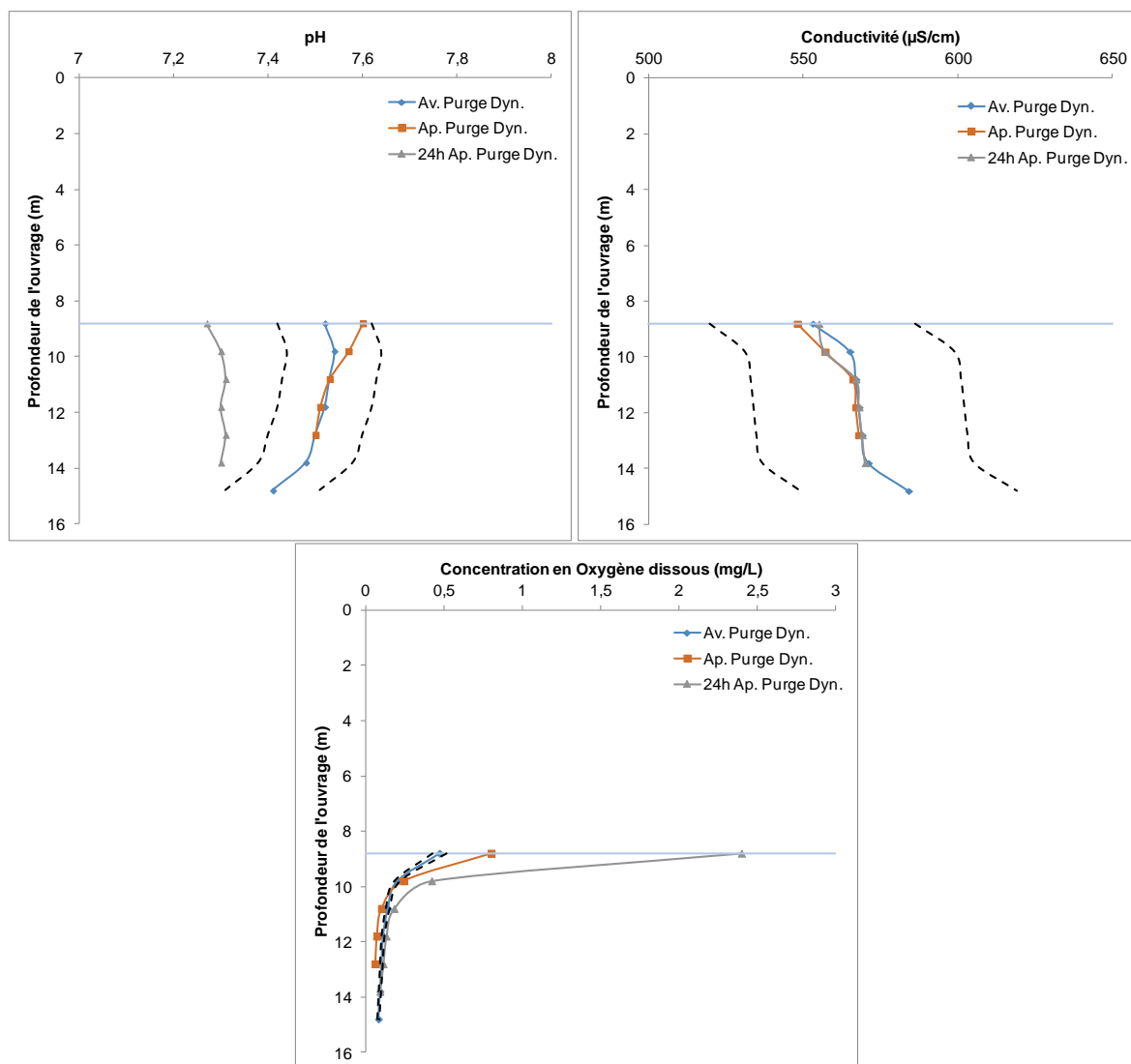


Figure 27 : Diagraphie réalisée au droit du PzM, avant purge dynamique (Av. Purge Dyn.), après purge dynamique (Ap. Purge Dyn.) et 24 h après la purge dynamique (24h Ap. Purge Dyn.). Les courbes en pointillées représentent  $\pm 6\%$  de la conductivité,  $\pm 0,1$  U pH,  $\pm 10\%$  de la concentration en oxygène des valeurs mesurées par la diagraphie avant purge dynamique

Les tendances observées au droit du PzM, sur la mesure de la conductivité et de l'oxygène dissous lors de la 1<sup>ère</sup> diagraphie sont similaires. Il est possible d'observer une augmentation de la conductivité, une diminution de la concentration en oxygène dissous avec la profondeur et une stabilisation des paramètres vers 11 m, puis une nouvelle augmentation des valeurs de conductivité en fond d'ouvrage. Le pH contrairement au PzL augmente puis se stabilise sur 3 m et diminue vers 14 m. Ces variations constatées, principalement pour le pH et la conductivité, semblent être en lien direct avec la nature du massif traversé. En effet, la coupe lithologique présente une alternance entre une couche de galets et graviers indurés jusqu'à 9 m de

profondeur, puis une zone limono-graveleuse sur 3,5 m d'épaisseur, une couche limono-sableuse et enfin un niveau de conglomérats, de galets. La purge dynamique réalisée semble influencer légèrement les paramètres physico-chimiques suivis, excepté pour le pH sur les 2 premiers mètres. Les valeurs de conductivité mesurées, 24 heures après la purge dynamique sont très nettement comprises, dans les bornes définies. L'évolution du pH, d'un point de vue qualitatif, est similaire entre les deux diagraphies. Des écarts plus importants sont constatés sur la mesure de l'oxygène dissous bien que les tendances observées soient comparables. Ces variations quantitatives pourraient être liées à l'incertitude de la mesure pour des concentrations proches de la limite de détection de la sonde multiparamètre utilisée.

L'hypothèse n°2 « La qualité verticale de la nappe est retrouvée après 24 heures » en considérant les résultats des essais réalisés, semble être validée. La démarche pour valider cette hypothèse se base elle-même sur plusieurs hypothèses qui sont :

- La réalisation d'une purge dynamique (descente dans l'ouvrage d'une pompe à un débit fixé jusqu'à l'embase de l'ouvrage) est représentative des différentes techniques de prélèvement multiniveaux ;
- Les paramètres physico-chimiques sont des indicateurs pertinents de l'état chimique (pollution) de la colonne d'eau.

### **7.3 CONCLUSION DES ESSAIS SUR LA VALIDATION DE LA DEMARCHE**

La comparaison des outils de prélèvement en mono- et multiniveaux qui s'effectue sur plusieurs ouvrages et à différents temps pour des campagnes de prélèvement dont la durée est de 8 jours est basée sur deux hypothèses majeures :

- (1) La qualité de la nappe reste suffisamment homogène sur une période 8 jours ;
- (2) La qualité verticale de la nappe est retrouvée après 24h.

Les résultats des essais présentés précédemment mettent en évidence :

- Que l'hypothèse n°1 est validée. En effet, par considération de l'incertitude du laboratoire et au vu des résultats statistiques, la concentration est considérée comme homogène sur les 8 jours. Cette conclusion est particulièrement vraie pour les hydrocarbures non volatils. En effet des différences significatives ont été mises en exergue pour le naphthalène et l'indice >C10-C12, respectivement entre 1<sup>er</sup> jour et le 8<sup>ième</sup> jour et le 2<sup>ième</sup> jour et le 8<sup>ième</sup>. Afin de considérer ces conclusions, au regard des résultats obtenues sur une campagne spécifique, les outils testés le 1<sup>er</sup>, le 2<sup>ième</sup> jour, pour l'ensemble des familles caractérisées ne seront pas comparés avec les outils testés le 8<sup>ième</sup> jour. En d'autres termes, la comparaison des outils pour un prélèvement mononiveau sera réalisée pour les outils utilisés durant les 5 premières journées.
- Que l'hypothèse n°2 est validée. L'approche semi-quantitative proposée a en effet montré qu'il n'existe pas de différence entre la qualité de la colonne d'eau avant un prélèvement (ici simulé par une purge dynamique) et 24 heures après.

Le tableau ci-après précise le domaine de validité de la démarche proposée.



*Tableau 7 : Domaine de validité de la démarche proposée – Possibilité de comparer les outils entre eux pour un prélèvement mono- et multiniveaux pour l'ensemble des composés caractérisés*

	1er jour	2e jour	3e jour	4e jour	5e jour	8e jour
1er jour		Oui	Oui	Oui	Oui	Non
2d jour	Oui		Oui	Oui	Oui	Non
3e jour	Oui	Oui		Oui	Oui	Oui
4e jour	Oui	Oui	Oui		Oui	Oui
5e jour	Oui	Oui	Oui	Oui		Oui
8e jour	Non	Non	Oui	Oui	Oui	

Les essais menés pour valider la démarche que ce soit pour la comparaison des outils mono- (hypothèse n°1) ou multiniveaux (hypothèse n°2) ont été conduits une seule fois sur la période 2014-2015. L'INERIS a considéré dans le cadre de cette étude que les tendances observées et les conclusions associées à ces essais étaient valables pour l'ensemble de la période étudiée.

## 8. DESCRIPTION DU JEU DE DONNEES

### 8.1 DESCRIPTION GENERALE DU JEU DE DONNEES

Au total, sur les 4 campagnes réalisées près de 425 échantillons ont été envoyés au laboratoire AGROLAB Group. Ces 425 échantillons représentent plus de 13 602 composés recherchés.

Les composés recherchés, les limites de quantification et les méthodes d'analyses sont présentés dans le tableau ci-après.

Tableau 8 : Composés recherchés – Limites de Quantification (LQ) et méthodes d'analyses

Paramètre	Limite de quantification	Méthode d'analyse
<b>Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques</b>		
Naphtalène	0,02	méthode interne
Acénaphylène	0,05	méthode interne
Acénaphène	0,01	méthode interne
Fluorène	0,01	méthode interne
Phénanthrène	0,01	méthode interne
Anthracène	0,01	méthode interne
Fluoranthène	0,01	méthode interne
Pyrène	0,01	méthode interne
Benzo(a)anthracène	0,01	méthode interne
Chrysène	0,01	méthode interne
Benzo(b)fluoranthène	0,01	méthode interne
Benzo(k)fluoranthène	0,01	méthode interne
Benzo(a)pyrène	0,01	méthode interne
Dibenzo(ah)anthracène	0,01	méthode interne
Benzo(g,h,i)pérylène	0,01	méthode interne
Indéno(1,2,3-cd)pyrène	0,01	méthode interne
Total de composés	16	
<b>BTEX</b>		
Benzène	0,2	EN-ISO 11423-1
Toluène	0,5	EN-ISO 11423-1
Ethylbenzène	0,5	EN-ISO 11423-1
m,p-Xylène	0,2	EN-ISO 11423-1
o-Xylène	0,5	EN-ISO 11423-1
Total de composés	5	
<b>Hydrocarbures totaux &gt;C10-C40</b>		
Fraction C10-C12	10	EN-ISO 9377-2
Fraction C12-C16	10	EN-ISO 9377-2
Fraction C16-C20	5	EN-ISO 9377-2
Fraction C20-C24	5	EN-ISO 9377-2
Fraction C24-C28	5	EN-ISO 9377-2
Fraction C28-C32	5	EN-ISO 9377-2
Fraction C32-C36	5	EN-ISO 9377-2
Fraction C36-C40	5	EN-ISO 9377-2
Total de composés	8	
<b>Hydrocarbures volatils &gt;C5-C10</b>		
Fraction C5-C6	10	ISO 11423-1
Hydrocarbures C6-C8	10	ISO 11423-1
Hydrocarbures C8-C10	10	ISO 11423-1
Total de composés	3	

Au final, près de 2136 BTEX, 6244 HAP, 3168 HCT et 2054 hydrocarbures volatils ont été recherchés (autrement dit, les BTEX ont été recherchés sur 2136 échantillons). Dans 14%, 15%, 23% et 15% des cas, les concentrations sont

supérieures à la limite de quantification du laboratoire, respectivement, pour les BTEX, HAP, HCT (>C10-C40) et les hydrocarbures volatils (>C5-C10) (Figure 28).

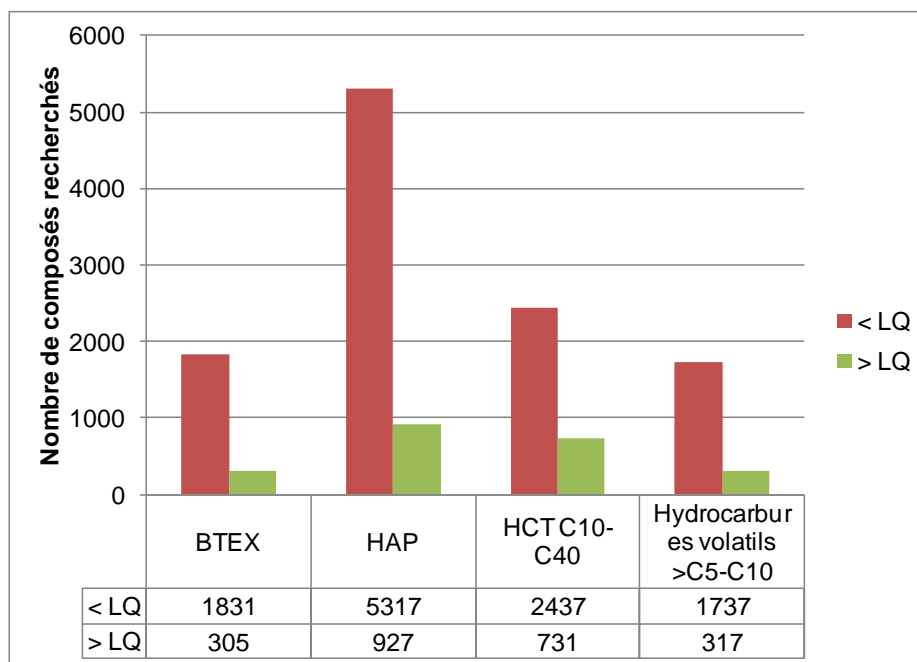


Figure 28 : Résultats supérieurs et inférieurs à la limite de quantification (LQ) pour les différents composés recherchés

La faible proportion de composés quantifiés est intrinsèquement liée à la nature de la contamination et aux choix des ouvrages investigués. En effet, bien qu'il existe toujours au droit de la zone d'étude, une phase flottante de pétrole (INERIS, 2016), les concentrations sont relativement faibles en aval hydraulique.

La Figure 29 présente la répartition des composés quantifiés en fonction des ouvrages investigués et des outils de prélèvement utilisés.

D'une façon générale, les concentrations en composés sont relativement plus élevées pour les familles des HAP et les HCT (indice >C10-C40). Les composés volatils ont été retrouvés dans une moindre mesure.

En accord avec les campagnes de prélèvements (ECOGEOSAFE et INERIS), les ouvrages PzH, I, J et K sont ceux présentant le plus grand nombre de données avec des valeurs supérieures à la LQ. En effet, ces ouvrages se situent à quelques dizaines de mètres de la zone de l'accident. Les outils présentant le plus de données (composés quantifiés >LQ) sont principalement : l'échantillonneur pneumatique, la pompe PP36 en usage classique et la pompe PP36 avec système Low Flow.

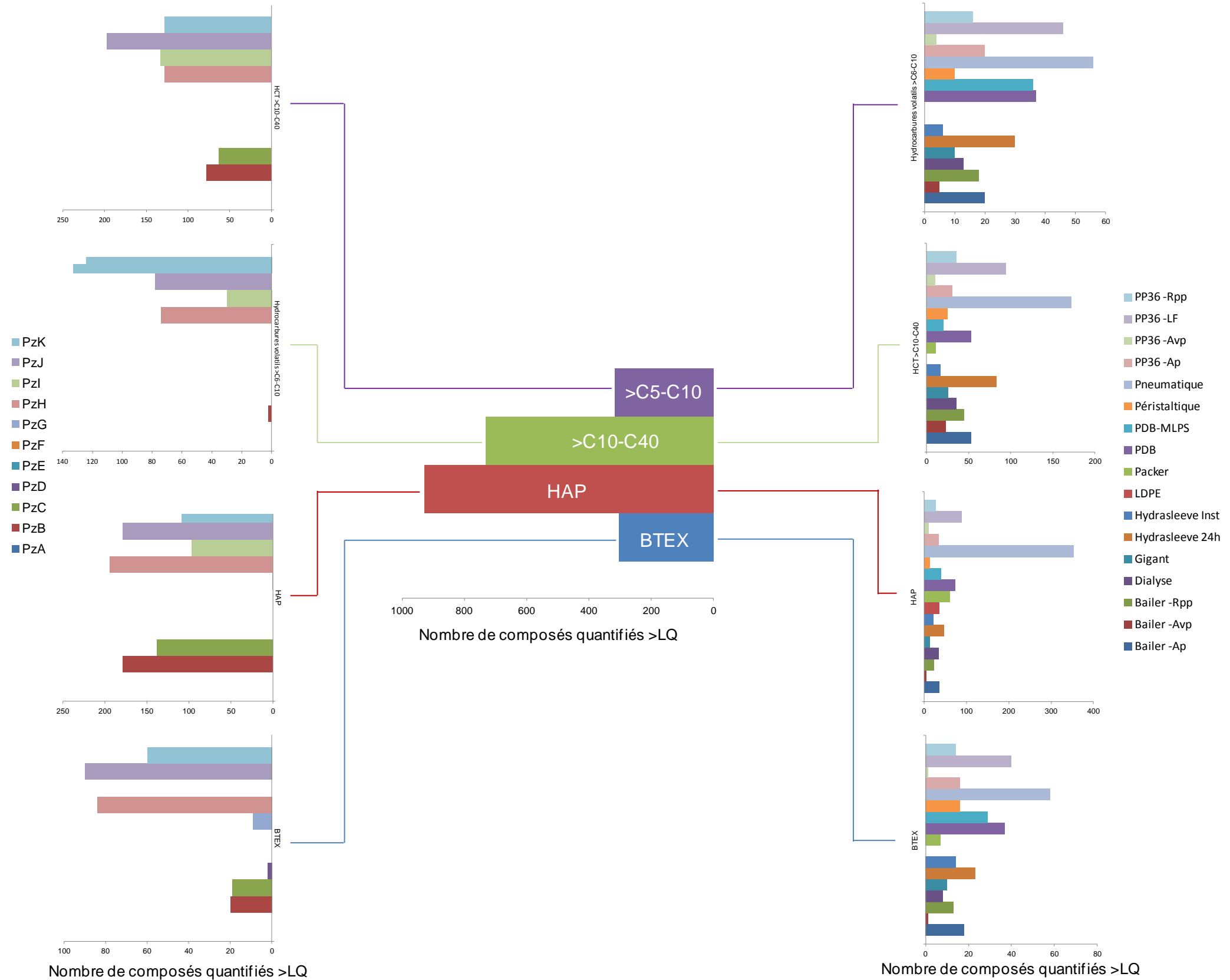


Figure 29 : Répartition des données supérieures à la limite de quantification selon les ouvrages et les outils de prélèvements en fonction des familles de contaminants recherchées

## 8.2 DESCRIPTION DU JEU DE DONNEES PAR FAMILLE DE COMPOSES

### 8.2.1 BTEX

Au total, la famille des BTEX qui comprend 5 composés (cf. Tableau 8) présente des valeurs supérieures à la limite de quantification dans 305 échantillons. Une description des données est présentée dans le Tableau 9.

*Tableau 9 : Description du jeu de données pour la famille des BTEX*

Statistique	Concentration ( $\mu\text{g/L}$ )
Nb. d'observations	305
Minimum	0,30
Maximum	73,00
1er Quartile	0,70
Médiane	3,10
3e Quartile	8,13
Moyenne	8,58
Variance (n-1)	205,55
Ecart-type (n-1)	14,34

Les concentrations en BTEX varient de 0,3 à 73  $\mu\text{g/L}$  avec une moyenne de 8,6  $\mu\text{g/L}$ . La répartition des concentrations retrouvées dans les différentes campagnes de prélèvement est présentée par la Figure 30-A. En effet, par comparaison avec l'annexe I de l'arrêté du 11 janvier 2007, plus d'un quart des valeurs sont inférieures à la valeur réglementaire de 1  $\mu\text{g/L}$ , valeur existante pour le benzène. Au vu des concentrations mesurées au droit des différents ouvrages pour les différentes campagnes réalisées, le niveau de contamination peut être qualifié de « faible ». La Figure 30-B présente un histogramme de fréquence des concentrations retrouvées.

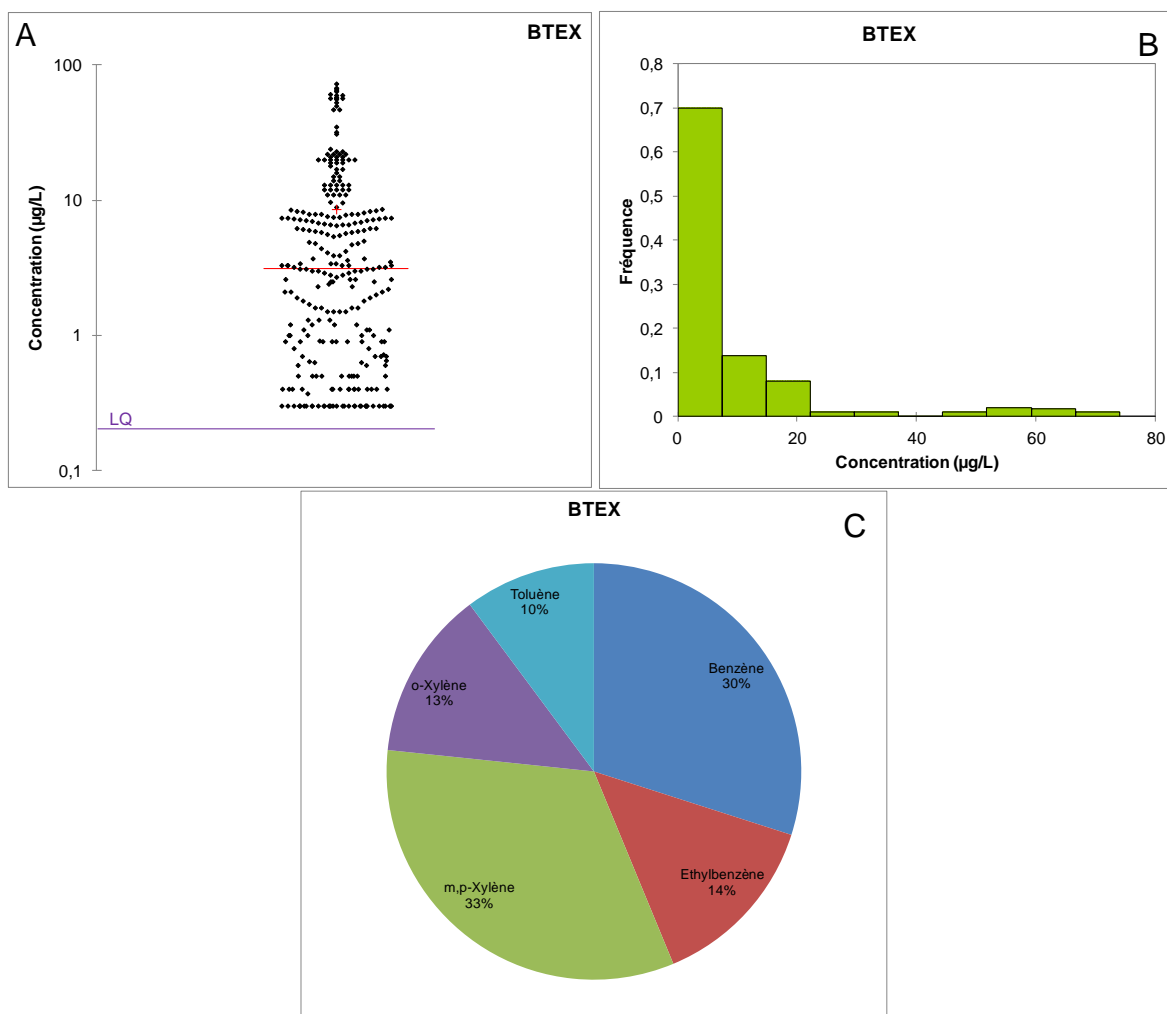


Figure 30-A : Distribution des concentrations en BTEX (chaque point représente une valeur) ; B : Histogramme des concentrations ; C : Répartition des données selon les composés de la famille des BTEX

Plus de 70% des données sont comprises entre la limite de quantification (LQ de 0,2 µg/L pour le benzène et le *m,p*-xylène) et 7,4 µg/L et 93% des données sont comprises entre la LQ et 22 µg/L. Parmi les BTEX, le benzène et le *m,p*-xylène sont les principaux composés quantifiés. Ils représentent 63% du jeu de données pour cette famille de composés (Figure 30-C).

### 8.2.2 HYDROCARBURES VOLATILS (>C5-C10)

Au total, la famille des hydrocarbures volatils a été quantifiée 317 fois donc sur 317 échantillons (valeurs >LQ). Cette famille de composés comprend trois fractions d'hydrocarbures volatils comme présenté par le Tableau 8. Les hydrocarbures volatils comprennent également les BTEX. En effet, ces composés possèdent de 6 (benzène) à 8 carbones (éthylbenzène/xylènes). Une description des données est présentée dans le Tableau 10.

Tableau 10 : Description du jeu de données pour la famille des hydrocarbures volatiles

Statistique	Concentration (µg/L)
Nb. d'observations	317
Minimum	11,00
Maximum	160,00
1er Quartile	27,00
Médiane	49,00
3e Quartile	76,75
Moyenne	58,32
Variance (n-1)	1457,43
Ecart-type (n-1)	38,18

Les valeurs mesurées varient de 11 à 160 µg/L avec une moyenne 58 µg/L et une médiane de 49 µg/L. La Figure 31-A présente la répartition des concentrations retrouvées dans les 4 campagnes de prélèvement. La Figure 31-B présente un histogramme de fréquence des concentrations et la Figure 31-C une répartition des fractions identifiées.

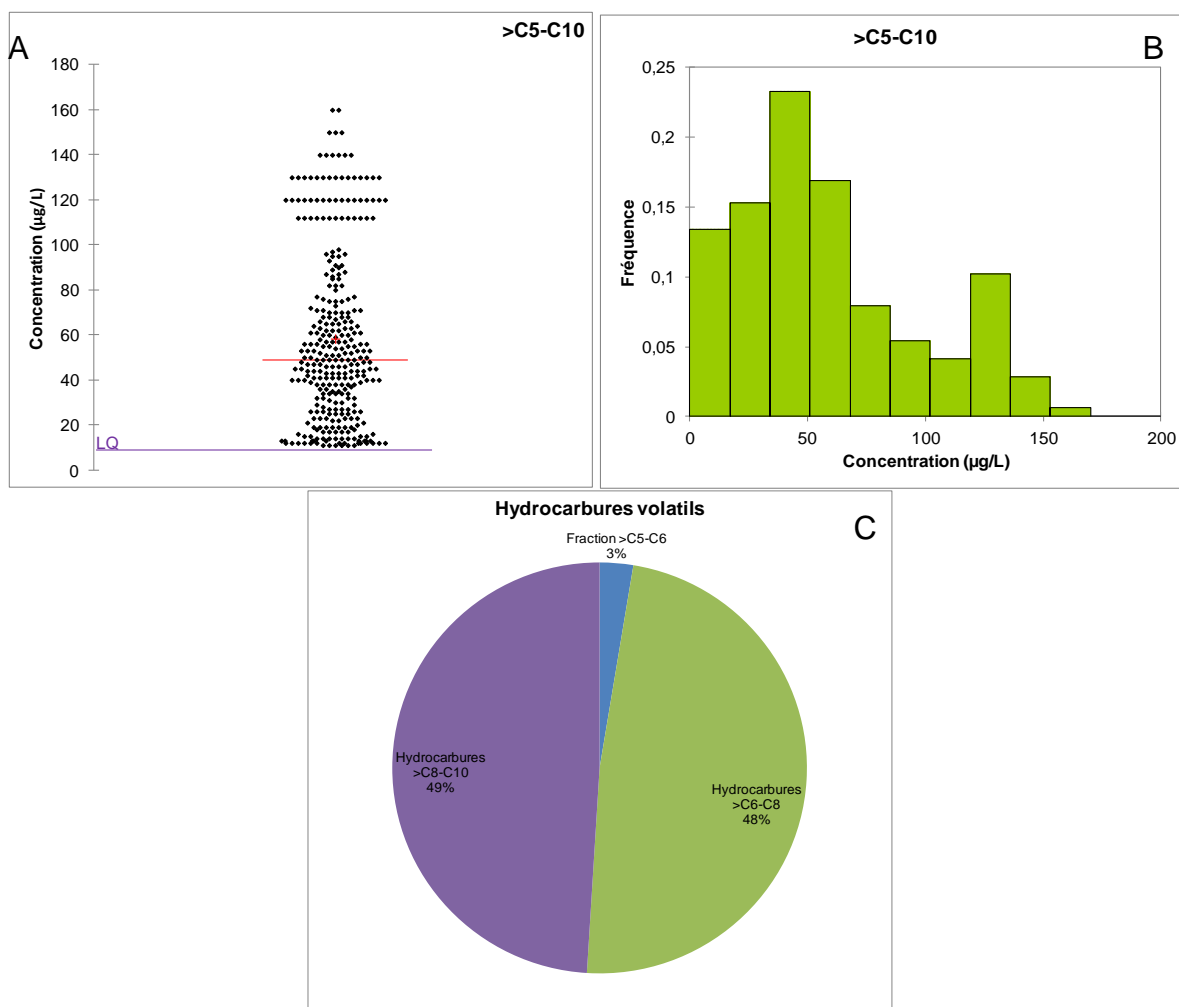


Figure 31-A : Distribution des concentrations en hydrocarbures volatils (chaque point représente une valeur) ; B : Histogramme des concentrations ; C : Répartition des données selon les différentes fractions d'hydrocarbures volatils (>C5-C10)

40% des valeurs en hydrocarbures volatils sont comprises entre la limite de quantification (10 µg/L) et 68 µg/L. Les données sont principalement centrées autour de la moyenne arithmétique (58 µg/L). Sur les 3 fractions des hydrocarbures volatils analysés, les fractions >C6-C8 et >C8-C10 représentent 97% des données.

### 8.2.3 HAP

Les HAP ont été quantifiés 927 fois. La famille des HAP est représentée par les 16 HAP de la liste de l'US-EPA. Une description des données est présentée dans le Tableau 11.

*Tableau 11 : Description du jeu de données pour la famille des HAP*

Statistique	Concentration (µg/L)
Nb. d'observations	927
Minimum	0,002
Maximum	39,000
1er Quartile	0,030
Médiane	0,075
3e Quartile	0,320
Moyenne	1,550
Variance (n-1)	17,709
Ecart-type (n-1)	4,208

Les concentrations en HAP varient de 0,002 à 39 µg/L. La moyenne est de 1,55 µg/L et la médiane de 0,075 µg/L. La Figure 32-A présente la répartition des concentrations retrouvées dans les 4 campagnes de prélèvement. La Figure 32-B présente un histogramme de fréquence des concentrations et la Figure 32-C une répartition des composés identifiés.



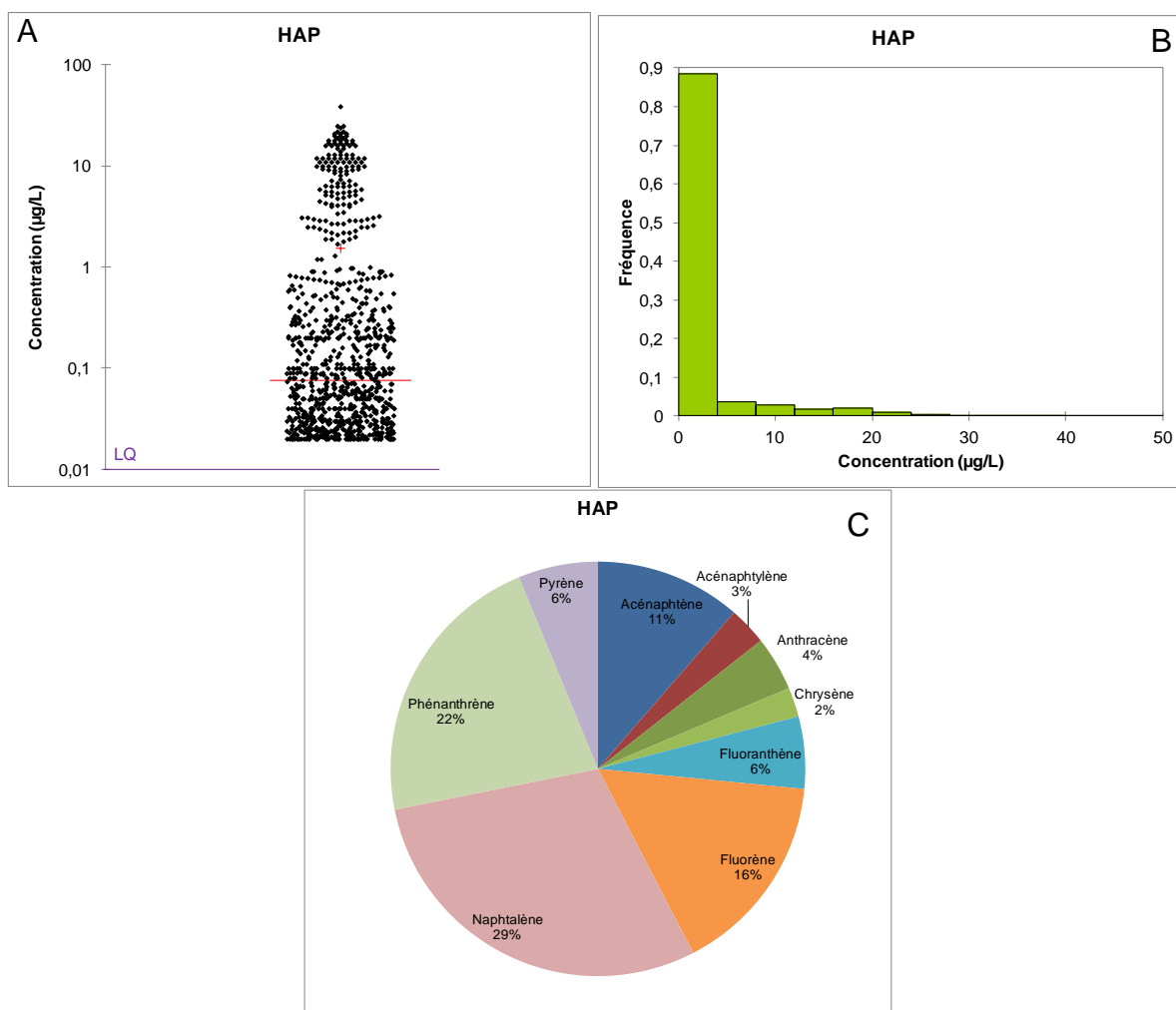


Figure 32 : A : Distribution des concentrations en HAP (chaque point représente une valeur) ; B : Histogramme des concentrations ; C : Répartition des données selon les différents HAP quantifiés

Sur les 16 HAP, 9 composés ont été retrouvés parmi les différentes campagnes de prélèvement et ouvrages investigués. Seuls les composés avec un  $\log K_{ow} < 5,61$  ont pu être quantifiés par le laboratoire. Principalement, le naphtalène (29%), le phénanthrène (22%) et le fluorène (16%) ont été retrouvés dans les échantillons. 88% des données sont inférieures à 4 µg/L. Pour être plus précis, 73 % des concentrations sont inférieures à 0,4 µg/L et 83% inférieures à 0,8 µg/L.

#### 8.2.4 HCT (<C10-C40)

Les HCT ont été quantifiés 731 fois. La famille des HCT est représentée par 8 fractions comme présenté dans le Tableau 8. Une description des données est présentée dans le Tableau 12. La mesure des HCT intègre également la concentration en HAP, puisque ces composés possèdent de 10 (naphtalène) à 22 carbones (indéno[1,2,3-*cd*]pyrène)

Tableau 12 : Description du jeu de données pour la famille des HCT

Statistique	Concentration (µg/L)
Nb. d'observations	731
Minimum	6,00
Maximum	372,00
1er Quartile	11,00
Médiane	22,00
3e Quartile	57,00
Moyenne	42,02
Variance (n-1)	2253,32
Ecart-type (n-1)	47,47

Les concentrations mesurées sont comprises entre 6 et 372 µg/L. La moyenne arithmétique est de 42 µg/L et la médiane de 22 µg/L. La Figure 33 présente la distribution des composés, la fréquence d'apparition et la répartition selon les différentes fractions.

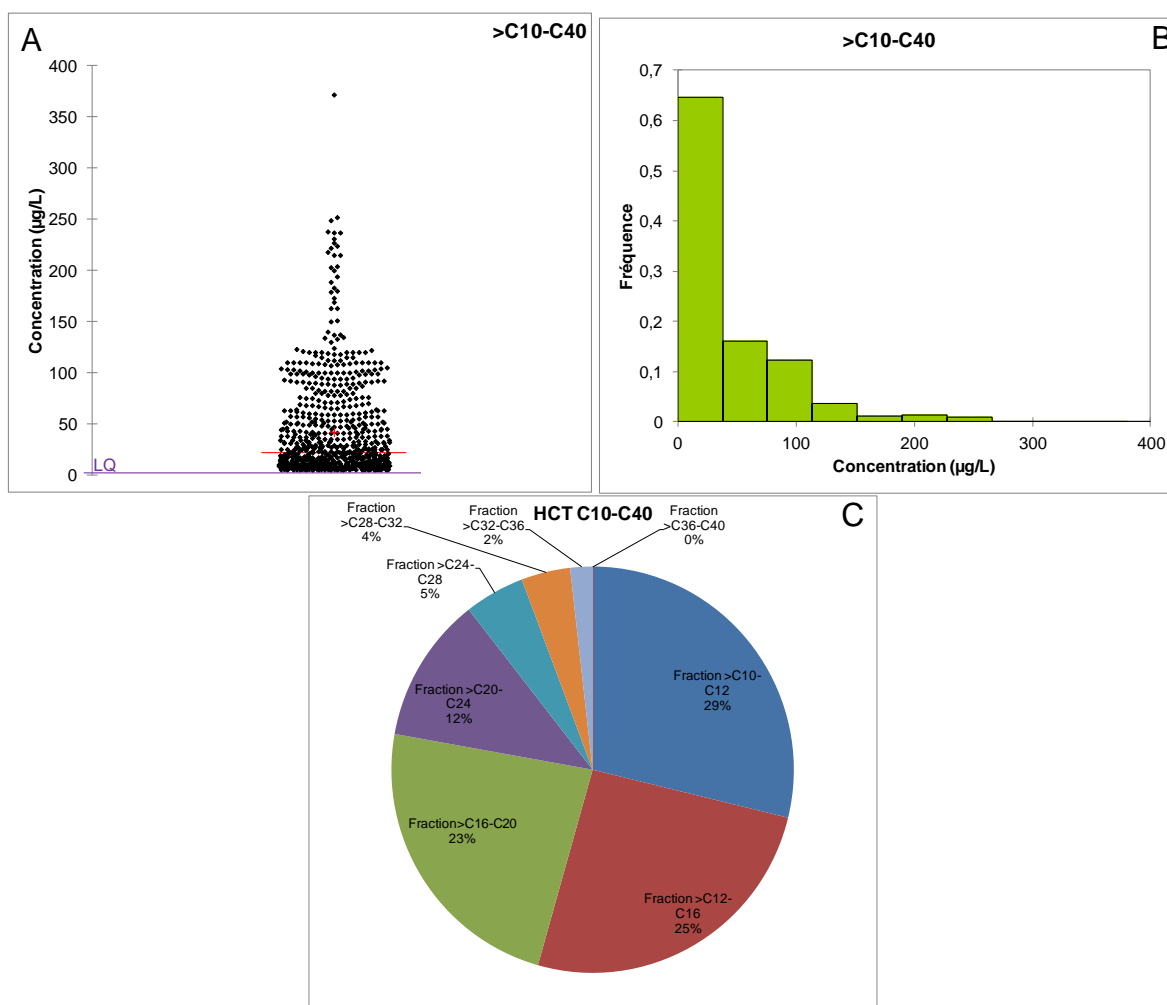


Figure 33 : A : Distribution des concentrations en hydrocarbures totaux (chaque point représente une valeur) ; B : Histogramme des concentrations ; C : Répartition des données selon les différentes fractions d'hydrocarbures (>C10-C40)

Comme représenté par la Figure 33-A, les concentrations fluctuent autour de la médiane. 80% et 93 % des valeurs sont inférieures à 38 µg/L et 114 µg/L, respectivement. Parmi les différentes fractions d'hydrocarbures recherchées, c'est principalement les fractions les plus légères qui ont été retrouvées. Les fractions >C10-C12, >C12-C16 et >C16-C20 représentent, respectivement 29%, 25% et 23 % de l'ensemble des valeurs supérieures à la limite de quantification.

Au regard de ces résultats, et pour la période concernée, l'INERIS constate que la pollution du milieu eau souterraine en aval de la zone source est limitée en extension et en concentration (considérant diverses techniques de prélèvements).

## **9. RESULTATS - COMPARAISON DES OUTILS DE PRELEVEMENT**

### **9.1 COMPARAISON DES OUTILS POUR UN PRELEVEMENT MONONIVEAU**

Les outils comparés pour un prélèvement mononiveau ont été les suivants :

- Les PDB ;
- Les membranes de dialyses ;
- Les membranes LDPE ;
- Le Bailer ;
- Le préleveur pneumatique ou préleveur commandé ;
- La pompe PP36 ;
- La pompe PP36 avec système Low Flow ;
- La pompe vessie entre 2 obturateurs (packers) ;
- La pompe Gigant ;
- La pompe péristaltique.

Les résultats obtenus à partir de l'Hydrasleeve™-72H ont été ajoutés mais non comparés avec ceux des PDB (cf. conclusions de la validation de la démarche, section 7.1).

Le Bailer et la pompe PP36 ont été également utilisés pour tester le protocole n°1 dédié à la purge. Le suffixe -Ap ou -Rpp accolé au nom de l'outil précise si le résultat est lié à un prélèvement immédiatement après purge (-Ap) ou 24 heures après purge (Rpp). Afin de se placer dans des conditions optimales pour comparer les outils, les comparaisons des mesures obtenues par les outils Bailer et pompe PP36 concernent les données acquises pour un prélèvement 24 heures après purge. L'influence de la purge sur le prélèvement est discutée dans la section 9.3.1.

#### **9.1.1 REPRESENTATION GRAPHIQUE - APPROCHE PAR OUVRAGE ET PAR COMPOSES**

Comme indiqué précédemment, plus de 80% des analyses ont présenté des concentrations inférieures aux limites de quantification du laboratoire (<LQ). Dans de nombreux cas, la quantification d'un composé à l'aide d'un outil n'a pas forcément été observée par un autre outil, pour une même campagne et pour un même ouvrage. Ces disparités sont généralement associées à des faibles teneurs (cf. section 8.1). *In fine*, la comparaison des outils pour un même composé et pour un même ouvrage a été réalisée lorsque  $\geq 70\%$  des outils ont pu être comparés (7 outils sur 10 pour les campagnes de septembre 2014, février 2015 et juin 2015 ; 3 outils sur 4 pour la campagne de septembre 2015).

Le tableau ci-après présente les comparaisons possibles en fonction des composés, des ouvrages et des campagnes en considérant le critère précédemment cité.

Tableau 13 : Comparaisons possibles entre les outils pour un prélèvement mononiveau  
(selon les composés ciblés par campagne et piézomètre)

Campagne								Piézomètres			
	PzA	PzB	PzC	PzD	PzE	PzF	PzG	PzH	PzI	PzJ	PzK
Sept.-14										Napht	
Fév.-15		Naph/ Phe						Napht B/E/mpX/oX >C10-C12 >C6-C8 / >C8- C10		Napht/Acé/Phe B/E/mpX/oX >C10-C12 / >C12- C16 >C6-C8 / >C8-C10	
Juin-15								Napht	Napht/Phe >C10-C12 / >C12-C16	>C12-C16	Napht/Acé/Phe B/mpX/ >C10-C12 / >C12- C16 >C6-C8 / >C8-C10
Sept.-15								Napht	Ph >C10-C12 / >C12-C16		Napht/Phe B >C10-C12 / >C12- C16 >C6-C8 / >C8-C10

Acé : acénaphène ; Napht : naphthalène ; Ph : phénanthrène ; B : benzène ; E : éthylbenzène ; mpX : m,p-xylène ; oX : o-xylène.

Exemples de lecture de ce tableau :

- Pour le PzI, en juin, il a été possible de comparer plusieurs outils de prélèvements ( $\geq 7$  outils) au regard des concentrations observées en naphthalène, phénanthrène, en fractions d'hydrocarbures >C10-C12 et >C12-C16 ;
- Les outils de prélèvements sur la mesure du benzène ont pu être comparés 4 fois (PzH et PzJ en février 2015 ; PzK en juin et septembre 2015).

En rappel, le système packers avec pompe à vessie a été utilisé uniquement dans les ouvrages PzB et PzC (diamètre adapté). Les membranes LDPE ont été uniquement utilisées pour quantifier la famille des HAP lors des campagnes de septembre 2014 et de février 2015. Les membranes de dialyse ont quant à elles été mises en place uniquement lors de la campagne de juin 2015.

La comparaison des outils « approche par ouvrages et par composés » est présentée dans la suite du document par famille de composés afin d'extraire éventuellement des tendances en tenant compte des propriétés physico-chimiques associées.

### 9.1.1.1 BTEX- REPRESENTATION GRAPHIQUE

#### Benzène

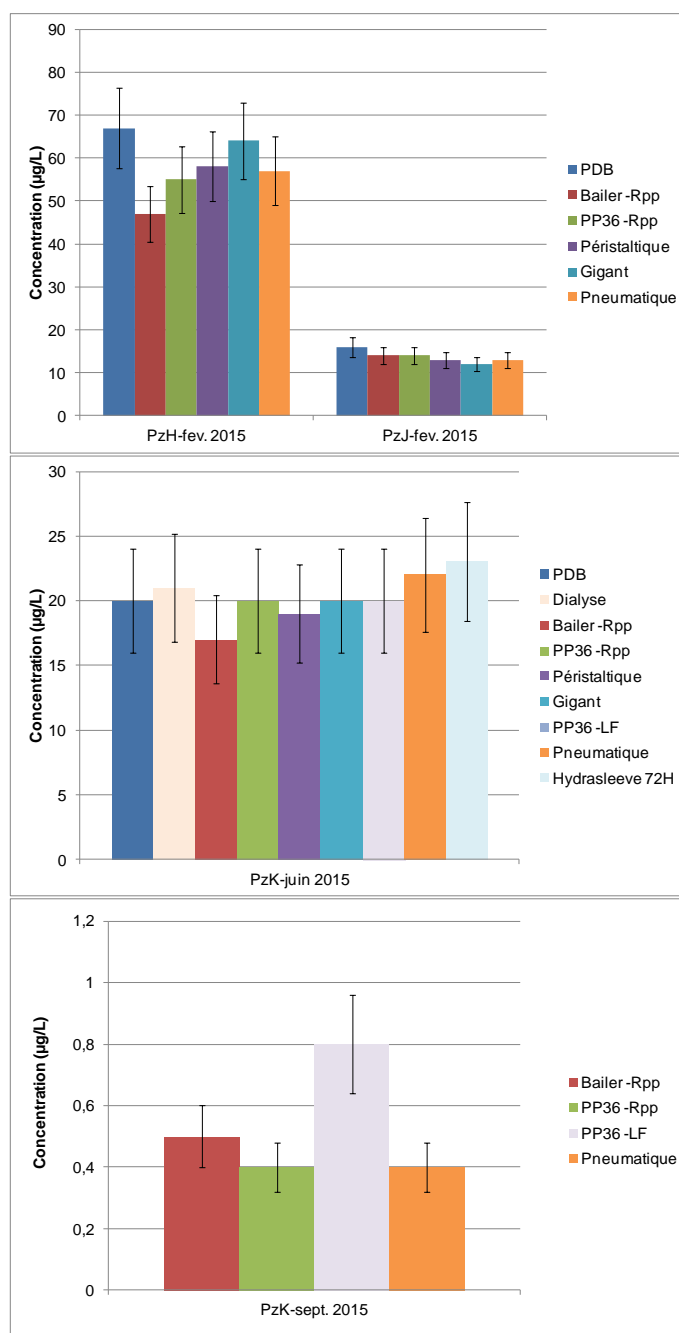


Figure 34 : Concentration en benzène selon plusieurs outils de prélèvement - Mononiveau

Comme indiqué précédemment, il s'agit ici des résultats concernant l'échantillonnage du niveau 1 (de l'ordre de 2 m sous le niveau piézométrique) et montrant une concentration supérieure à la LQ du laboratoire.

Les concentrations varient entre les campagnes et les ouvrages. En effet, ces illustrations indiquent une diminution des concentrations en benzène entre la

campagne réalisée en février 2015 et celle de septembre 2015. Les concentrations sont comprises entre 68 µg/L (PzH- fév. 2015) et 0,4 µg/L (PzK- sept. 2015). Les concentrations mesurées par les différents outils sont similaires en considérant les incertitudes du laboratoire (cf. barre d'erreur).

La campagne de juin permet une comparaison de tous les outils testés à part les membranes LDPE, avec respectivement : Bailer-Rpp, PDB, pompe PP36-Rpp, membranes de dialyse, pompe péristaltique, pompe Gigant, pompe PP36 en Low Flow (LF), échantillonneur pneumatique et enfin Hydrasleeve<sup>TM</sup>-72H. Cependant, en considérant les conclusions pour la validation de la démarche (section 7.1), les résultats acquis via PDB et Hydrasleeve<sup>TM</sup>-72H ne peuvent être comparés (évolution significative de la concentration entre le jour 1 et le jour 8) (cf. section 7.1)

Les résultats sont proches, et d'autant plus en considérant les incertitudes données par le laboratoire ; toutefois, les valeurs obtenues via le Bailer sont généralement les plus faibles, notamment en juin 2015 sur PzK. A l'inverse, en se basant sur la campagne de septembre 2015, il apparaît que la pompe PP36-LF donne les concentrations les plus élevées sur ce même ouvrage. Seulement 4 outils ont pu être comparés lors de cette dernière campagne. Bien qu'un écart soit visible avec les 3 autres outils testés, les concentrations mesurées sont assez proches de la LQ (pour le benzène, 0,2 µg/L).

Les résultats sur les ouvrages PzH et PzJ en février 2015 indiquent que le recours au PDB conduit aux teneurs les plus élevées.



## m,p-Xylène et o-Xylène

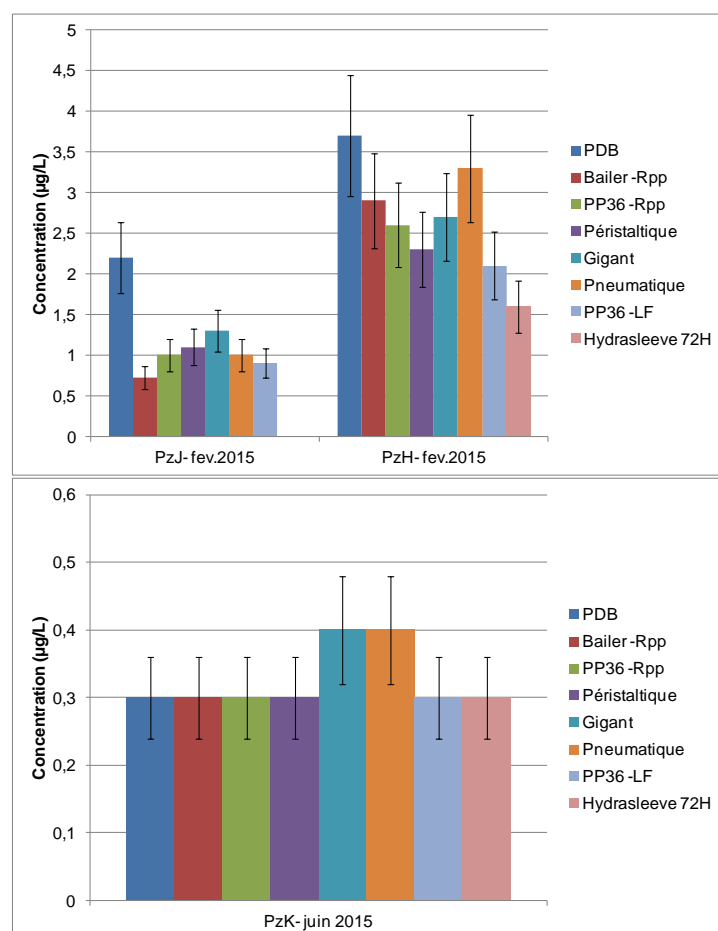


Figure 35 : Concentration en m,p-Xylène selon plusieurs outils de prélèvement - *Mononiveau*

Comme pour le benzène, les concentrations en m,p-xylène diminuent au cours de l'année. Les concentrations sont faibles et varient cette fois de 0,3 µg/L à 3,7 µg/L. Les résultats obtenus en juin au droit du PzK sont quant à elles proches de la LQ (0,2 µg/L).

A première vue, considérant les faibles teneurs quantifiées, les valeurs obtenues en février 2015 par les différents outils semblent plus hétérogènes que pour le benzène. Ce constat est toutefois à moduler au regard des incertitudes, en effet, les outils (hors PDB et Hydrasleeve<sup>TM</sup>-72H) présentent des valeurs similaires au droit du PzH et dans une moindre mesure au droit du PzJ pour la campagne de février 2015. Les concentrations mesurées en juin 2015 au droit du PzK par les différents outils varient très peu, de 0,3 à 0,4 µg/L.

A noter que le maximum, sur les deux ouvrages traités en février 2015, est obtenu par le PDB et le minimum pour le Hydrasleeve<sup>TM</sup>-72H, mais ces outils ne sont pas comparables entre eux selon le domaine de validité pour la comparaison mononiveau décrit précédemment (cf. section 7.1). Non représentée ici, la concentration en m,p-xylène est inférieure à la LQ pour l'Hydrasleeve<sup>TM</sup>-72H au droit du PzJ en février 2015.

Les tendances décrites ci-avant sont également observées pour le o-Xylène. En effet, les concentrations maximales ont été mesurées suite à un prélèvement par le PDB et les concentrations minimales ont été obtenues par l'Hydrasleeve-72H (non comparables selon le domaine de validité pour la comparaison mononiveau décrit précédemment, cf. section 7.1). Hormis ces deux outils, les valeurs présentées sont similaires en tenant compte des incertitudes.

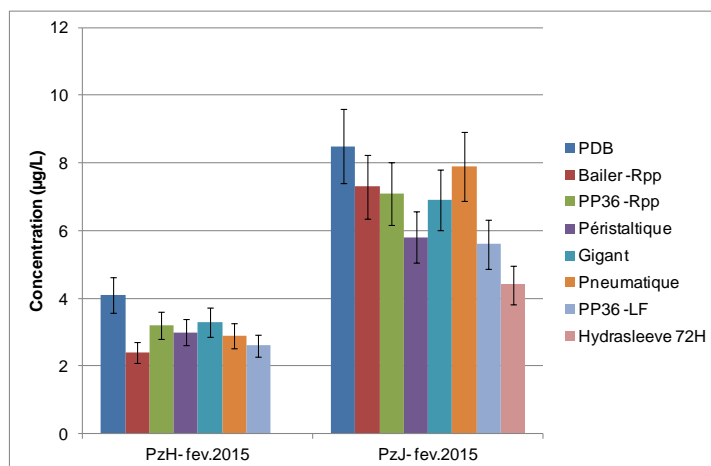


Figure 36 : Concentration en o-Xylène selon plusieurs outils de prélèvement - *Mononiveau*

## 9.1.1.2 HYDROCARBURES VOLATILS – REPRESENTATION GRAPHIQUE

### Hydrocarbures >C6-C8

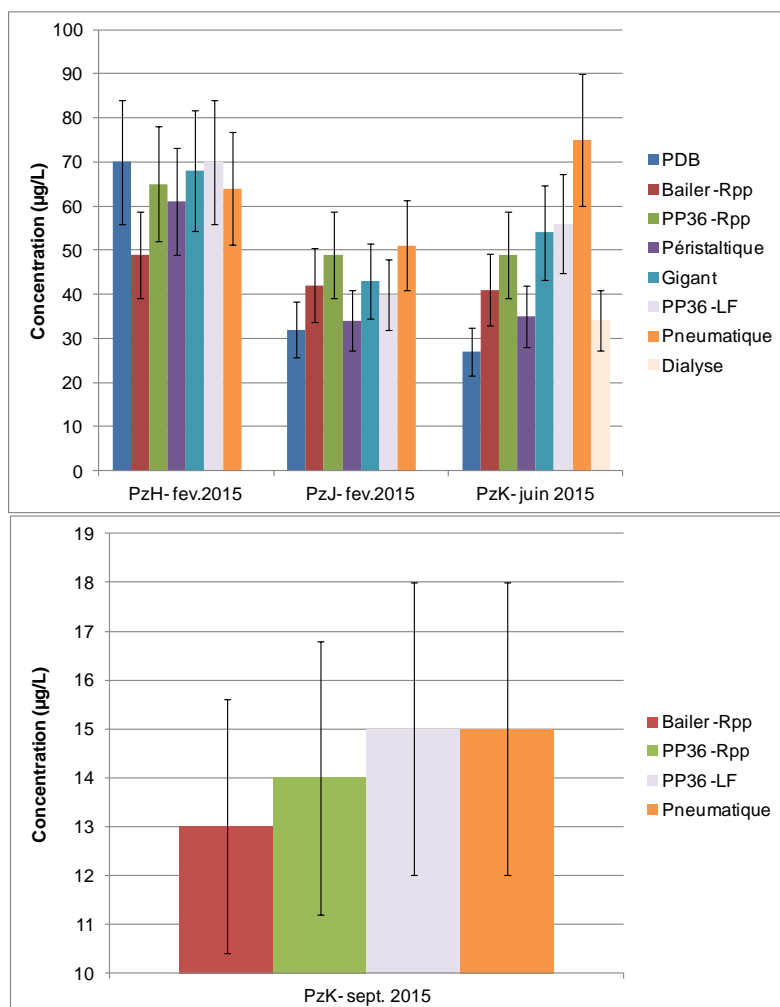


Figure 37 : Concentration en >C6-C8 selon plusieurs outils de prélèvement - Mononiveau

Les concentrations présentées dans la Figure 37 varient de 13 à 75 µg/L. Les valeurs obtenues par les différents outils (PDB, Bailer-Rpp, pompe PP36-Rpp, pompe péristaltique, Gigant, pneumatique et PP36-LF), en considérant les incertitudes du laboratoire, sont comparables pour les campagnes de février et de septembre 2015. Des écarts plus significatifs sont observés entre les concentrations obtenues par le PDB et l'échantillonneur pneumatique pour la campagne de juin 2015, au droit du PzK. La pompe péristaltique présente les deuxièmes plus faibles valeurs sur les campagnes de février et de juin 2015.

## Hydrocarbures >C8-C10

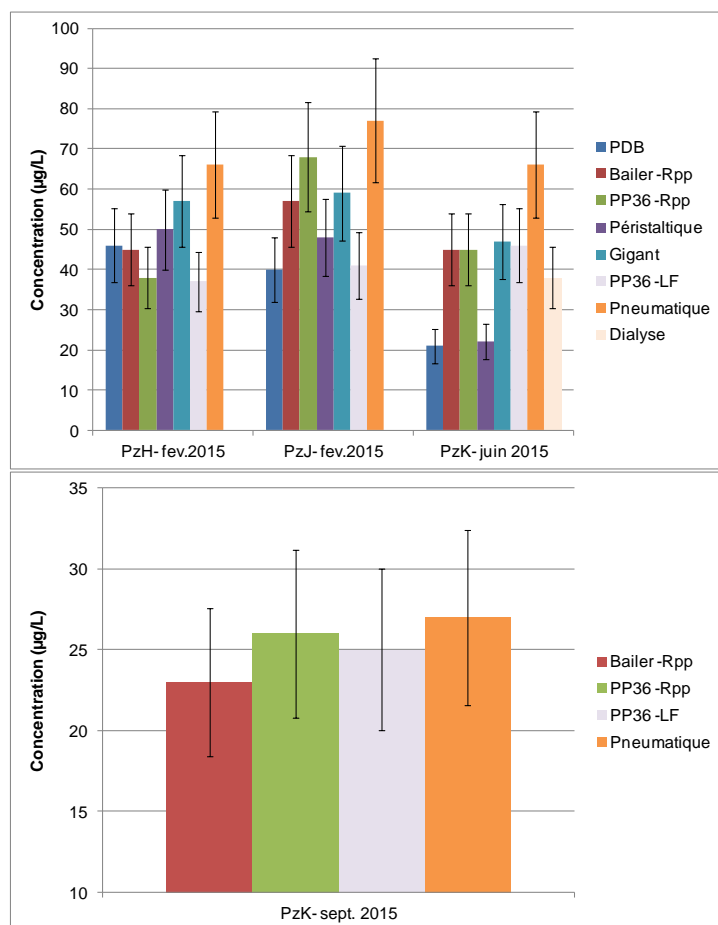


Figure 38 : Concentration en >C8-C10 selon plusieurs outils de prélèvement - Mononiveau

Les valeurs présentées dans la Figure 38 fluctuent entre 20 et 78 µg/L. Les plus faibles ont été généralement obtenues par le PDB et les plus élevées par l'échantillonneur pneumatique ou préleveur commandé. Bien que les valeurs soient hétérogènes et en particulier sur PzK en juin 2015, en considérant les incertitudes du laboratoire, les différents outils conduisent de nouveau à des résultats assez proches

### 9.1.1.3 HAP – REPRESENTATION GRAPHIQUE

Parmi les 16 composés recherchés, seuls les résultats pour le naphtalène et le phénanthrène sont présentés (cf. critère  $\geq 70\%$ ).

#### Naphtalène

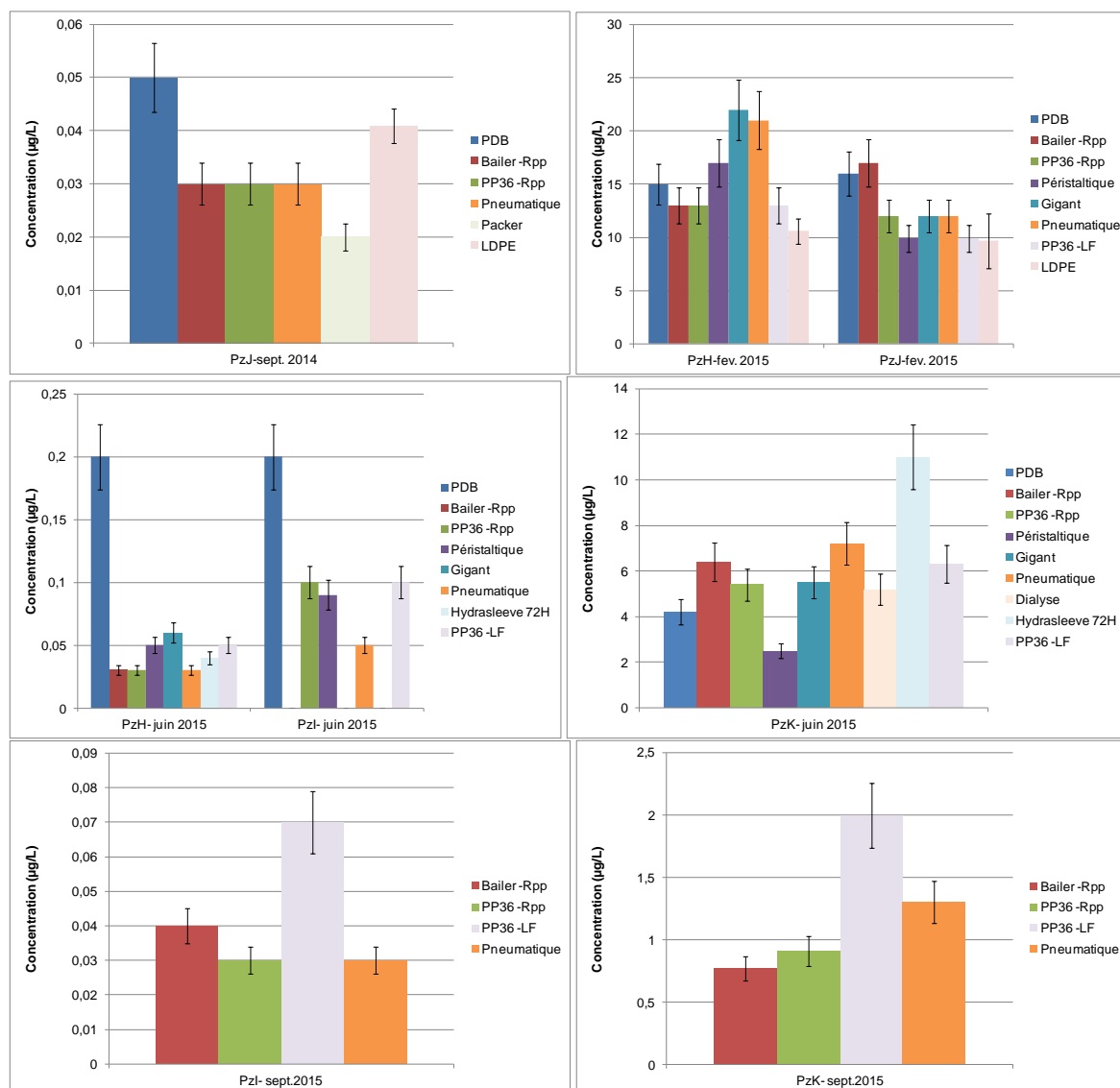


Figure 39 : Concentration en naphtalène selon plusieurs outils de prélèvement - Mononiveau

Les concentrations en naphtalène au droit du PzJ en septembre 2014 sont proches ou égales à la LQ (0,02 µg/L). Le PDB et la membrane de LDPE présentent les concentrations les plus élevées. Le système packer avec la pompe à vessie présente la plus faible concentration.

Lors de la campagne de février 2015, les concentrations sont plus élevées, des différences de tendances existent au droit des ouvrages présentés. En effet, la pompe pneumatique et la pompe Gigant présentent les teneurs les plus élevées au

droit du PzH alors que les concentrations les plus élevées au droit du PzJ ont été mises en évidence par le PDB et le Bailer. Les membranes LDPE lors de cette campagne présentent les plus faibles concentrations. La pompe PP36 en fonctionnement classique ou en Low Flow présente quant à elle les mêmes résultats.

En juin 2015, les concentrations sont près de 100 fois inférieures à celles de la campagne de février 2015. Hormis les concentrations retrouvées par le PDB, les concentrations obtenues par les différents outils sont similaires au droit du PzH. Au droit du PzI, le Bailer, la pompe Gigant et les Hydrasleeve™ présentent des concentrations inférieures à la LQ. La pompe péristaltique présente des résultats similaires à la pompe PP36 en fonctionnement classique et avec le système Low Flow. La pompe pneumatique présente les concentrations les plus faibles. Au droit du PzK, les observations faites par les différents outils sont comparables au regard de l'incertitude, exception faite pour les Hydrasleeve™ (valeur la plus haute) et la pompe péristaltique (valeur la plus basse).

En septembre 2015, les concentrations sont encore plus faibles qu'en juin 2015. La pompe PP36-Rpp, le Bailer et la pompe pneumatique présentent des concentrations comparables au droit des ouvrages PzI et PzK. La pompe PP36-LF conduit dans les deux cas aux concentrations les plus élevées.

## Phénanthrène

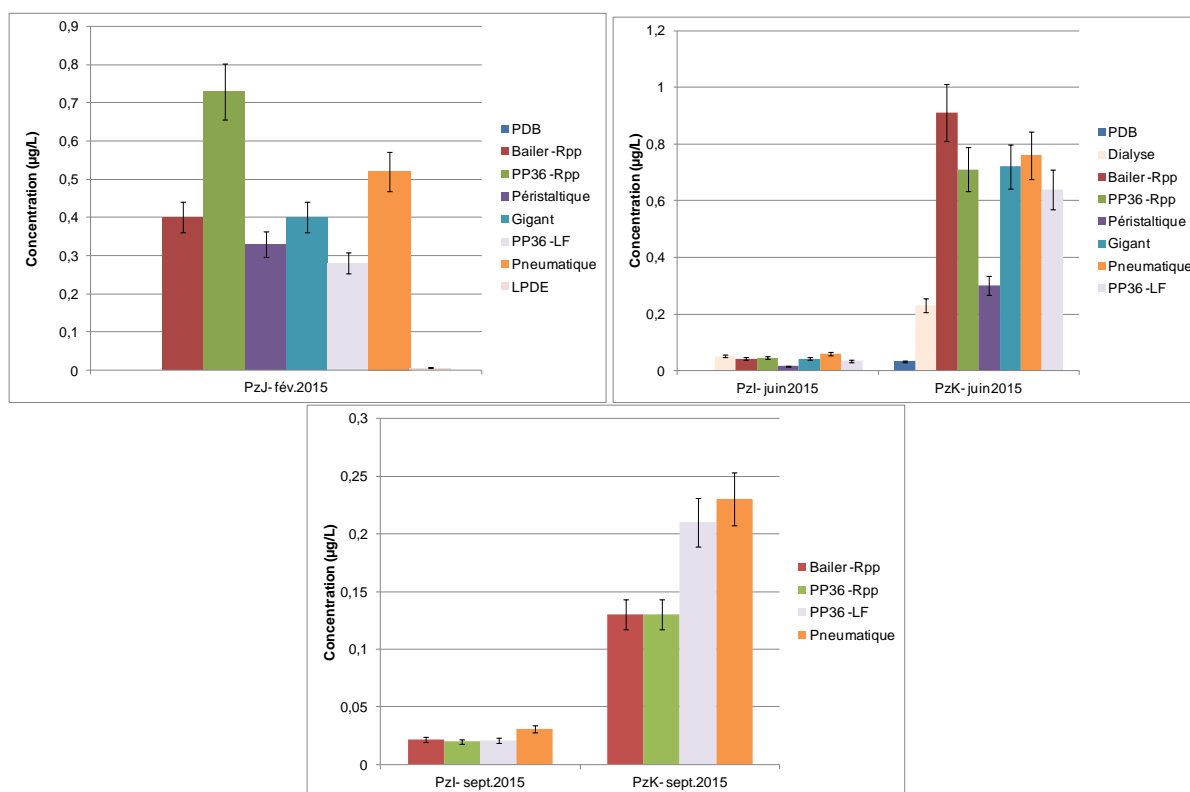


Figure 40 : Concentration en phénanthrène selon plusieurs outils de prélèvement – Mononiveau

Ces résultats montrent que les concentrations en phénanthrène sont très faibles.

Pour les membranes LDPE et les PDB, les concentrations en phénanthrène sont proches (PzK-juin 2015) ou inférieures à la LQ (0,01 µg/L) (PZJ en fév. et Pzl en juin 2015). Les concentrations mises en évidence par les membranes de dialyses sont dans un cas comparables aux autres outils (Pzl-juin 2015) et sont très nettement inférieures dans un autre cas (PzK-juin 2015). En février 2015, les concentrations obtenues par le Bailer, la pompe péristaltique, la pompe Gigant et la pompe PP36-LF sont similaires. En juin 2015, les concentrations sont également comparables exception faite entre la pompe péristaltique et le PDB au droit du Pzl ainsi que pour la pompe péristaltique, le PDB et la membrane de dialyse au droit du PzK. En septembre 2015, les concentrations sont plus faibles par comparaison avec celle de juin 2015. Les 4 outils de prélèvement testés au droit du Pzl, présentent des concentrations similaires, avec des valeurs proches de la LQ. A cette même période, des écarts plus importants sont toutefois à signaler au droit du PzK selon les outils employés. Le même constat peut être fait en septembre 2015.

#### 9.1.1.4 HYDROCARBURES >C10-C40 – REPRESENTATION GRAPHIQUE

Parmi les 9 fractions mesurées dans les Hydrocarbures, les outils ont pu être comparés seulement pour les fractions >C10-C12 et >C12-C16 (cf. critère  $\geq 7$  outils sur 10).

#### Fraction >C10-C12

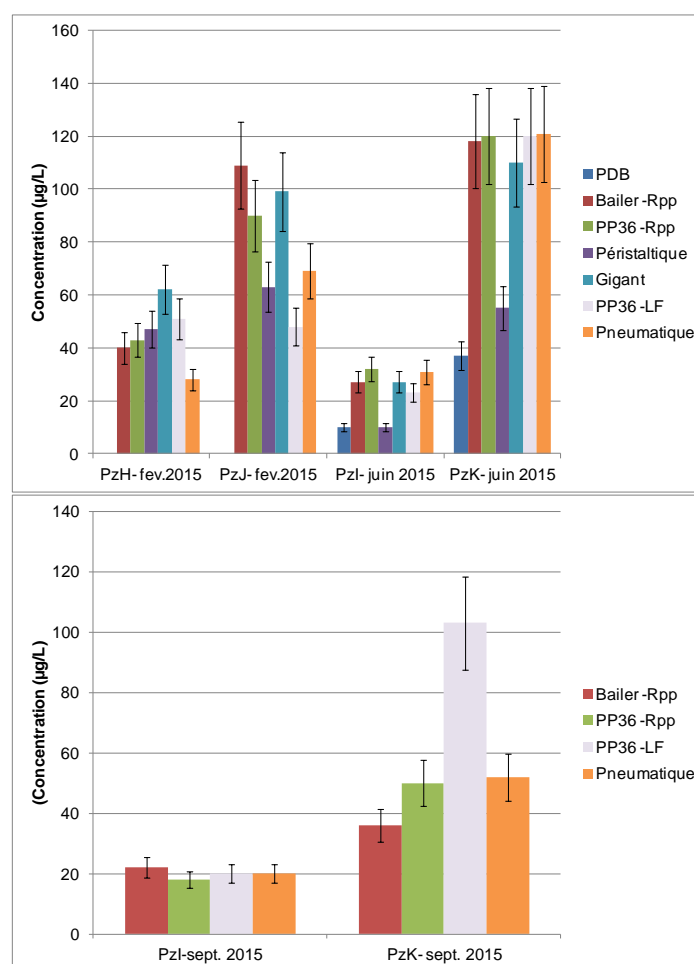


Figure 41 : Concentration en >C10-C12 selon plusieurs outils de prélèvements - Mononiveau

Les concentrations présentées dans la Figure 41 varient de la LQ, <10 µg/L, à plus de 12 µg/L. Les concentrations mesurées par le PDB au droit du PzH et PzJ en février 2015 sont inférieures à la LQ. Cet outil présente en juin les plus faibles concentrations par comparaison avec les 6 autres outils. Dans 3 cas sur 4, le Bailer-Rpp, la pompe PP36-Rpp, la pompe Gigant, la pompe PP36-LF et l'échantillonneur pneumatique présentent des valeurs comparables (en intégrant le domaine d'incertitude). Egalement dans 3 cas sur 4, les concentrations observées par la pompe péristaltique sont les deuxièmes plus faibles. Selon la campagne de septembre, les 4 outils testés sont comparables au droit du PzI. Pour cette même campagne, l'outil PP36-LF présente des concentrations 2 fois plus élevées que les 3 autres outils (Bailer-Rpp, pompe PP36-Rpp et échantillonneur pneumatique).



## Fraction >C12-C16

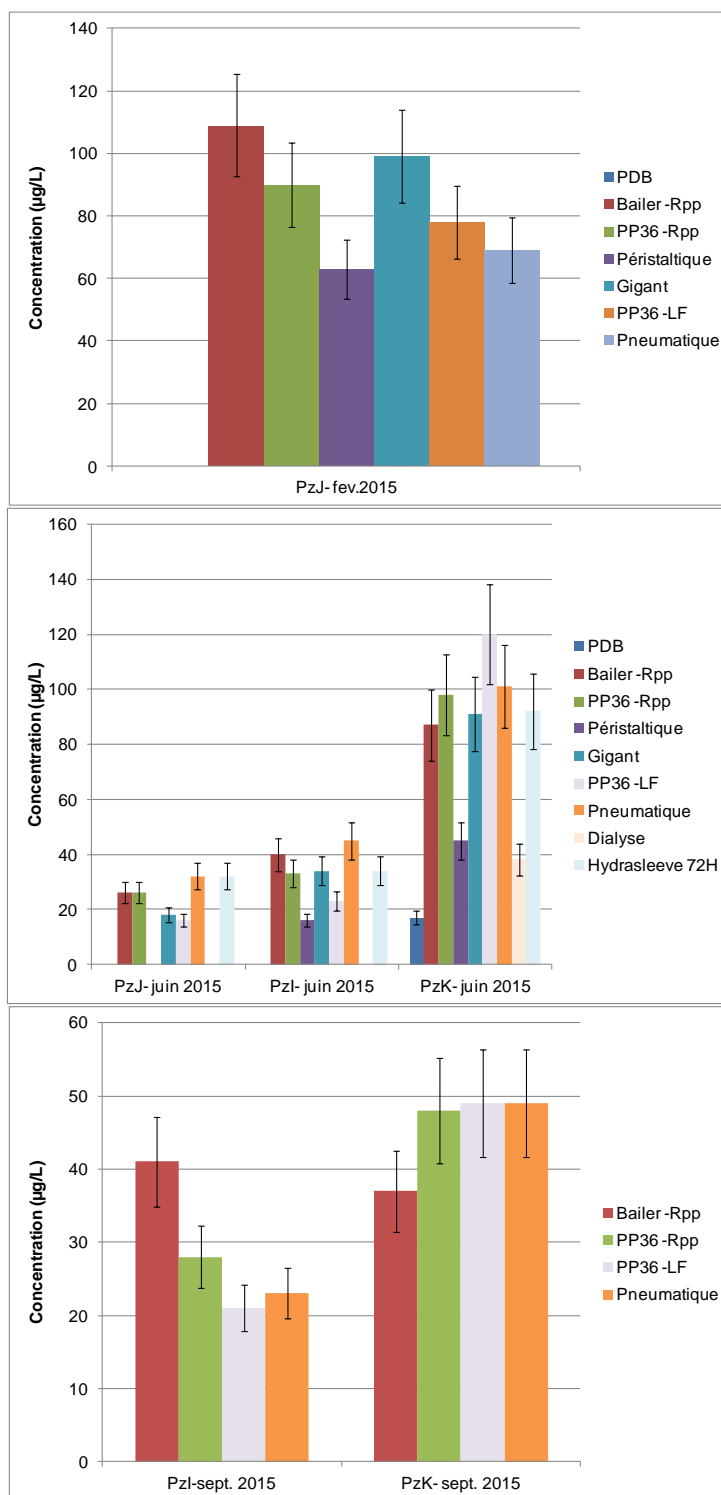


Figure 42 : Concentration en >C12-C16 selon plusieurs outils de prélèvement - Mononiveau

Les concentrations varient de la LQ, <10 µg/L, à 120 µg/L. Les concentrations mesurées par le PDB au droit du PzJ en février 2015 et au droit des ouvrages PzH et PzI en juin 2015 sont inférieures à la LQ. Comme pour l'indice >C10-C12, les concentrations observées via le PDB, mais également par la membrane de dialyse sont très nettement en dessous des valeurs observées avec les 7 autres outils (campagne de juin 2015). De façon générale, selon ces résultats, hormis la pompe péristaltique, ainsi que PDB et membrane de dialyse en PzK pour juin 2015, les autres outils testés, le Bailer-Rpp, la pompe PP36-Rpp, la pompe Gigant, la pompe PP36-LF et l'échantillonneur pneumatique donnent des résultats comparables en considérant l'incertitude du laboratoire.

Afin de compléter cette approche dans le but d'évaluer des tendances, une exploitation statistique des résultats a été réalisée lorsque suffisamment de données étaient disponibles.

### 9.1.2 EXPLOITATION STATISTIQUE

Pour aller plus loin et tenter de confirmer ou mettre en évidence des tendances, les outils ont été comparés 2 à 2 à partir de méthodes statistiques. Au vu des données disponibles, la pompe vessie comprise entre deux obturateurs (packers) n'a pu être comparée avec les divers outils mononiveau. Il en est de même pour les outils Hydrasleeve™ et les membranes LDPE. Au final, la comparaison statistique a pu être effectuée en considérant :

- Le Bailer 24h après la purge (Bailer-Rpp) ;
- La pompe PP36 après la purge (PP36-Rpp) ;
- La pompe Gigant (Gigant) ;
- La pompe péristaltique (PER) ;
- La pompe PP36 en Low Flow (PP36-LF) ;
- L'échantillonneur pneumatique ou préleveur commandé (Pneumatique).

Chaque outil a été comparé avec les autres en retenant dans un premier temps l'ensemble du jeu de données (BTEX, hydrocarbures volatils, HAP, hydrocarbures >C10-C40). Puis dans un second temps, afin d'affiner la comparaison, la même démarche a été réalisée pour chaque famille de contaminants.

Dans la suite du document, que ce soit pour l'ensemble des composés ou par famille de composés, un premier tableau présente le nombre de valeurs communes entre 2 outils. Le nombre de valeurs communes correspond au nombre de valeurs disponibles, c'est-à-dire avec une concentration supérieure à la LQ. La Figure 43 présente un exemple.

Date de la campagne	Ouvrage	Composés	Echantillonneur Pneumatique	Pompe PP36-LF
01/02/2015	PzH	Benzène	0,4	24
01/02/2015	PzH	Toluène	1,8	<LQ
01/02/2015	PzH	Ethylbenzène	<LQ	0,1
01/02/2015	PzH	m,p-Xylène	0,3	<LQ
01/02/2015	PzH	Toluène	<LQ	1
01/02/2015	PzI	Ethylbenzène	0,3	0,5
01/02/2015	PzI	m,p-Xylène	0,8	2,1
01/09/2014	PzI	Toluène	2	3
01/09/2014	PzI	Ethylbenzène	2	1
01/09/2014	PzI	m,p-Xylène	3	<LQ
01/09/2014	PzI	Benzène	0,1	0,3
01/09/2014	PzB	Benzène	0,5	<LQ
...				

Valeurs communes

Figure 43 : Exemple de valeurs communes (>LQ) utilisées pour la comparaison statistique de deux outils (2 à 2)

Cet exemple présente une comparaison fictive entre les concentrations mesurées pour les BTEX entre l'échantillonneur pneumatique et la pompe PP36-LF. Les données sont regroupées selon l'ouvrage, la date de la campagne de prélèvement, les composés et les concentrations mesurées. Sur cet exemple, sur les 12 lignes,

seulement 6 valeurs communes ont été identifiées (valeurs supérieures à la LQ pour les deux outils). Ainsi, selon cet exemple, la comparaison des deux outils pourra être faite pour les BTEX au regard de ses 6 valeurs communes.

Les résultats des tests statistiques sont présentés sous la forme de trois tableaux :

- Un tableau qui présente les coefficients de corrélation obtenus entre chaque outil (comparaison 2 à 2) ;
- Deux tableaux qui présentent les coefficients du modèle (Régression de Deming) ; la « constante » et le « la pente ».

Selon cette méthode de comparaison des méthodes, si la valeur de la constante est comprise dans l'intervalle de confiance comprenant le 0 (déterminé selon la méthode du Jackknife dans XLStat), on ne peut pas rejeter l'hypothèse de différence systématique nulle. De même, si la pente est comprise dans l'intervalle de confiance incluant la valeur de 1, on ne peut pas rejeter l'hypothèse de différence proportionnelle. Dans un cas parfait, la constante est égale à 0 et la pente à 1.

Les intervalles de confiance, pour les deux coefficients du modèle, ne sont pas présentés dans la suite du rapport. Seule la réponse positive ou négative au test est mentionnée dans les tableaux ci-après. Une réponse positive (oui) pour « la constante du modèle » ou pour « la pente du modèle » signifie qu'il existe une différence significative entre les deux outils selon le paramètre en question (constante et/ou pente du modèle). Inversement, une réponse négative (non) indique que les outils sont comparables selon le paramètre en question (constante et/ou pente du modèle).

La confrontation des trois informations ; coefficients de corrélation, réponse aux tests de différence systématique nulle et de proportionnalité permet d'affirmer ou d'infirmer une différence ou une similitude entre les différentes méthodes de prélèvement.

Afin d'apprécier la valeur du coefficient de corrélation, nous avons comparé les valeurs obtenues à l'échelle présentée ci-après. Nous considérons que des coefficients de corrélation supérieurs à 0,87 mettent en exergue une forte corrélation entre les outils de prélèvement.

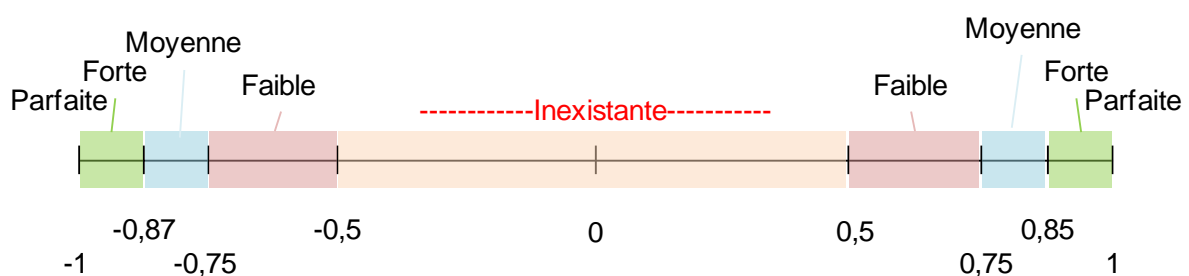


Figure 44 : Echelle d'appréciation de la valeur du coefficient de corrélation. Si  $r = -1$  : corrélation négative et parfaite ; si  $r = 1$  : corrélation positive et parfaite ; si  $r = 0$  : corrélation nulle

Les droites de régression entre les différents outils sont présentées en Annexe 6.

### 9.1.2.1 COMPARAISON 2 A 2 POUR L'ENSEMBLE DES COMPOSES

Le tableau ci-après (tableau symétrique) présente le nombre de couples de valeurs communes (valeurs supérieures aux LQ) pour l'ensemble des outils comparés et pour l'ensemble des campagnes de prélèvement en considérant les 4 familles de composés analysés.

*Tableau 14 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvement, des ouvrages et des familles de contaminants*

	Bailer Rpp	PP36 Rpp	Gigant	PER	PDB	PP36-LF	Pneumatique
Bailer Rpp		33	42	37	33	49	35
PP36 Rpp	33		41	39	29	51	61
Gigant	42	41		39	30	39	41
PER	37	39	39		27	41	40
PDB	33	29	30	27		36	52
PP36-LF	49	51	39	41	36		65
Pneumatique	35	61	41	40	52	65	

Par exemple, pour la comparaison entre le Bailer-Rpp et la pompe PP36-Rpp, 33 valeurs (concentrations) ont été utilisées. Il y a donc entre ces deux outils, 33 concentrations (>LQ) en commun sur l'ensemble des prélèvements réalisés (campagnes de prélèvement et ouvrages). Il est généralement considéré dans le domaine des statistiques qu'il est nécessaire d'acquérir au moins 30 données afin de donner une certaine crédibilité à l'étude. On parle de « grand échantillon ».

Au final, les observations « miroirs » (2 à 2) varient de 27 (cas PDB vs PER) à 65 (Pneumatique vs PP36-LF).

Le Tableau 15 présente les coefficients de corrélation entre les méthodes comparées. Le Tableau 16 et le Tableau 17 présentent les réponses aux tests statistiques, respectivement pour le paramètre « constante » et le paramètre « pente » du modèle.

#### Coefficients de corrélation

*Tableau 15 : Coefficients de corrélation entre les différentes méthodes de prélèvement – Jeu de données (toutes les familles de contaminants)*

	Bailer Rpp	PP36 Rpp	Gigant	PER	PDB	PP36-LF	Pneumatique
Bailer Rpp		0,98	0,97	0,8	0,57	0,72	0,88
PP36 Rpp	0,98		0,98	0,8	0,66	0,8	0,94
Gigant	0,97	0,98		0,85	0,62	0,75	0,91
PER	0,8	0,8	0,85		0,75	0,82	0,87
PDB	0,57	0,66	0,62	0,75		0,64	0,58
PP36-LF	0,72	0,8	0,75	0,82	0,64		0,87
Pneumatique	0,88	0,94	0,91	0,87	0,58	0,87	

Les coefficients de corrélations varient de 0,57 (PDB vs PP36-Rpp) à 0,98 (Bailer-Rpp vs PP36-Rpp). Plusieurs outils de prélèvements présentent de fortes corrélations :

- L'échantillonneur pneumatique avec l'ensemble des outils testés exception faite avec les PDB ;
- La pompe Gigant à la fois avec le Bailer-Rpp et la pompe PP36-Rpp ;
- Le Bailer-Rpp et la pompe PP36-Rpp.

Des corrélations considérées comme « moyenne » existent entre :

- La pompe péristaltique et l'ensemble des outils testés excepté avec l'échantillonneur pneumatique (corrélation forte) ;
- La pompe PP36-LF avec la pompe PP36-Rpp, la pompe Gigant.

Des corrélations « faibles » sont à signaler entre les autres outils.

### Coefficients du modèle

Les tableaux ci-après présentent les « constantes » et les « coefficients de pente » du modèle.

Tableau 16 : Réponses au test « Constante du modèle » – Jeu de données (toutes les familles de contaminants)

	Bailer Rpp	PP36 Rpp	Gigant	PER	PDB	PP36-LF	Pneumatique
Bailer Rpp		Non	Non	Non	Non	Non	Non
PP36 Rpp	Non		Non	Non	Non	Non	Non
Gigant	Non	Non		Non	Non	Non	Non
PER	Non	Non	Non		Non	Non	Non
PDB	Non	Non	Non	Non		Non	Non
PP36-LF	Non	Non	Non	Non	Non		Non
Pneumatique	Non	Non	Non	Non	Non	Non	

Tableau 17 : Réponses au test « Pente du modèle » - Jeu de données (toutes les familles de contaminants)

	Bailer Rpp	PP36 Rpp	Gigant	PER	PDB	PP36-LF	Pneumatique
Bailer Rpp		Non	Non	Non	Non	Non	Non
PP36 Rpp	Non		Non	Non	Non	Non	Non
Gigant	Non	Non		Non	Non	Non	Non
PER	Non	Non	Non		Non	Non	Non
PDB	Non	Non	Non	Non		Oui	Oui
PP36-LF	Non	Non	Non	Non	Oui		Non
Pneumatique	Non	Non	Non	Non	Oui	Non	

Selon la régression de Deming, l'ensemble des outils présente des constantes et des coefficients de la pente compris dans les intervalles de confiance respectifs, exception faite pour les coefficients de la pente entre l'outil PDB et la pompe PP36-LF, mais également entre l'outil PDB et l'échantillonneur pneumatique.

Il n'y aurait donc ni différence systématique ni différence proportionnelle entre les différentes méthodes, exception faite entre l'outil PDB et la pompe PP36-LF et l'échantillonneur pneumatique. Pour ces derniers, il n'existerait pas de différence systématique, mais bien une différence de proportionnalité.

Ces résultats en compléments des valeurs de coefficients de corrélation mettent en évidence une relation non linéaire entre les résultats acquis à partir des outils suivants :

- PDB vs PP36-LF ;
- PDB vs Échantillonneur pneumatique.

Cette première comparaison fait intervenir l'ensemble des composés quantifiés pour les 4 familles de contaminants étudiés. Cette approche ne tient donc pas compte de la spécificité des contaminants ciblés, et notamment du comportement lié en partie à leurs propriétés physico-chimiques intrinsèques.

Les concentrations mesurées varient très largement en fonction des familles étudiées, avec des moyennes de concentration de 1,55 µg/L, 8,57 µg/L, 42,0 µg/L et 58,3 µg/L, respectivement pour les HAP, les BTEX, les hydrocarbures totaux (>C10-C40) et les hydrocarbures volatils (<C6-C10).

Afin de caractériser plus finement les différences ou les similitudes entre les méthodes de prélèvements, les tests statistiques ont été conduits pour chaque famille de contaminants.

#### 9.1.2.2 COMPARAISON 2 A 2 PAR FAMILLE DE CONTAMINANTS

##### 9.1.2.2.1 CAS DES BTEX

Le tableau ci-après présente le nombre de couples de valeurs (>LQ) entre chaque outil de prélèvement.

*Tableau 18 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvement, des ouvrages pour les BTEX*

	Bailer Rpp	PP36 Rpp	Gigant	PER	PDB	PP36-LF	Pneumatique
Bailer Rpp		14	10	13	13	14	14
PP36 Rpp	14		10	13	13	15	15
Gigant	10	10		14	10	10	10
PER	13	13	14		13	13	13
PDB	13	13	10	13		13	13
PP36-LF	14	15	10	13	13		14
Pneumatique	14	15	10	13	13	14	

Au final, les observations (nombre de valeurs miroirs) entre chaque outil varient de 10 à 15. Le nombre de valeurs étant inférieur à 30, les résultats des tests statistiques qui suivent sont à interpréter avec prudence.

### Coefficients de corrélation

Le Tableau 19 présente les coefficients de corrélations obtenues entre les différentes méthodes de prélèvement.

*Tableau 19 : Coefficients de corrélation entre les différentes méthodes de prélèvement – Jeu de données BTEX*

	Bailer Rpp	PP36 Rpp	Gigant	PER	PDB	PP36-LF	Pneumatique
Bailer Rpp		0,993	0,994	0,994	0,996	0,992	0,997
PP36 Rpp	0,993		0,993	0,994	0,996	0,995	0,992
Gigant	0,994	0,993		0,997	0,999	0,999	0,998
PER	0,994	0,994	0,997		0,997	0,999	0,997
PDB	0,996	0,996	0,999	0,997		0,997	0,997
PP36-LF	0,992	0,995	0,999	0,999	0,997		0,999
Pneumatique	0,997	0,992	0,998	0,997	0,997	0,999	

Les corrélations entre les différents outils de prélèvement pour le cas des BTEX, sont toutes considérées comme « fortes ». En effet, les coefficients de corrélation sont tous supérieurs à 0,99.

### Coefficients du modèle

Les tableaux ci-après présentent les « constantes » et les « coefficients de pente » du modèle.

*Tableau 20 : Réponses au test « Constante du modèle » – Jeu de données BTEX*

	Bailer Rpp	PP36 Rpp	Gigant	PER	PDB	PP36-LF	Pneumatique
Bailer Rpp		Non	Non	Non	Non	Non	Non
PP36 Rpp	Non		Non	Non	Non	Non	Non
Gigant	Non	Non		Non	Non	Non	Non
PER	Non	Non	Non		Non	Non	Non
PDB	Non	Non	Non	Non		Non	Non
PP36-LF	Non	Non	Non	Non	Non		Non
Pneumatique	Non	Non	Non	Non	Non	Non	

*Tableau 21 : Réponses au test « Coefficient de la pente du modèle » – Jeu de données BTEX*

	Bailer Rpp	PP36 Rpp	Gigant	PER	PDB	PP36-LF	Pneumatique
Bailer Rpp		Non	Non	Non	Non	Non	Non
PP36 Rpp	Non		Non	Non	Non	Non	Non
Gigant	Non	Non		Non	Non	Non	Non
PER	Non	Non	Non		Non	Non	Non
PDB	Non	Non	Non	Non		Non	Non
PP36-LF	Non	Non	Non	Non	Non		Non
Pneumatique	Non	Non	Non	Non	Non	Non	



Selon la corrélation de Deming, les outils de prélèvement ne mettent en exergue ni différences systématiques ni différences proportionnelles. En considérant ces trois « indices » (coefficients de corrélation, constante et pente du modèle), il est possible de conclure que les résultats acquis à partir de différents outils donnent des résultats comparables. Toutefois, cette observation repose actuellement sur un faible jeu de donnée (<15) et pour des concentrations faibles (cf. section 8.2.1).

#### 9.1.2.2.2 CAS DES HYDROCARBURES VOLATILS

Le tableau ci-après présente le nombre de couples de valeurs communes (>LQ) entre chaque outil de prélèvement.

*Tableau 22 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvement, des ouvrages pour les Hydrocarbures Volatils*

	Bailer Rpp	PP36 Rpp	Gigant	PER	PDB	PP36-LF	Pneumatique
Bailer Rpp		6	6	6	6	6	6
PP36 Rpp	6		4	4	4	6	6
Gigant	6	4		6	6	6	6
PER	6	4	6		6	6	6
PDB	6	4	6	6		4	4
PP36-LF	6	6	6	6	4		6
Pneumatique	6	6	6	6	4	6	

Le nombre de couples de valeurs communes entre les outils de prélèvement est faible ; dans ce cadre, les tests statistiques n'ont pas été réalisés et il est très difficile de se prononcer sur des similitudes ou des différences entre les outils de prélèvement.

#### 9.1.2.2.3 CAS DES HAP

Le tableau ci-après présente le nombre de couples de valeurs (>LQ) entre chaque outil de prélèvement pour les HAP.

*Tableau 23 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvement, des ouvrages pour les HAP*

	Bailer Rpp	PP36 Rpp	Gigant	PER	PDB	PP36-LF	Pneumatique
Bailer Rpp		18	12	11	12	17	21
PP36 Rpp	18		13	15	10	20	27
Gigant	12	13		13	9	13	14
PER	11	15	13		9	15	15
PDB	12	10	9	9		18	34
PP36-LF	17	20	13	15	18		36
Pneumatique	21	27	14	15	34	36	

Le nombre d'observations communes entre les outils de prélèvement varie de 9 à 36. Seulement dans deux cas, l'outil PDB vs pompe PP36-LF et l'outil PDB et

échantillonneur pneumatique, les observations dépassent la valeur de 30 données communes.

### Coefficients de corrélation

Le Tableau 24 présente les coefficients de corrélations obtenues entre les différentes méthodes de prélèvement.

*Tableau 24 : Coefficients de corrélation entre les différentes méthodes de prélèvement – Jeu de données HAP*

	Bailer Rpp	PP36 Rpp	Gigant	PER	PDB	PP36-LF	Pneumatique
Bailer Rpp		0,93	0,89	0,87	0,98	0,94	0,54
PP36 Rpp	0,93		0,97	0,99	0,97	0,96	0,77
Gigant	0,89	0,97		0,98	0,93	0,95	0,87
PER	0,87	0,99	0,98		0,94	0,95	0,87
PDB	0,98	0,97	0,93	0,94		0,94	-0,07
PP36-LF	0,94	0,96	0,95	0,95	0,94		0,87
Pneumatique	0,54	0,77	0,87	0,87	-0,07	0,87	

Les coefficients de corrélations sont dans l'ensemble supérieurs à 0,85, ce qui sous-entend des fortes de corrélation. Des corrélations dites « moyenne », « faible » et « très faible » sont mises en évidence, respectivement entre les outils PP36-Rpp/échantillonneur pneumatique, Bailer-Rpp/échantillonneur pneumatique et PDB/échantillonneur pneumatique.

### Coefficients du modèle

Les tableaux ci-après présentent les « constantes » et les « coefficients de pente » du modèle.

*Tableau 25 : Réponses au test « Constante du modèle » – Jeu de données HAP*

	Bailer Rpp	PP36 Rpp	Gigant	PER	PDB	PP36-LF	Pneumatique
Bailer Rpp		Non	Non	Non	Non	Non	Non
PP36 Rpp	Non		Non	Non	Non	Non	Non
Gigant	Non	Non		Non	Non	Non	Non
PER	Non	Non	Non		Non	Non	Non
PDB	Non	Non	Non	Non		Oui	Non
PP36-LF	Non	Non	Non	Non	Oui		Oui
Pneumatique	Non	Non	Non	Non	Non	Oui	

Tableau 26 : Réponses au test « Coefficient de la pente du modèle » – Jeu de données HAP

	Bailer Rpp	PP36 Rpp	Gigant	PER	PDB	PP36-LF	Pneumatique
Bailer Rpp		Non	Non	Non	Non	Non	Non
PP36 Rpp	Non		Non	Non	Non	Non	Non
Gigant	Non	Non		Oui	Non	Non	Non
PER	Non	Non	Oui		Non	Non	Non
PDB	Non	Non	Non	Non		Non	Oui
PP36-LF	Non	Non	Non	Non	Non		Non
Pneumatique	Non	Non	Non	Non	Oui	Non	

Les « constantes » du modèle entre les outils sont positives pour la plupart des outils, exceptions faites entre la pompe PP36-LF/PDB et l'échantillonneur pneumatique et la pompe PP36-LF. Il existerait entre ces outils des différences systématiques, mais pas de différences proportionnelles. Inversement, il existerait des différences proportionnelles entre la pompe PER et la pompe Gigant et l'échantillonneur pneumatique et les PDB, mais pas de différences systématiques. Au regard du nombre de données communes ici supérieur à 30 et en considérant les 3 indices, il existerait donc des différences significatives entre les PDB, l'échantillonneur pneumatique et la pompe PP36-LF.

Il est cependant important de rappeler que la famille des HAP est essentiellement représentée (67% des données) par trois composés : naphtalène, phénanthrène et fluorène.

#### 9.1.2.2.4 CAS DES HYDROCARBURES TOTAUX

Le tableau ci-après présente le nombre de couples de valeurs (>LQ) entre chaque outil.

Tableau 27 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvement, des ouvrages pour les Hydrocarbures Totaux

	Bailer Rpp	PP36 Rpp	Gigant	PER	PDB	PP36-LF	Pneumatique
Bailer Rpp		19	14	10	5	14	16
PP36 Rpp	19		14	10	5	14	17
Gigant	14	14		10	5	10	11
PER	10	10	10		5	8	9
PDB	5	5	5	5		4	4
PP36-LF	14	14	10	8	4		13
Pneumatique	16	17	11	9	4	13	

Au final, les observations (nombre de valeurs miroirs) entre chaque outil varient de 4 à 19. Le nombre de valeurs étant inférieur à 30, de même que pour le cas des hydrocarbures volatils, les tests statistiques n'ont pas été réalisés et il est très difficile de se prononcer sur des similitudes ou des différences entre les outils de prélèvement.

### 9.1.3 SYNTHÈSE – COMPARAISON DES OUTILS MONONIVEAU

Les différentes campagnes de prélèvements se sont étalées sur 12 mois. Au regard des données graphiques (cf. section 9.1.1) les concentrations fluctuent au cours du temps. Les concentrations les plus élevées ont été retrouvées lors de la campagne de février puis les concentrations diminuent en juin et en septembre 2015. L'évolution des concentrations et les hypothèses associées à cette fluctuation sont explicitées dans le rapport INERIS (2015). L'hétérogénéité temporelle des concentrations du panache de polluant a ainsi permis de comparer les outils à différents niveaux de concentration. Cependant, comme cité précédemment, les concentrations pour les différentes familles de composés ciblés restent faibles (cf. section 8.1).

L'analyse graphique présentée dans un premier temps a permis, d'une façon générale, de mettre en évidence :

- Pour les BTEX : des outils dont les résultats sont comparables au regard de l'incertitude du laboratoire (PDB, péristaltique, membrane de dialyse, PP36-Rpp, Bailer-Rpp, Gigant, échantillonneur pneumatique, PP36-LF, Hydrasleeve™) ;
- Pour les hydrocarbures volatils (C6-C8 et C8-C10) : des outils comparables entre eux (PP36-Rpp, dialyse, Bailer-Rpp, Gigant, échantillonneur pneumatique, PP36-LF) bien que la pompe péristaltique, et les PDB, présentent généralement des concentrations les plus faibles, sous-estimées. Inversement, l'échantillonneur pneumatique présente à plusieurs reprises les concentrations les plus élevées ;
- Pour les HAP : les outils tels que la pompe PP36-Rpp, la pompe péristaltique, le Bailer-Rpp, la pompe Gigant, l'échantillonneur pneumatique, la pompe PP36 avec le système Low Flow présentent des valeurs globalement similaires au regard des incertitudes du laboratoire ;
- Les hydrocarbures >C10-C40 : la comparaison entre les outils a seulement pu être réalisée en considérant les fractions >C10-C12 et >C12-C16. Identiquement au cas des HAP, les outils tels que la pompe PP36-Rpp, la pompe péristaltique, le Bailer-Rpp, la pompe Gigant, l'échantillonneur pneumatique, la pompe PP36 avec le système Low Flow présentent des valeurs globalement similaires au regard des incertitudes du laboratoire. La pompe péristaltique donne dans l'ensemble des concentrations plus faibles ou sous-estimées par rapport aux outils cités précédemment. Les échantillonneurs passifs (PDB et membrane de dialyse) présentent les plus faibles concentrations.

L'approche statistique permettant de comparer les outils 2 à 2 a mis en évidence :

- Pour les BTEX : des similitudes entre l'ensemble des outils testés au regard des trois « indices » utilisés (coefficients de corrélation, constante et pente du modèle). Ces conclusions sont similaires à celles faites selon l'approche graphique qui intègre l'incertitude du laboratoire ;
- Pour les hydrocarbures volatils : le nombre de valeurs communes entre les outils est très faible (<7), et ne permet pas d'avoir recours à la statistique pour se prononcer sur des similitudes ou des différences entre les méthodes de prélèvement ;

- Pour les HAP : comme pour les BTEX, les conclusions émises pour l'approche graphique sont également corrélées par l'approche statistique. Le test de Deming a toutefois mis en évidence des différences proportionnelles significatives entre PDB, échantillonneur pneumatique et pompe PP36-LF. Les écarts observés (approche graphique et statistique) entre les PDB et ces deux autres outils pourraient être liés à la présence de vecteurs colloïdaux qui limiteraient le domaine d'application pour ce type de dispositif passif (cf. section 9.4.1) ;
- Pour les hydrocarbures >C10-C40 : le nombre de valeurs communes entre les outils est trop faible pour avoir recours à cette approche.

Les outils tels que le système packer avec la pompe à vessie, les LDPE, et les Hydrasleeve™ n'ont pas pu être comparés statistiquement aux autres dispositifs en raison d'un nombre de données insuffisant.

## **9.2 COMPARAISON DES OUTILS POUR UN PRELEVEMENT MULTINIVEAUX**

Les outils testés pour un prélèvement multiniveaux ont été :

- L'outil PDB ;
- Les membranes de dialyse ;
- Les membranes LDPE ;
- La pompe PP36 avec système Low Flow ;
- La pompe vessie avec le système packer ;
- L'échantillonneur pneumatique ;
- L'Hydrasleeve™-72H.

### **9.2.1 REPRESENTATION GRAPHIQUE - APPROCHE PAR OUVRAGE ET PAR COMPOSES**

De même qu'à la section 9.1.1, la comparaison graphique a été entreprise lorsque les outils testés présentaient des valeurs supérieures à la LQ. La comparaison des outils pour un même composé et pour un même ouvrage a été réalisée lorsque plus de 57% des outils (4 outils sur 7) ont pu être comparés.

Le tableau ci-après présente les comparaisons possibles en fonction des composés, des ouvrages et des campagnes en considérant le critère précédemment cité.

Tableau 28 : Comparaison possible entre les outils pour un prélèvement multiniveaux  
(selon les composés ciblés par campagne et piézomètre)

Campagne	Piézomètres										
	Pz5	Pz6	Pz7	Pz8	Pz9	Pz10	Pz11	Pz43	Pz44	Pz47	Pz50
Sept.-14											
Fév.-15		Napht / Phe						Napht / Phe / Fluo B >C6-C8 / >C8- C10 / >C10- C12		Napht / Phe B >C6-C8 / >C8-C10 / >C10-C12	
Juin-15								Napht	Napht. / Phe >C10-C12		Napht / Phe Phe B >C6-C8 / >C8- C10 / >C10-C12
Sept.-15								Napht	Phe		Napht / Phe B >C6-C8 / >C8- C10 / >C10-C12

Napht : naphtalène ; Phe : phénanthrène ; Fluo : fluorine ; B : benzène.

Au final, la comparaison des outils multiniveaux (approche graphique) a été réalisée pour le benzène (4 fois), la fraction >C6-C8 (4), la fraction >C8-C10 (4), le naphtalène (8), le phénanthrène (7), le fluorène (1) et la fraction >C10-C12 (5). Les prélèvements multiniveaux réalisés en septembre 2015 ont permis de comparer seulement la pompe PP36-LF avec l'échantillonneur pneumatique, les autres outils n'ayant pas été utilisés lors de cette dernière campagne.

En rappel, le système packer avec pompe à vessie a été utilisé uniquement dans les ouvrages PzB et PzC. Les membranes LDPE ont été uniquement utilisées pour quantifier la famille des HAP lors des campagnes de septembre 2014 et de février 2015. Les membranes de dialyse ont été mises en place uniquement lors de la campagne de juin 2015.

### 9.2.1.1 BTEX – REPRESENTATION GRAPHIQUE

Au regard du critère cité précédemment, parmi les 5 composés de la famille des BTEX, la comparaison des outils de prélèvements multiniveaux a été effectuée uniquement pour le benzène (cf. critère  $\geq 4$  sur 7).

La figure ci-après présente les concentrations obtenues en benzène par différents outils testés en fonction de la profondeur des prélèvements réalisés pour 3 ouvrages, PzH, PzJ (campagne de février 2015) et PzK (campagne de septembre 2015).

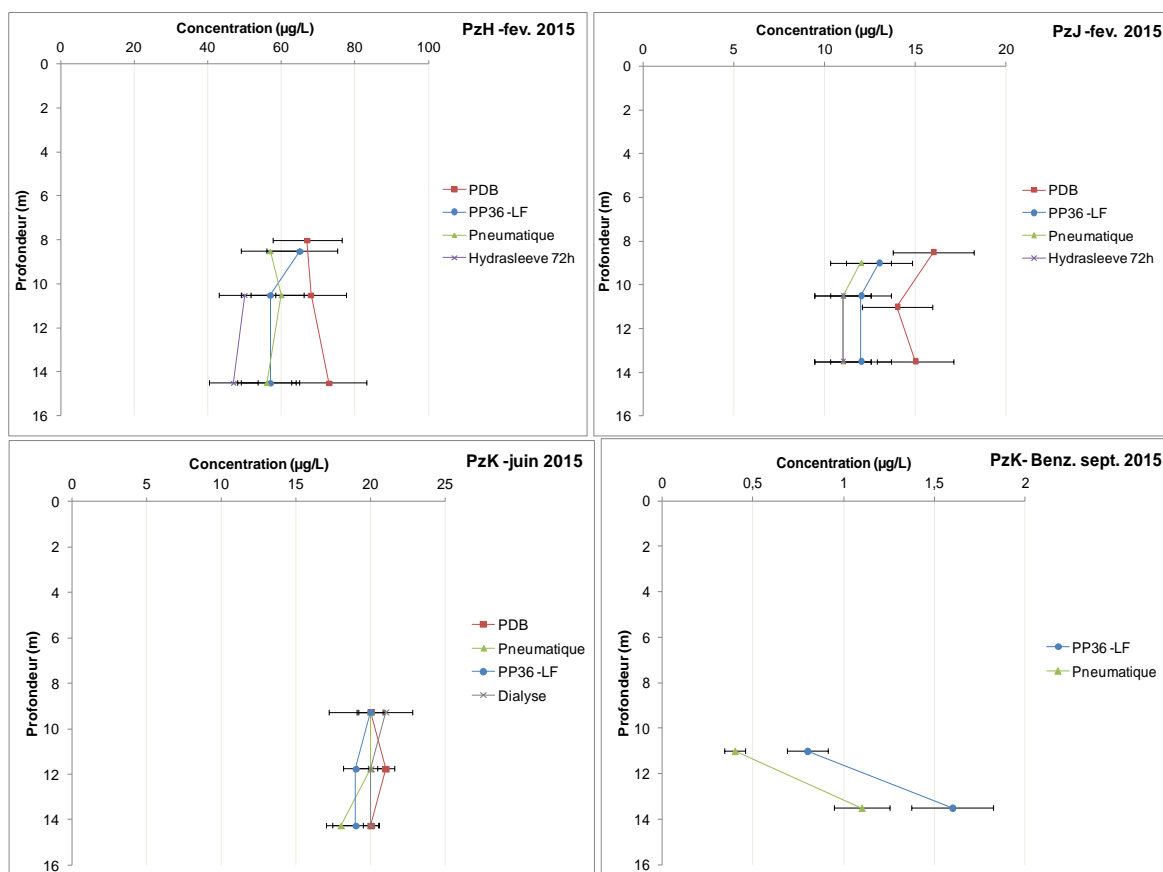


Figure 45 : Concentration en benzène selon plusieurs outils de prélèvements - Multiniveaux



La campagne de février 2015 a permis de comparer 4 outils ; PDB, PP36-LF, l'échantillonneur pneumatique et les Hydrasleeve<sup>TM</sup>-72H. Au droit du PzH, quel que soit l'outil utilisé, les concentrations semblent homogènes tout le long de la colonne d'eau si l'on considère l'incertitude fournie par le laboratoire. Au droit du PzJ, la concentration en benzène est la plus élevée au toit de la nappe, suivi par une légère diminution en profondeur. L'outil PDB dans les deux cas, présente des valeurs les plus élevées tandis que l'Hydrasleeve<sup>TM</sup>-72H présente les valeurs les plus faibles. Cependant, au regard des incertitudes du laboratoire, les écarts constatés entre les outils se recoupent. Les quatre outils fourniraient donc sensiblement la même information.

En juin, au droit du PzK, les 4 outils comparés (PDB, membranes de dialyses, pneumatique et PP36-LF) présentent des résultats similaires et ne mettent pas en évidence une hétérogénéité verticale de la contamination.

Les résultats de la campagne de septembre 2015 qui comparent la pompe PP36-LF et l'échantillonneur pneumatique sur 2 niveaux, montrent une légère augmentation en benzène avec la profondeur (de 1 µg/L). Les outils présentent les mêmes tendances. Les valeurs les plus élevées ont été obtenues avec la pompe PP36-LF bien que la différence entre les outils soit minime (cf. gamme de concentrations).

#### 9.2.1.2 HYDROCARBURES VOLATILS- REPRESENTATION GRAPHIQUE

La Figure 46 et la Figure 47 présentent respectivement les concentrations obtenues en >C6-C8 et en >C8-C10 par les différents outils testés en fonction de la profondeur.

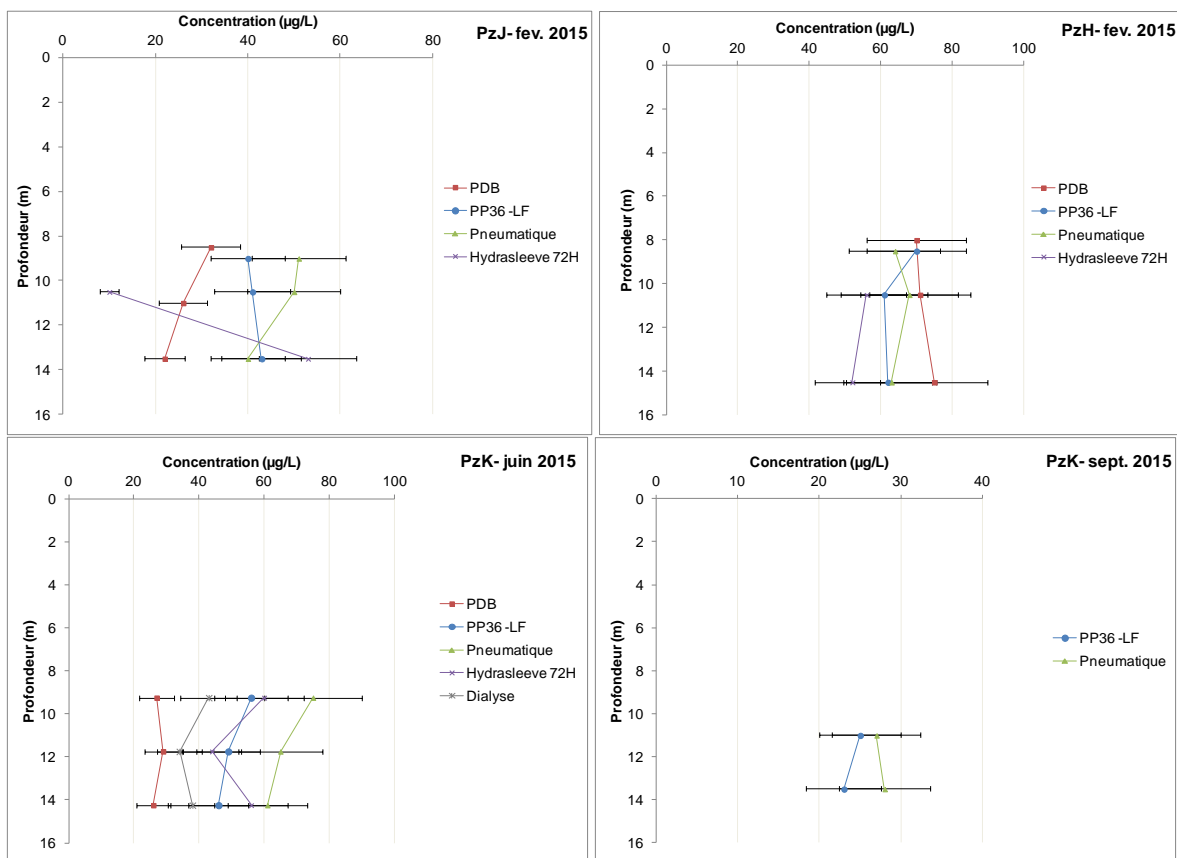


Figure 46 : Concentration en >C6-C8 selon plusieurs outils de prélèvements - Multiniveaux

Au droit du PzJ, en février 2015, les concentrations en >C6-C8 obtenues à partir de l'outil PDB et de l'échantillonneur pneumatique traduisent une même tendance ; une concentration plus élevée au toit de la nappe puis une diminution avec la profondeur, comme précédemment observée (Figure 45). Inversement, la pompe PP36-LF présente des concentrations qui augmentent avec la profondeur. L'outil Hydrasleeve™ présente quant à lui les valeurs minimales (au 2<sup>ième</sup> niveau) et maximales (au 3<sup>ième</sup> niveau) en >C6-C8 par comparaison avec les valeurs obtenues par les autres outils de prélèvement.

Au droit du PzH, lors de la même campagne, les concentrations en >C6-C8 sont homogènes selon les 3 niveaux quel que soit l'outil en considérant les incertitudes du laboratoire.

Au droit du PzK en juin 2015, hormis les PDB, les 4 autres outils présentent des tendances et des concentrations similaires mais les échantillonneurs passifs (PDB et membrane de dialyse) conduisent aux teneurs les plus faibles.

Au regard des incertitudes, la pompe PP36-LF et l'échantillonneur pneumatique présentent des valeurs comparables dans les 4 cas (PzJ, PzH en février, PzK en juin et en septembre). L'outil PDB présente dans 2 cas sur 3 des concentrations les plus faibles et dans un cas les concentrations les plus élevées (PzH, fév. 2015).

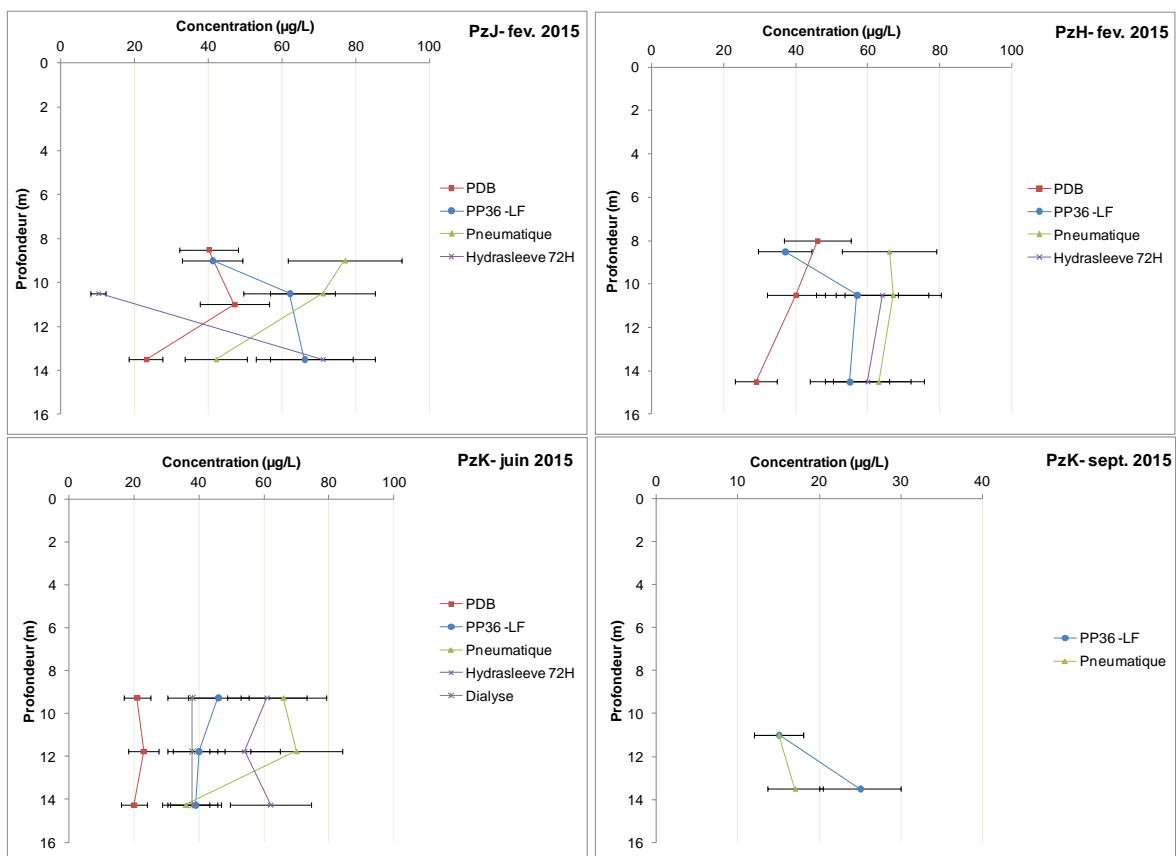


Figure 47 : Concentration en >C8-C10 selon plusieurs outils de prélèvements - Multiniveaux

Pour ce qui est de la fraction >C8-C10, globalement, l'outil PDB présente de nouveau les concentrations les plus basses et l'échantillonneur pneumatique les plus hautes. Les tendances observées pour la fraction >C8-C10 sur les différents ouvrages aux différents temps (concentration en fonction de la profondeur) sont très similaires avec la fraction >C6-C8. Cependant, les écarts de concentrations entre les outils sont plus élevés. L'outil Hydrasleeve™ présente des valeurs similaires dans 2 cas sur 3 (PzH, fév. 2015 et PzK, juin 2015). En fonction des outils, il existerait une hétérogénéité verticale, avec des tendances qui s'inversent au cours de l'année (cf. PzK en juin et septembre 2015).

### 9.2.1.3 HAP – REPRESENTATION GRAPHIQUE

Les Figure 46, Figure 48, Figure 49 et Figure 50 présentent respectivement les concentrations obtenues en naphtalène, en phénanthrène et en fluorène par les différents outils testés en fonction de la profondeur.

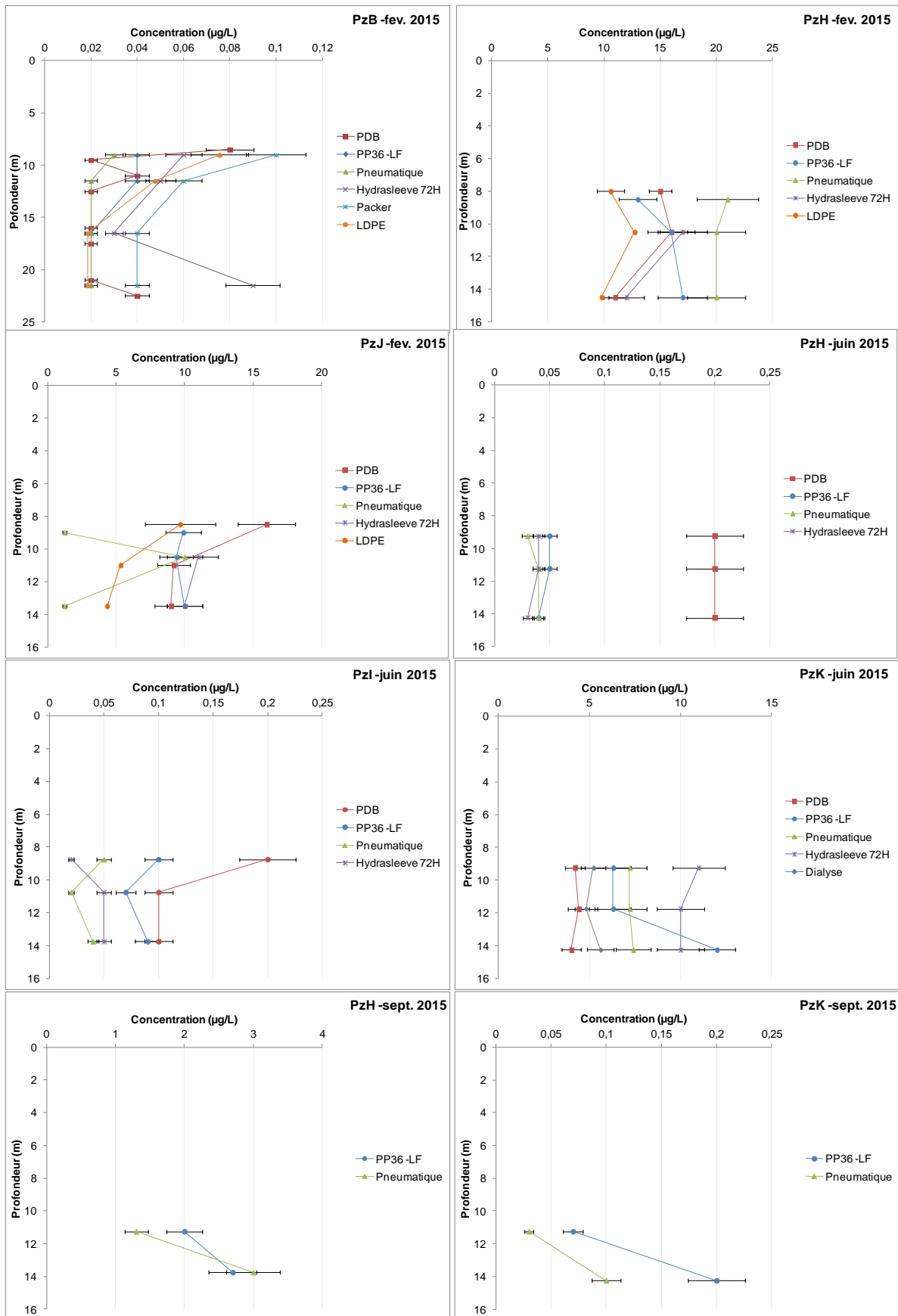


Figure 48 : Concentration en naphthalène selon plusieurs outils de prélèvements – Multiniveaux

L'outil packer avec pompe à vessie a pu être comparé aux outils seulement dans le cas du naphthalène au droit du PzB lors de la campagne de février 2015. Les concentrations en naphthalène au droit du PzB diminuent avec la profondeur. Les concentrations les plus élevées ont été obtenues avec le système packer avec pompe à vessie.

Une concentration élevée en naphthalène a été mise en exergue par l'Hydrasleeve™-72H au fond de l'ouvrage. Cette valeur semble être anormale au vu des résultats des autres outils. Comme détaillée dans la section 4.3.1, la principale difficulté avec les Hydrasleeve™ repose sur le fait qu'il est très difficile de savoir quel niveau a été échantillonné par l'outil. Il se peut, dans le cas présent, que le quatrième Hydrasleeve™ (échantillonneur mis bout à bout) n'ait pas prélevé le niveau 4 comme souhaité, mais plutôt le niveau 1 voire un mélange (concentration similaire au niveau 1 obtenue pour le PDB et le système packer avec pompe à vessie à la même période).

Les PDB dans 2 cas sur 6 présentent les valeurs les plus élevées (PzH et PzI en juin 2015) et dans un cas les valeurs les plus faibles (PzK en juin). Les membranes LDPE présentent des valeurs comparables aux PDB.

Hormis pour le cas du PzB, les concentrations semblent être homogènes sur un plan vertical.

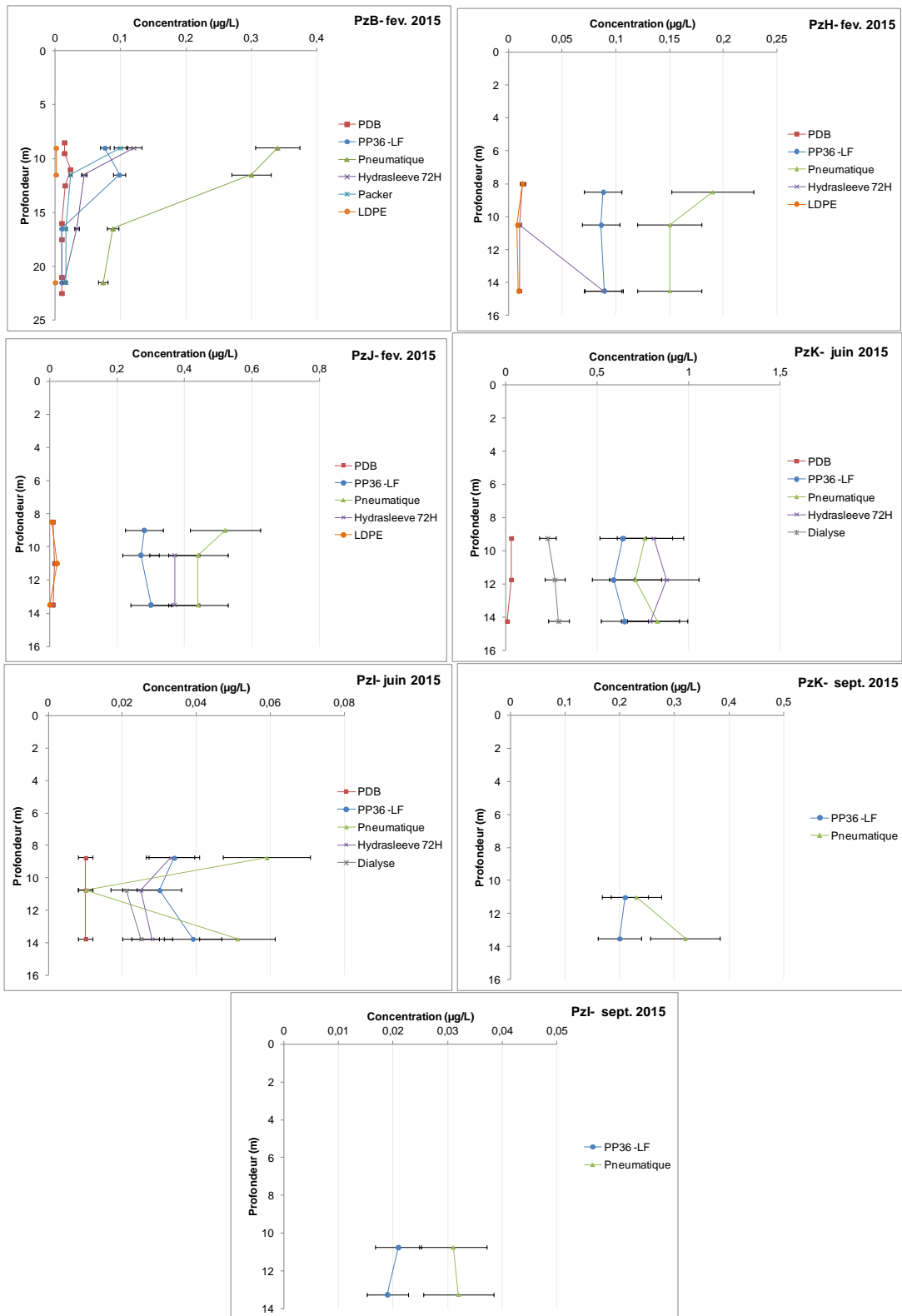


Figure 49 : Concentration en phénanthrène selon plusieurs outils de prélèvements - Multiniveaux

Pour le phénanthrène, globalement, les outils PP36-LF, échantillonneur pneumatique et Hydrasleeve™-72H (exception faite au droit du PzH et PzB en février 2015) présentent des valeurs similaires, compte tenu de l'incertitude du laboratoire. Les concentrations en phénanthrène semblent également homogènes sur l'ensemble de la colonne d'eau excepté au droit du PzB. Des écarts plus importants sont constatés avec l'outil PDB et les membranes LDPE. En effet, les concentrations obtenues par cet outil sont dans tous les cas inférieures aux valeurs mesurées par les 3 autres outils.

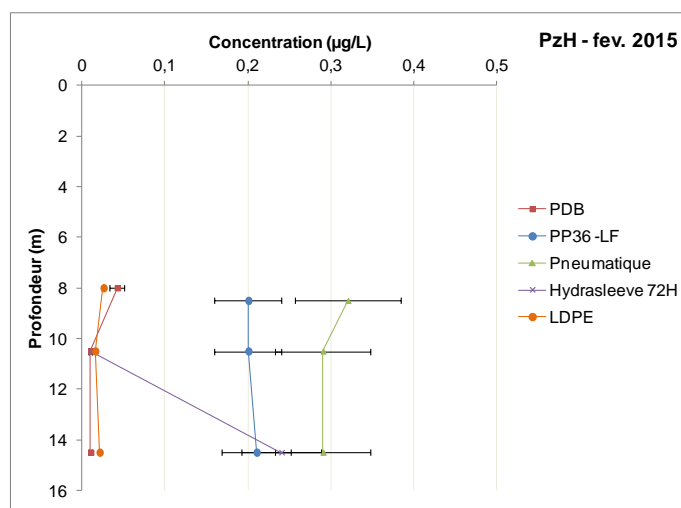


Figure 50 : Concentration en fluorène selon plusieurs outils de prélèvements - Multiniveaux

Pour le fluorène, de même que pour le phénanthrène, l'échantillonneur pneumatique et la PP36-LF montrent des valeurs similaires tandis que l'outil PDB met en évidence des concentrations plus faibles. Les concentrations observées par les PDB sont de nouveau proches à celles observées par la membrane LDPE.

#### 9.2.1.4 HYDROCARBURES TOTAUX- REPRESENTATION GRAPHIQUE

A partir du critère cité précédemment, parmi les 8 composés de la famille des HCT, la comparaison des outils de prélèvements multiniveaux a été effectuée uniquement pour la fraction >C10-C12 (cf. critère  $\geq 4$  sur 7).

La figure ci-après présente les concentrations obtenues en >C10-C12 par différents outils testés en fonction de la profondeur des prélèvements réalisés pour 3 ouvrages à différentes périodes, PzH, PzJ (campagne de février 2015), PzI (campagne de juin 2015) et PzK (campagne de juin et de septembre 2015).

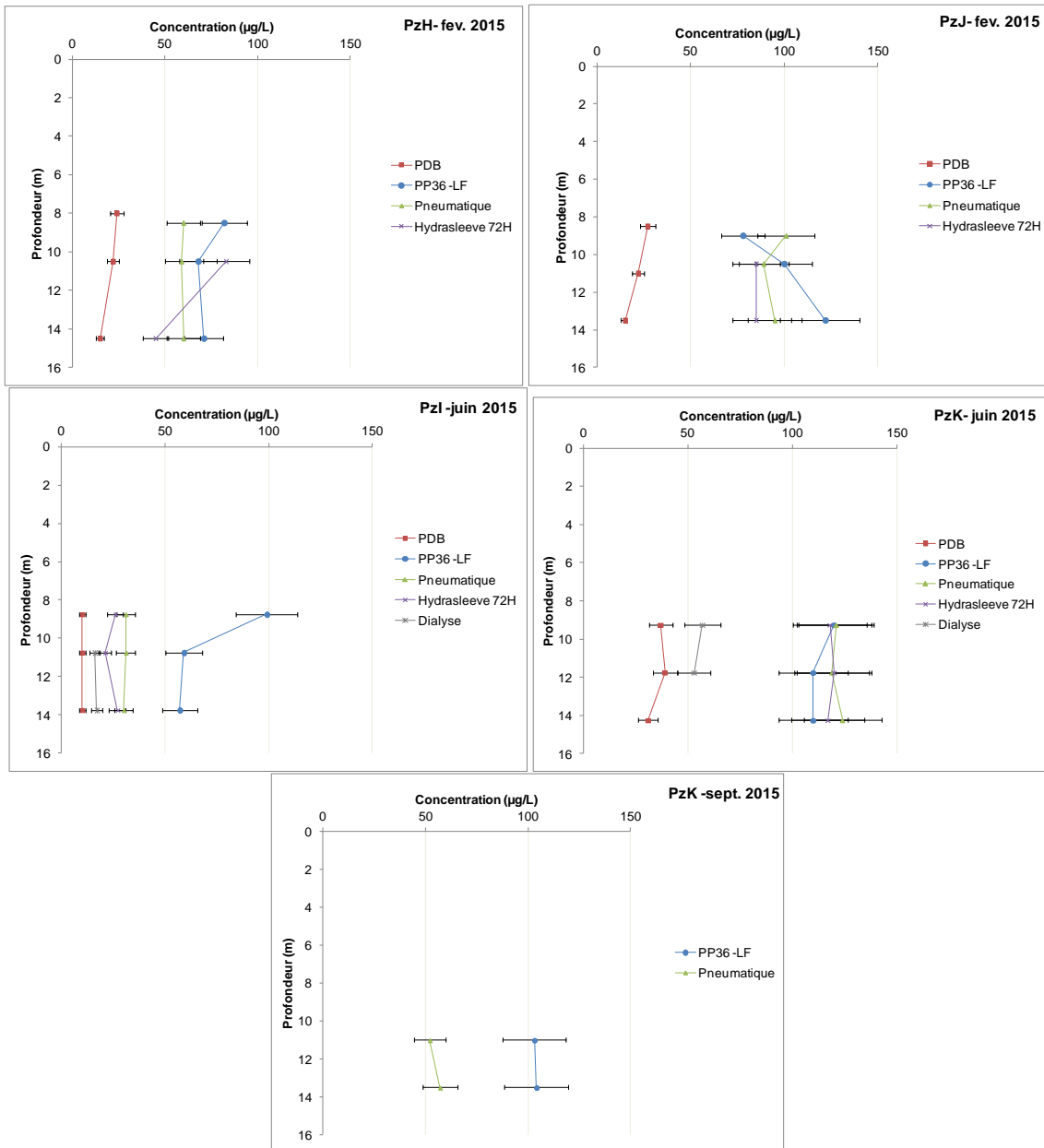


Figure 51 : Concentration en >C10-C12 selon plusieurs outils de prélèvements - Multiniveaux

Les concentrations en >C10-C12 semblent être homogènes sur toute la colonne d'eau au sein des différents ouvrages. Les outils PP36-LF, échantillonneur pneumatique et Hydrasleeve<sup>TM</sup>-72H montrent des valeurs similaires au droit des ouvrages PzH, I en février et PzK en juin 2015. Des valeurs plus élevées ont été obtenues par la pompe PP36-LF dans 2 cas sur 5 (PzI en juin et PzK- sept. 2015). L'outil PDB comme dans le cas des HAP, met en exergue des valeurs de concentrations plus faibles dans tous les cas. Les membranes de dialyse présentent des valeurs légèrement plus élevées que celles obtenues à partir des PDB, mais inférieures dans tous les cas aux autres outils de prélèvements (échantillonneur pneumatique, Hydrasleeve<sup>TM</sup>-72H et PP36-LF).



Afin de compléter cette approche dans le but d'évaluer des tendances, une exploitation statistique des résultats a été réalisée lorsque suffisamment de données étaient disponibles.

## 9.2.2 EXPLOITATION STATISTIQUE

Au vu du jeu de données et des valeurs communes entre les outils de prélèvements, la comparaison des outils selon une approche statistique a pu être réalisée entre :

- L'outil PDB (échantillonneur passif à l'équilibre) ;
- L'échantillonneur pneumatique (échantillonneur passif dit « instantané ») ;
- La pompe PP36-LF (échantillonneur actif).

Les jeux de données pour le système packer avec pompe à vessie, l'Hydrasleeve™-72H, les membranes de dialyses et de LDPE ont été considérés comme insuffisants pour être utilisés. De nouveau, une première analyse statistique a été effectuée en intégrant l'ensemble des valeurs pour les différentes familles de composés, elle a été suivie par une analyse par famille de composés. Nous avons intégré également les valeurs des premiers niveaux au jeu de données (niveau 1 employé pour la comparaison des prélèvements mononiveau).

### 9.2.2.1 COMPARAISON 2 A 2 POUR L'ENSEMBLE DES COMPOSES

Le tableau ci-après présente le nombre de couples de valeurs communes (>LQ) entre chaque outil pour des prélèvements multiniveaux. Les valeurs entre parenthèses, en rouge, présentent le nombre de valeurs communes pour le niveau 1 (niveau de prélèvement – cf. Figure 20). La différence entre les deux valeurs correspond au nombre de données pour les autres niveaux de prélèvements.

*Pour rappel, les prélèvements ont principalement été réalisés sur 3 niveaux sauf au droit du PzB en février 2015 où les prélèvements ont été effectués sur 4 niveaux (Annexe 1).*

*Tableau 29 : Nombre de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvements, des ouvrages et des composés – Prélèvement Multiniveaux*

	PDB	PP36-LF	Pneumatique
PDB		100 (36)	166 (52)
PP36-LF	100 (36)		108 (65)
Pneumatique	166 (52)	108 (65)	

Le nombre valeurs « communes » (>LQ) varie de 100 (pompe PP36-LF vs PDB) à 166 (échantillonneur pneumatique vs PDB).

### Coefficients de corrélation

Le Tableau 30 présente les coefficients de corrélations obtenues entre les différentes méthodes de prélèvement.

*Tableau 30 : Coefficients de corrélation entre les différentes méthodes de prélèvement – Jeu de données (toutes les familles de contaminants) – Prélèvement Multiniveaux*

	PDB	PP36-LF	Pneumatique
PDB		0,58	0,71
PP36-LF	0,58		0,90
Pneumatique	0,71	0,90	

Selon le jeu de données considéré (ensemble des composés), il existerait une « forte » corrélation entre les prélèvements réalisés par l'échantillonneur pneumatique avec la pompe PP36-LF et des corrélations « faibles » entre les autres outils.

#### Coefficients du modèle

Les tableaux ci-après présentent les « constantes » et les « coefficients de pente » du modèle.

*Tableau 31 : Réponses au test « Constante du modèle » – Cas : toutes les familles de contaminants – Prélèvement Multiniveaux*

	PDB	PP36-LF	Pneumatique
PDB		Oui	Oui
PP36-LF	Oui		Oui
Pneumatique	Oui	Oui	

*Tableau 32 : Réponses au test « Coefficients de la pente du modèle » – Cas toutes les familles de contaminants – Prélèvement Multiniveaux*

	PDB	PP36-LF	Pneumatique
PDB		Oui	Oui
PP36-LF	Oui		Oui
Pneumatique	Oui	Oui	

Bien que la corrélation soit élevée entre l'échantillonneur pneumatique et pompe PP36-LF, selon la régression de Deming, il y aurait entre les méthodes des différences significatives systématiques et proportionnelles. Ce constat est également valable entre l'outil PDB et la pompe PP36-LF ou l'échantillonneur pneumatique.

Ainsi, selon ce test statistique, tous les outils de prélèvements testés sont significativement différents dans le cadre de prélèvements multiniveaux.

## 9.2.2.2 COMPARAISON 2 A 2 PAR FAMILLE DE CONTAMINANTS

### 9.2.2.2.1 CAS BTEX

Le tableau ci-après présente le nombre de couples de valeurs (>LQ) entre chaque outil.

*Tableau 33 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvements, des ouvrages pour les BTEX – Prélèvement Multiniveaux*

	PDB	PP36-LF	Pneumatique
PDB		37 (13)	37 (13)
PP36-LF	37 (13)		44 (14)
Pneumatique	37 (13)	44 (14)	

Au final, les observations (nombre de valeurs miroirs) entre chaque outil varient de 37 à 44.

#### Coefficients de corrélation

Le Tableau 34 présente les coefficients de corrélations obtenues entre les différentes méthodes de prélèvement.

*Tableau 34 : Coefficients de corrélation entre les différentes méthodes de prélèvement – Jeu de données BTEX – Prélèvements Multiniveaux*

	PDB	PP36-LF	Pneumatique
PDB		0,99	0,99
PP36-LF	0,99		0,99
Pneumatique	0,99	0,99	

Les corrélations entre les différents outils de prélèvement pour le cas des BTEX, sont toutes considérées comme « fortes ». En effet, les coefficients de corrélation sont tous supérieurs à 0,99.

#### Coefficients du modèle

Les tableaux ci-après présentent les « constantes » et les « coefficients de pente » du modèle.

Tableau 35 : Réponses au test « Constante du modèle » – Jeu de données BTEX – Prélèvements Multiniveaux

	PDB	PP36-LF	Pneumatique
PDB		Non	Non
PP36-LF	Non		Non
Pneumatique	Non	Non	

Tableau 36 : Réponses au test « Coefficient de la pente du modèle » – Jeu de données BTEX – Prélèvements Multiniveaux

	PDB	PP36-LF	Pneumatique
PDB		Non	Non
PP36-LF	Non		Non
Pneumatique	Non	Non	

Au regard des résultats, en considérant les trois « indices » (coefficients de corrélation, constante et pente du modèle), il est possible de conclure à une similitude des méthodes de prélèvement multiniveaux pour les composés BTEX.

#### 9.2.2.2.2 CAS DES HYDROCARBURES VOLATILS

Le tableau ci-après présente le nombre de couples de valeurs (>LQ) entre chaque outil.

Tableau 37 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvements, des ouvrages pour les Hydrocarbures Volatils – Prélèvement Multiniveaux

	PDB	PP36-LF	Pneumatique
PDB		18 (4)	18 (4)
PP36-LF	18 (4)		22 (6)
Pneumatique	18 (4)	22 (6)	

Le nombre de données similaire entre les outils de prélèvement varie de 18 à 22. Comme pour le mononiveau, dans ce cadre, les tests statistiques ne peuvent pas être considérés.

#### 9.2.2.2.3 CAS HAP

Le tableau ci-après présente le nombre de couples de valeurs (>LQ) entre chaque outil.

Tableau 38 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvements, des ouvrages pour les HAP – Prélèvement Multiniveaux

	PDB	PP36-LF	Pneumatique
PDB		40 (18)	48 (34)
PP36-LF	40 (18)		78 (36)
Pneumatique	48 (34)	78 (36)	

Le nombre d'observations similaires entre les outils de prélèvement varie de 40 à 78. 45%, 46% et 70% du jeu de données sont des concentrations observées au premier niveau (toit de la nappe), respectivement entre l'outil PDB et la pompe PP36-LF, l'échantillonneur pneumatique et la pompe PP36-LF et enfin l'échantillonneur pneumatique et l'outil PDB.

#### Coefficients de corrélation

Le Tableau ci-après présente les coefficients de corrélations obtenues entre les différentes méthodes de prélèvement.

Tableau 39 : Coefficients de corrélation entre les différentes méthodes de prélèvement – Jeu de données HAP - Prélèvement Multiniveaux

	PDB	PP36-LF	Pneumatique
PDB		0,92	0,41
PP36-LF	0,92		0,87
Pneumatique	0,41	0,87	

Les coefficients de corrélation varient de 0,41 (corrélation « faible ») à 0,92 (corrélation « forte »). Les corrélations dites « fortes » ont été obtenues entre la pompe PP36-LF et les PDB et la pompe PP36-LF et l'échantillonneur pneumatique.

#### Coefficients du modèle

Les tableaux ci-après présentent les « constantes » et les « coefficients de pente » du modèle.

Tableau 40 : Réponses au test « Constante du modèle » – Jeu de données HAP – Prélèvement Multiniveaux

	PDB	PP36-LF	Pneumatique
PDB		Non	Non
PP36-LF	Non		Non
Pneumatique	Non	Non	

Tableau 41 : Réponses au test « Coefficient de la pente du modèle » – Jeu de données HAP – Prélèvement Multiniveaux

	PDB	PP36-LF	Pneumatique
PDB		Non	Oui
PP36-LF	Non		Non
Pneumatique	Oui	Non	

Les résultats des tests de corrélation de Deming sont en accord avec les coefficients de corrélations observés précédemment. En effet, les outils PDB vs PP36-LF et les outils PP36-LF et échantillonneur pneumatique seraient similaires. Il est à noter des différences proportionnelles significatives entre les PDB et l'échantillonneur pneumatique.

#### 9.2.2.2.4 CAS DES HYDROCARBURES TOTAUX

Le tableau ci-après présente le nombre de couples de valeurs (>LQ) entre chaque outil.

Tableau 42 : Nombre de couples de valeurs communes en considérant l'ensemble des campagnes de prélèvements, des ouvrages pour les Hydrocarbures Totaux - Prélèvement Multiniveaux

	PDB	PP36-LF	Pneumatique
PDB		12 (4)	12 (4)
PP36-LF	12 (4)		35 (13)
Pneumatique	12 (4)	35 (13)	

Les observations (nombre de valeurs miroirs) entre chaque outil varient de 12 à 35. A peu près un tiers des données sont des concentrations liées aux premiers niveaux (toit de la nappe). Comme pour les hydrocarbures volatils, les tests statistiques ne peuvent pas être employés.

### 9.2.3 SYNTHÈSE – COMPARAISON DES OUTILS MULTINIVEAUX

Comme discuté à la section **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**, les concentrations fluctuent au cours des différentes campagnes de prélèvements. Les concentrations les plus élevées ont été retrouvées lors de la campagne de février puis les concentrations diminuent en juin et en septembre 2015. La comparaison des outils selon l'approche graphique a permis de mettre en évidence :

- Pour les BTEX : seuls les résultats pour le benzène ont été exploités. Globalement, les résultats obtenus par les différents outils (PDB, membrane de dialyse, échantillonneur pneumatique, pompe PP36-LF et Hydrasleeve™-72H) sont similaires entre eux et aux différents niveaux de prélèvement, à noter généralement une homogénéité de la colonne d'eau ;
- Pour les hydrocarbures volatils : les concentrations retrouvées par les différents outils peuvent ici varier de manière plus importante que dans le cas

du benzène, en particulier entre échantillonneurs passifs à l'équilibre (PDB, membrane de dialyse) et les autres techniques (sous-estimation avec les échantillonneurs passifs testés). Toutefois, les concentrations en hydrocarbures volatils semblent être également homogènes sur toute la colonne d'eau ;

- Pour les HAP : de façon générale, les composés comme le naphthalène, le phénanthrène, et le fluorène semblent être présents sur toute la colonne d'eau et ne présentent pas d'hétérogénéité verticale. Globalement, les tendances observées sont les mêmes entre les outils de prélèvement bien que de nouveau une différence existe entre échantillonneurs passifs à l'équilibre (PDB, dialyse) et les autres techniques (en général sous-estimation avec les échantillonneurs passifs testés). L'outil packer avec la pompe à vessie (unique résultat de comparaison en multiniveaux) présente les concentrations les plus élevées ;
- Pour les hydrocarbures totaux : seules les données liées à la fraction >C10-C12 ont pu être utilisées. Des écarts significatifs sont également à noter entre les échantillonneurs passifs à l'équilibre (PDB, dialyse) et les autres techniques (sous-estimation avec les échantillonneurs passifs testés). Les résultats ne mettent pas en évidence une hétérogénéité verticale.

L'approche statistique a pu être conduite seulement pour comparer les PDB, l'échantillonneur pneumatique et la pompe PP36-LF. Ces tests ont permis de mettre en exergue :

- Pour les BTEX : au regard des trois indices utilisés (coefficients de corrélation, constante et pente du modèle) les résultats obtenus à partir des trois outils sont considérées comme comparables ;
- Pour les hydrocarbures volatils : le nombre de valeurs communes entre les outils est trop faible pour avoir recours à cette approche ;
- Pour les HAP : de bonnes corrélations ont été mises en évidence entre l'échantillonneur pneumatique et la pompe PP36-LF, mais également entre les PDB et la pompe PP36-LF ;
- Pour les hydrocarbures totaux : ici aussi, le nombre de valeurs communes entre les outils est trop faible pour avoir recours à cette approche.

La comparaison des outils pour un prélèvement multiniveaux repose également sur le fait que les outils peuvent être comparés s'il existe une hétérogénéité verticale de la colonne d'eau. Dans le cas présent, hormis pour le cas de l'ouvrage PzB (ouvrage profond et de faible diamètre), les concentrations retrouvées aux différents niveaux tendent à montrer que les concentrations en composés suivis sur l'ensemble de la colonne d'eau sont homogènes au droit des ouvrages tels que le PzH, I, J et K. Afin d'apporter des éléments de réponse, des essais sur l'influence des flux verticaux ont été conduits en parallèle des campagnes de prélèvements. Ces essais et les résultats sont présentés à la section 9.4.2.

## 9.3 PROTOCOLES TESTES

### 9.3.1 PROTOCOLE N°1 : INFLUENCE DE LA PURGE

Outre les essais de comparaison sur les outils réalisés et décrits précédemment, les campagnes de prélèvements réalisées au cours de la période 2014/2015 ont permis de tester l'influence de la purge. L'INERIS a considéré le cas d'un prélèvement : en l'absence de purge, directement après la purge, 24 heures après la purge.

Dans les faits, la plupart des essais ont porté sur l'incidence d'un prélèvement après purge et 24 heures après la purge. Au cours de la campagne de septembre 2015, des essais ont été réalisés afin d'étudier l'influence d'une absence de purge sur la qualité des échantillons prélevés pour les différents composés étudiés (BTEX/HAP/Hydrocarbures volatils et totaux).

#### 9.3.1.1 PRELEVEMENTS APRES PURGE ET 24 HEURES APRES PURGE

Des prélèvements, présentés en Annexe 2, ont été réalisés après la purge et 24 heures après celle-ci sur l'ensemble des ouvrages utilisés pour l'exercice de comparaison des outils. Pour étudier l'influence de ce protocole, l'outil Bailer et la pompe PP36 en utilisation classique (sans LF), ont été utilisés pour prélever le niveau 1 (toit de la nappe) (cf. Figure 20). Les prélèvements, après purge et 24 heures après purge, ont été réalisés de la même manière (même profondeur et même débit pour ce qui est de la pompe PP36).

Au final, l'influence de la purge sur le prélèvement a pu être étudiée en considérant pour la pompe PP36 et l'outil Bailer, respectivement 80 et 85 données (tous composés confondus).

La Figure 52 présente les droites de corrélations entre les prélèvements effectués après purge et 24 heures après purge, respectivement pour la pompe PP36 et le Bailer.

Le test de corrélation de Deming a également été utilisé dans ce cadre pour déterminer si les deux protocoles (prélèvement après purge et prélèvement 24 heures après purge) sont statistiquement différents ou non. Les résultats des tests sont présentés dans le Tableau 43.



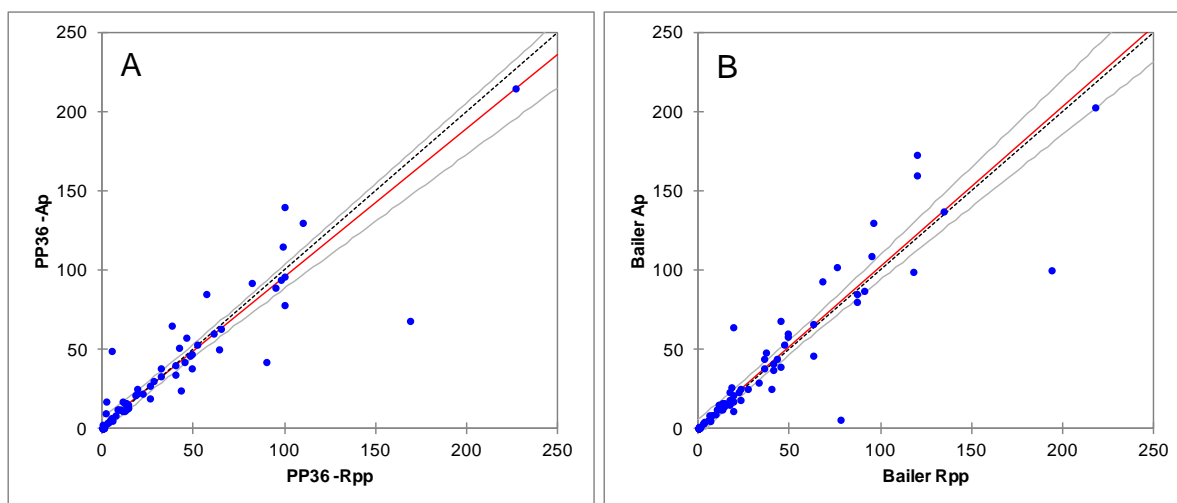


Figure 52 : Comparaison des résultats pour des prélèvements réalisés après 24 heures de purge (Rpp) et après purge (Ap) par la pompe PP36 (A) et le Bailer (B). Les lignes grises indiquent l'intervalle de confiance selon la régression de Deming. La ligne rouge représente le modèle (équation  $ax + b$ ) ; la ligne grise en pointillé représente une régression parfaite entre les outils testés (1:1)

Tableau 43 : Nombre de couples de valeurs communes, coefficients de corrélation et réponses aux tests statistiques (coefficients du modèle) – Influence du prélèvement après purge et 24 heures après purge

Outil utilisé	Nombre de données	Coefficient de corrélation	Constante du modèle	Pente du modèle
<b>Pompe PP36</b>	80	0,92	Oui	Oui
<b>Bailer</b>	85	0,92	Oui	Oui

Au regard du coefficient de corrélation et des coefficients du modèle (constant et pente du modèle), un prélèvement immédiatement après la réalisation de la purge et 24 heures après avoir réalisé celle-ci conduit à des résultats similaires. L'influence du temps d'attente (retour à l'équilibre) est négligeable selon ces essais, dans les conditions hydrodynamiques de l'aquifère étudié (et donc sur ce site).

### 9.3.1.2 INFLUENCE DE L'ABSENCE DE PURGE SUR LE PRELEVEMENT DES EAUX SOUTERRAINES

Plusieurs études ont suggéré que selon les conditions hydrodynamiques de l'aquifère et en fonction de la configuration du piézomètre, le prélèvement sans purge pouvait être envisagé (Kearl *et al.*, 1992). Une récente étude de 2015 (Gomo and Vermeulen, 2015) a ainsi évalué l'influence de prélèvements réalisés avant purge et après purge sur des éléments traces métalliques et sur des paramètres physico-chimiques. Les résultats, soumis à une ANOVA à un facteur, ont montré que les différences entre les deux méthodes ne sont pas significatives pour les paramètres caractérisés.

Dans le cadre du projet BIODéPOL, afin d'évaluer l'influence de la purge sur la qualité du prélèvement pour des composés organiques, des essais complémentaires ont été conduits en septembre 2015. Des prélèvements ont été réalisés sur 4 ouvrages (PzH, I, J et K). Les prélèvements ont été réalisés à la fois par l'outil Bailer et par la pompe PP36 avant purge et après purge. Les concentrations mesurées en contaminants organiques (BTEX, HAP, fractions d'hydrocarbures) selon les deux modalités, avant purge (Avp) et après purge (Ap) sont présentées dans la Figure 53 et la Figure 54, respectivement, pour des prélèvements réalisés à l'aide la pompe PP36 et le Bailer.

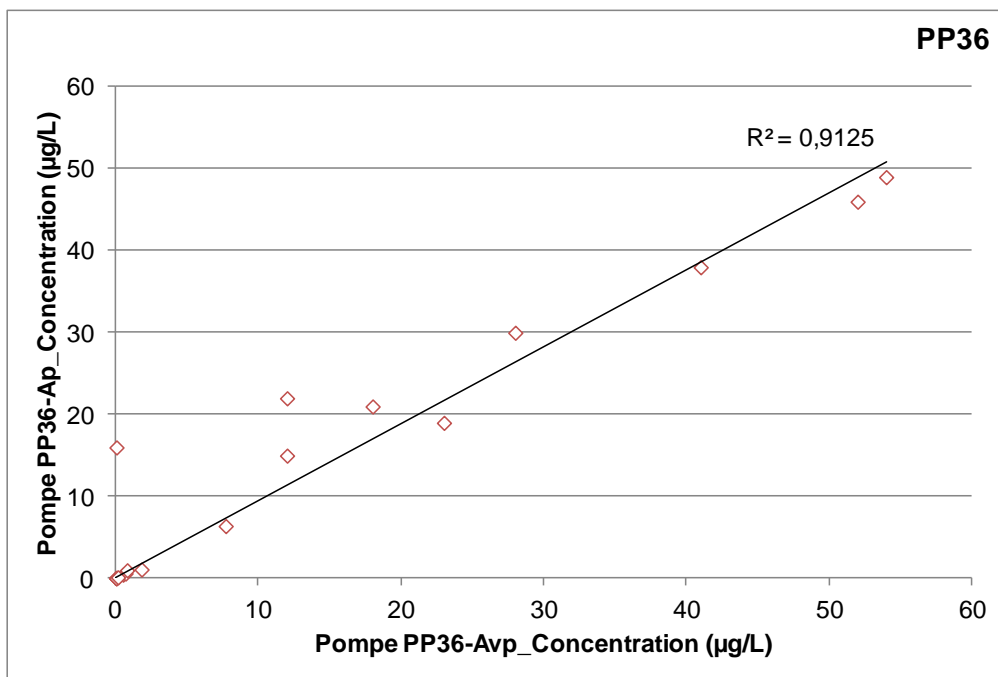


Figure 53 : Concentrations obtenues selon un prélèvement avant purge (Avp) et après purge (Ap) par la pompe PP36

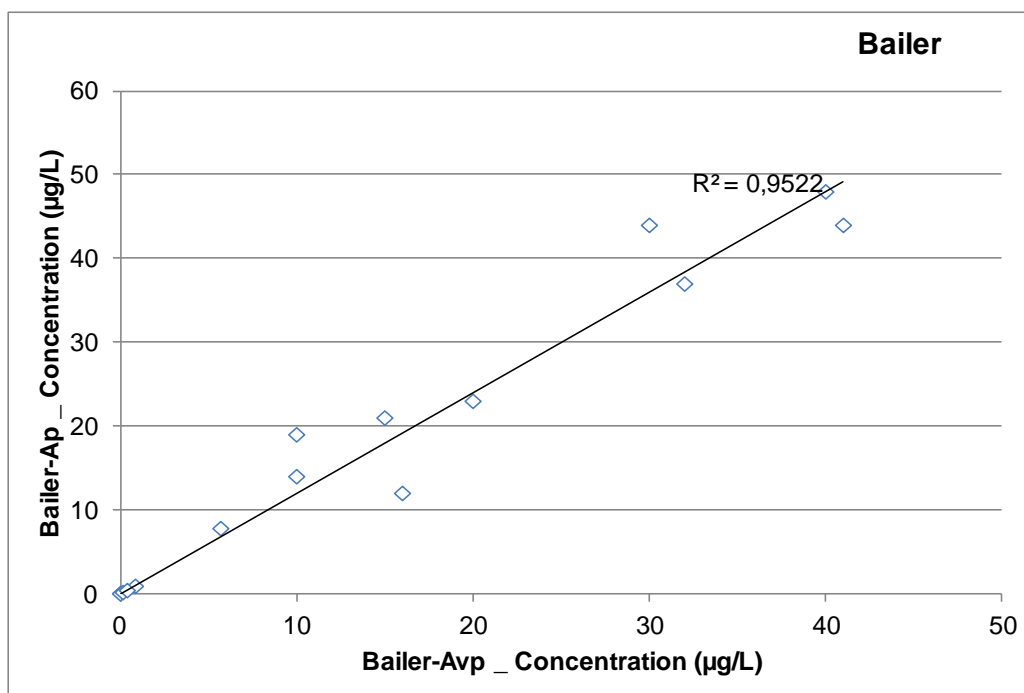


Figure 54 : Concentrations obtenues selon un prélèvement avant purge (Avp) et après purge (Ap) par le Bailer

Les droites de corrélations selon les prélèvements réalisés avant purge et après purge sont de 0,91 et 0,95, respectivement pour la pompe PP36 et le Bailer. Ces corrélations peuvent être considérées comme « fortes ». Ainsi au regard des Figure 53 et Figure 54, quel que soit l'outil utilisé, les prélèvements réalisés sans purge sont similaires aux prélèvements réalisés après purge.

Afin d'étudier plus précisément l'influence de la purge sur les différentes familles de contaminants ciblés, des essais en triplicats ont été réalisés au droit du PzK pour les deux outils. La similitude ou la différence entre un prélèvement avant purge et après purge a également été évaluée à partir du test ANOVA à un facteur. Le tableau ci-après présente un descriptif des données et les résultats de ce test statistique.

Tableau 44 : Influence de la purge sur les prélèvements – Description des données et réponses au test ANOVA

Variable	Concentration (µg/L)			Ecart-type	Réponses au test statistique (test de Tukey)
	Minimum	Maximum	Moyenne		
Benzène	0,40	0,50	0,43	0,05	Non
Hydrocarbures >C6-C8	15,00	28,00	20,56	4,80	Oui
Hydrocarbures >C8-C10	10,00	19,00	13,44	2,79	Non
Naphtalène	0,73	0,92	0,83	0,07	Non
Phénanthrène	0,12	0,18	0,15	0,02	Non
Fraction >C10-C12	36,00	44,00	40,89	2,26	Non
Fraction >C12-C16	37,00	48,00	42,89	3,10	Non

En moyenne, les concentrations en benzène et en HAP sont inférieures à 1 µg/L tandis que les concentrations en hydrocarbures sont inférieures à 50 µg/L. Au regard des résultats de ce test statistique, des prélèvements sans réaliser au préalable une

purge permettraient l'obtention d'échantillons comparables à des prélèvements après purge (notamment pour la famille des BTEX), exceptés pour le cas des hydrocarbures >C6-C8.

### 9.3.2 PROTOCOLE N°2 : INFLUENCE DES DEBITS DE PRELEVEMENT

Afin d'évaluer l'influence du débit sur la concentration obtenue en composés volatils, semi-volatils et non volatils, une campagne spécifique a également été réalisée en septembre 2015. Les essais ont été menés au droit du PzK, l'ouvrage le plus impacté parmi les ouvrages présélectionnés. L'INERIS a utilisé la pompe PP36 avec contrôleur de débit Low Flow pour réaliser les essais. Comme pour les autres campagnes, la pompe PP36-LF a été placée 2 m sous le toit de la nappe.

Les prélèvements ont été effectués en triplicats. Ils ont été réalisés pour 5 débits différents comme présenté dans le tableau ci-après.

*Tableau 45 : Gamme de débits testés*

	Unité	Gamme de débits	Débits réels (mesure)
Débit 1	mL/min	500 – 1000	670
Débit 2	mL/min	2000 – 2500	2100
Débit 3	mL/min	3500 – 4000	3540
Débit 4	mL/min	5000 – 5500	5160
Débit 5	mL/min	6500 – 7000	5880

Les résultats des essais sont illustrés en Figure 55. Les barres d'erreurs intégrées ont été déterminées à partir des triplicats.

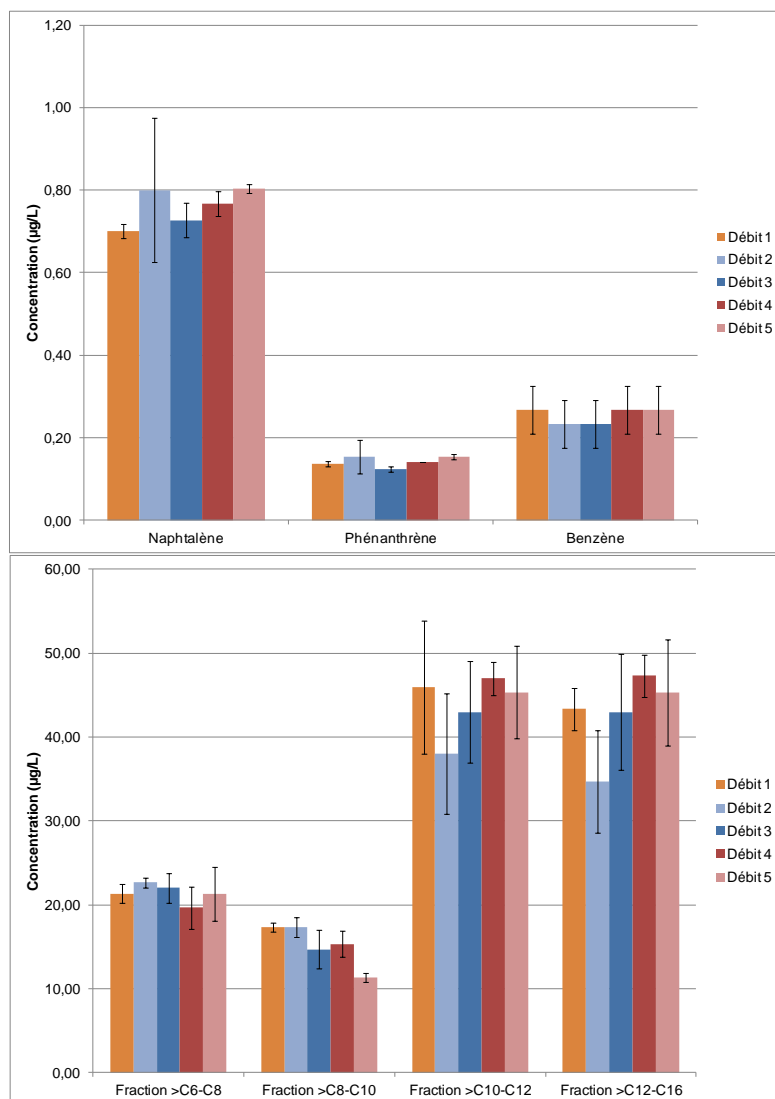


Figure 55 : Concentrations mesurées en fonction des différents débits testés

Les débits testés varient de 0,67 L/min à 5,9 L/min. D'un point de vue général, les débits de prélèvements ne semblent pas influencer les résultats. En effet, que ce soit pour le seul BTEX quantifié (benzène), pour les HAP quantifiés (naphtalène, phénanthrène) ou encore pour la fraction >C6-C8, les concentrations mesurées sont comprises dans une même gamme.

Cependant, des variations sont à noter pour les fractions >C8 à C16. En effet, une diminution de la concentration en >C8-C10 est observable avec l'augmentation du débit (hors débit n°4) tandis que pour les fractions d'hydrocarbures >C10-C12 et >C12-C16, le débit n°2 (0,21 L/min) présente des concentrations plus faibles que les autres résultats.

### 9.3.3 PROTOCOLE N°3 – INFLUENCE DU PROTOCOLE D'UTILISATION DES HYDRASLEEVEES

Comme discuté précédemment à la section 4.3.1, il est conseillé d'attendre au moins 24 heures, après la mise en place des Hydrasleeve™, pour récupérer les échantillons. En effet, la descente des échantillonneurs dans l'ouvrage, bien qu'elle

soit réalisée selon les recommandations de l'ITRC (2007) et de GeoInsight, (2010) (vitesse 15 cm/s), pourrait perturber la qualité verticale de la colonne d'eau et ainsi fausser les résultats associés aux prélèvements multiniveaux. Afin de vérifier cette hypothèse, l'INERIS a testé les Hydrasleeve™ selon deux méthodes d'utilisation :

- Le retrait (remontée) des Hydrasleeve™ quelques minutes après leur mise en place (Hydrasleeve™-Inst.) ;
- Le retrait des échantillonneurs 72 heures après les avoir installés (Hydrasleeve™-72H).

Les essais ont été réalisés lors des campagnes de septembre 2014, février et juin 2015 (cf. Annexe 2).

La Figure ci-après présente une droite de corrélation entre les résultats obtenus par les Hydrasleeve™-Inst (retrait quelques minutes après leur mise en place) et les Hydrasleeve™-72H (retrait 72 heures après les avoir mis en place) en considérant l'ensemble des familles de contaminants. Comme précédemment, l'hypothèse d'une similitude entre les deux protocoles d'utilisation a été testée selon la régression de Deming. Le Tableau 46 présente les réponses au test statistique

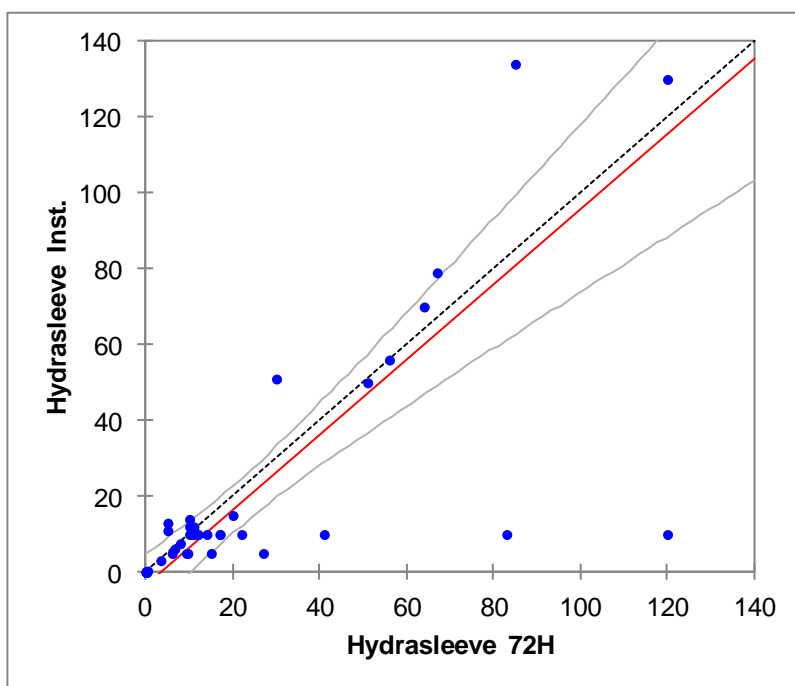


Figure 56 : Comparaison des résultats pour les outils Hydrasleeve 72H et Hydrasleeve Instantané (Inst.). Les lignes grises indiquent l'intervalle de confiance selon la régression de Deming. La ligne rouge représente le modèle (équation  $ax + b$ ) ; la ligne grise en pointillé représente une régression parfaite entre les outils testés (1:1)

Tableau 46 : Nombre de couples de valeurs communes, coefficients de corrélation–  
Influence du protocole n°3

	Nombre de données	Coefficient de corrélation
Tous les composés suivis	49	0,75
BTEX	4	0,99
Hydrocarbures volatils	5	0,44
HAP	15	0,77
HCT	24	0,72

Le nombre de valeurs supérieures à la LQ présent à la fois pour les Hydrasleeve™-Inst. et les Hydrasleeve™-72H est de 49. Ce nombre regroupe l'ensemble des valeurs pour les différentes familles de composés suivis (4 pour les BTEX, 5 pour les hydrocarbures volatils, 15 pour les HAP et 24 pour les HCT).

Seule la corrélation pour les BTEX est considérée comme « forte ». Cependant le nombre de valeurs disponibles (4) ne permet pas de statuer sur la similitude entre les deux protocoles d'utilisation des Hydrasleeve™. Les corrélations en considérant l'ensemble du jeu de données, ou bien les HAP et les hydrocarbures totaux sont considérés comme « moyennes ».

Selon ces premiers résultats, la mise en place des Hydrasleeve™ (leur descente dans l'ouvrage), ne perturberait pas la qualité verticale de la colonne d'eau. Ces résultats sont toutefois à relativiser pour deux raisons :

- La comparaison des outils multiniveaux montre généralement une homogénéité verticale de la colonne d'eau plutôt qu'une hétérogénéité. De ce fait, les concentrations attendues sont similaires, quel que soit le niveau du prélèvement ;
- Les essais se sont principalement déroulés sur des ouvrages de diamètre important (6 pouces). En comparaison avec un ouvrage de 2,5 pouces, la descente des échantillonneurs pourrait mélanger les eaux de façon plus significative.

## 9.4 QUESTIONS SUBSIDIAIRES

### 9.4.1 TRANSPORT COLLOÏDAL/PARTICULAIRE

#### 9.4.1.1 RAPPELS SUR LES COLLOÏDES

Les colloïdes sont définis comme des particules de petites tailles (conception arbitraire) (MacCarthy and Zachara, 1989) qui possèdent une grande surface spécifique et pour lesquelles l'influence des forces de gravitation est négligeable devant celle du mouvement brownien (Sigg *et al.*, 2000). La limite de taille supérieure varie selon les auteurs mais elle est généralement comprise entre 1 nm et 1  $\mu\text{m}$  (Figure 57).

La stabilité des colloïdes est déterminée principalement par des interactions de différentes forces interfaciales, comme des répulsions électrostatiques, des forces d'attraction de type Van der Waals, des phénomènes d'hydratation, des interactions hydrodynamiques lors de collisions de particules et des forces dues aux substances sorbées (Ryan and Elimelech, 1996).



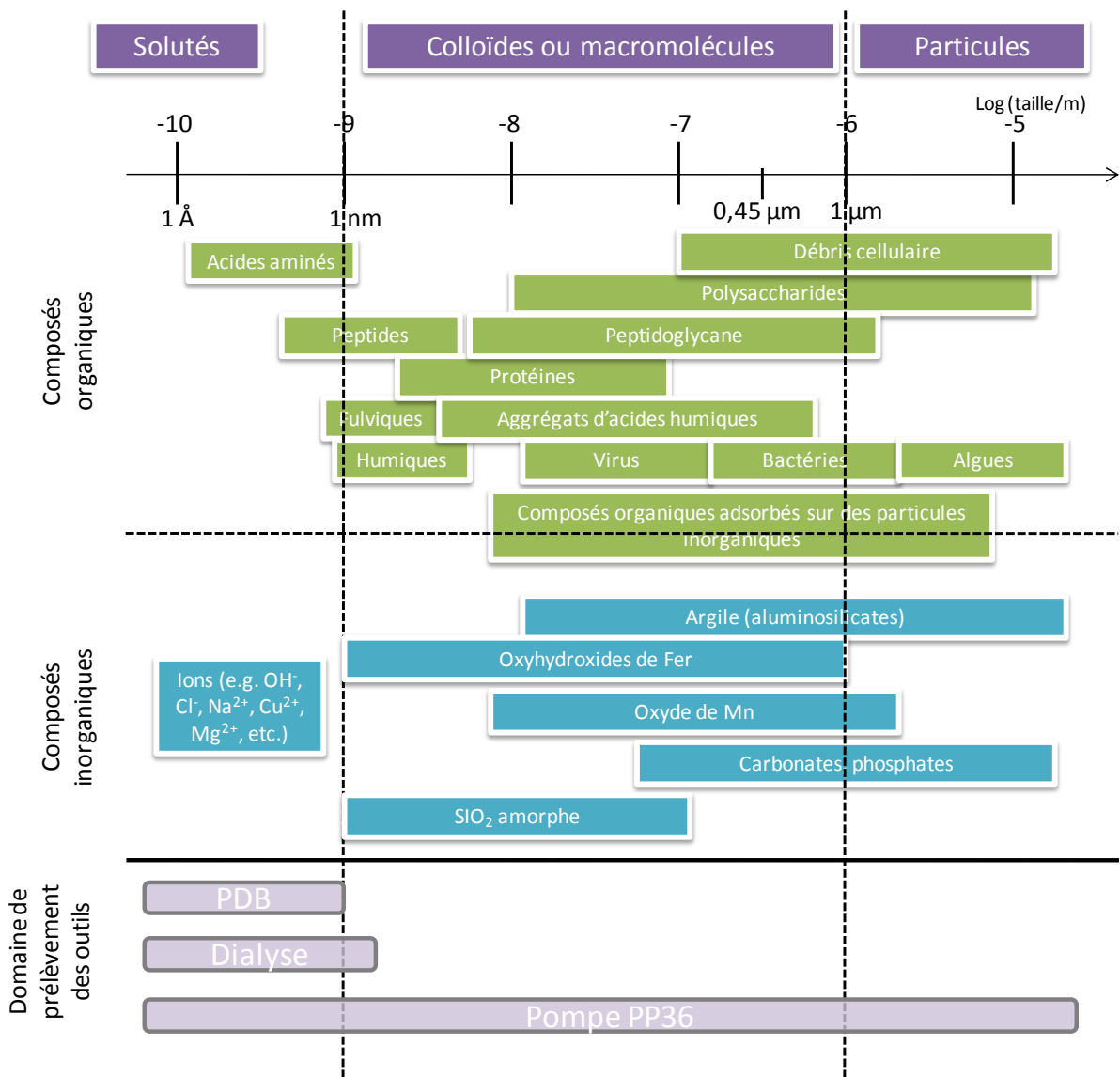


Figure 57 : Distributions des tailles des différents types de colloïdes et particules présents dans l'environnement d'après Lead et Wilkinson (2007) et domaine de prélèvement des outils (PDB, Dialyse et PP36)

Les colloïdes naturels sont rencontrés dans de nombreuses situations et en fortes concentrations ( $>10^6$  particules  $\text{cm}^{-3}$ ) (Stumm and Morgan 1995), jusqu'à 100 mg/L (Ryan and Elimelech, 1996) dans différents milieux : eau douce de surface, eau souterraine, mer, océan. McCarthy et Degueldre (1993) concluent même à l'ubiquité des colloïdes dans les eaux superficielles et souterraines.

En général, trois types de colloïdes sont rencontrés dans l'environnement (Kretzschmar and Sticher, 1997) :

- Les colloïdes inorganiques, comme les argiles, ou les oxydes et hydroxydes métalliques ;
- Les colloïdes organiques, biopolymères et composés fulviques dérivés des sols (Tableau 47) ;
- Les biocolloïdes, tels que les virus et les bactéries.

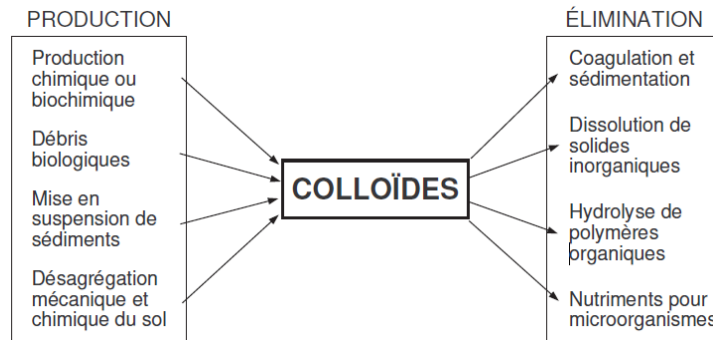


Figure 58 : Origine des colloïdes dans l'eau interstitielle d'un sol d'après Buffle et Leppard (1995)

Tableau 47 : Caractéristiques des principaux colloïdes organiques d'après Buffle et al. (1998)

Nature	Masse Molaire (Da)	Dimensions (nm)	Structure supramoléculaire	Charge électrique pour les sites totalement dissociés (meq/g)	Temps moyen de dégradation
<b>Biopolymères rigides</b>					
Mucopolysaccharides	10 <sup>4</sup> -10 <sup>5</sup>	Épaisseur: 1-3	Structure fibreuse construite sur une double ou triple hélice	Minimum (en module) : 0	Quelques mois pour les eaux de surface
Peptidoglycanes		Longueur: 100-1000	Parfois des spires ou des gels dépendant de la nature du cation, du pH ou de la force ionique	Typiquement : -0,35 à -0,83	Plusieurs siècles pour les eaux profondes
Hémicellulose				Maximum (en module): -6	
<b>Composés fulviques dérivés des sols</b>					
Fraction fulvique issue du lessivage de sol	500-5000 Généralement : 1000	Rayon de Stokes : 0,4-1,4 (pH 1-10) Rayon de giration : 0,5-1,4	Sphéroïdes, agrégats de sphéroïdes, occasionnellement des gels	-6 à -11	Environ 450 ans dans les sols
<b>Biopolymères flexibles</b>					
Matière organique aromatique (recombinaison d'acides aminés, sucres, etc.)	500-800		Flexibles	-2,1 à -5,5	10 à 7000 ans
Polysaccharides de réserve (ATP contenu dans les cellules)			Flexibles		Quelques heures à quelques jours
Protéines	10 <sup>4</sup>		Flexibles		Quelques jours à quelques semaines

Pour que le transport des contaminants par voie colloïdale ait lieu, il faut que trois principales conditions soient réunies :

- Génération de colloïdes ;
- Association des contaminants aux colloïdes ;
- Transport des colloïdes dans l'eau.

La génération des colloïdes se fait par un changement de la chimie de la solution ou des perturbations physiques : elle sera favorisée par une force ionique faible, la présence de cations monovalents (surtout du sodium), un pH supérieur à 7 – 8, et un débit provoquant des forces de cisaillement (Roy and Dzombak, 1996).

Les colloïdes jouent un grand rôle dans le transport de composés organiques hydrophobes tels que les HAP, PCB dans les sols et les sédiments dragués (Mackay et Gschwend 2001 ; Michel, 2009 ; Charrasse, 2013). En effet, il a été montré que les HAP les plus légers étaient essentiellement transportés sous forme dissoute, alors que les plus lourds étaient principalement transportés en association avec des colloïdes (Benhabib, 2005 ; Cornelissen *et al.*, 2009).

La matière organique participe également activement au co-transport des HAP. En effet, les composés organiques hydrophobes, comme les HAP, ont une très forte affinité pour les colloïdes sur lesquels ils peuvent se fixer. Ils peuvent donc être transportés plus facilement (Villholth, 1999 ; Cornelissen *et al.*, 2009). La présence de macromolécules organiques peut également faciliter le transport des composés organiques hydrophobes.

Outre l'influence des colloïdes dans le transport de contaminants (organiques et inorganiques) dans les eaux souterraines, l'utilisation de certains échantillonneurs pourrait ne pas considérer cette fraction et conduire à sous-estimer la concentration en composés d'intérêts.

#### 9.4.1.2 FRACTIONNEMENT DE LA CONTAMINATION

Afin de mettre en évidence ces deux aspects, à savoir la présence de colloïdes et l'influence des outils de prélèvement pour la quantification de composés recherchés, l'INERIS a comparé différentes techniques de prélèvement selon leur seuil de coupure comme présenté dans le tableau ci-après.

*Tableau 48 : Tailles des pores des échantillonneurs passifs en fonction des outils de prélèvement*

	Taille des pores	Seuil de coupure
LDPE	5 à 10 Å <sup>2</sup> ou 3750 à 7500 Daltons	Taille des pores + adsorption et absorption
PDB	5 à 10 Å ou 3750 à 7500 Daltons	Taille des pores + adsorption et absorption
Dialyse	≈ 20 Å ou 12000 à 14000 Daltons	Taille des pores + adsorption et absorption
PP36-LF	Sans objet	Préparation de l'échantillon selon la méthode du laboratoire*

\*en fonction du laboratoire, les échantillons peuvent être filtrés ou bien décantés. Dans le cadre de l'étude et selon le laboratoire AGROLAB Group, les échantillons ont été décantés pendant 24 heures après réception.

En considérant leur seuil de coupure, il apparaît que les différents échantillonneurs passifs tels que les PDB et les membranes de LDPE permettent d'approcher la fraction dissoute (< 1 nm). En effet, les PDB constitués d'une poche en LDPE (pores de 5 à 10 Angströms) ne laissent passer par diffusion que les composés de tailles moléculaires inférieures ou égales à ce seuil de coupure (cf. Figure 57).

Les membranes LDPE quant à elles, permettent de sorber les composés de tailles moléculaires inférieures ou égales à ce même seuil de coupure (pores de 5 à 10 Angströms). La différence entre PDB et LDPE est liée au support analysé. En effet, dans le cas des PDB, l'eau contenue dans la poche est échantillonnée puis analysée

<sup>2</sup> 1 Å (ångström) = 0,1 nm ; 5 Å = 0,5 nm ; 10 Å = 1 nm

tandis que dans le cas des membranes de LDPE, les composés sorbés (adsorbés et absorbés) sur la membrane sont analysés (Charrasse, 2013).

L'utilisation de membrane LDPE permet de diminuer drastiquement les limites de quantification pour les composés les plus apolaires (HAP, LQ proche du pg/L). L'échantillonneur LDPE a été utilisé dans le cadre de ce projet à titre exploratoire. Pour déterminer les concentrations dans l'eau porale, il est nécessaire de connaître des coefficients de partage entre la membrane LDPE et l'eau. Dans le cas présent, seuls les HAP ont été quantifiés. Le principe de fonctionnement, la méthodologie et la validation de la technique sont présentés en Annexe 7.

Les membranes de dialyses utilisées ont un seuil de coupure 2 fois plus grand que celui des PDB et des LDPE ( $\approx 20 \text{ \AA}$  soit 2 nm). Au regard de la Figure 57, les membranes de dialyse laisseraient passer les contaminants liés aux composés organiques (peptides, fulviques et humiques) et inorganiques (oxyhydroxydes de fer, SiO<sub>2</sub> amorphe).

Selon le laboratoire AGROLAB Group, les échantillons n'ont pas été filtrés, mais comme indiqué au tableau précédent, laissés à décanter pendant 24 heures. Ainsi l'INERIS a considéré que les prélèvements réalisés avec la pompe PP36-LF étaient représentatifs de la concentration totale en contaminants (dissous et colloïdale/particulaire) (cf. Figure 57).

Les échantillons prélevés avec la pompe PP36-LF ont permis également de quantifier le carbone organique dissous (COD). En effet, selon plusieurs auteurs, le COD pourrait jouer un rôle dans le transport des contaminants organiques (Mackay et Gschwend 2001 ; Michel, 2009 ; Charrasse, 2013). Toutefois la mesure du COD est un indice global, représentatif de l'ensemble des composés organiques.

Dans un premier temps, la Figure 59 présente un fractionnement des contaminants analysés selon les différents outils de prélèvement (PDB, membrane de dialyse et pompe PP36-LF) sur 3 niveaux de la colonne d'eau, pour la campagne de juin 2015 au droit de l'ouvrage PzK (membranes LDPE non employées lors de cette campagne).

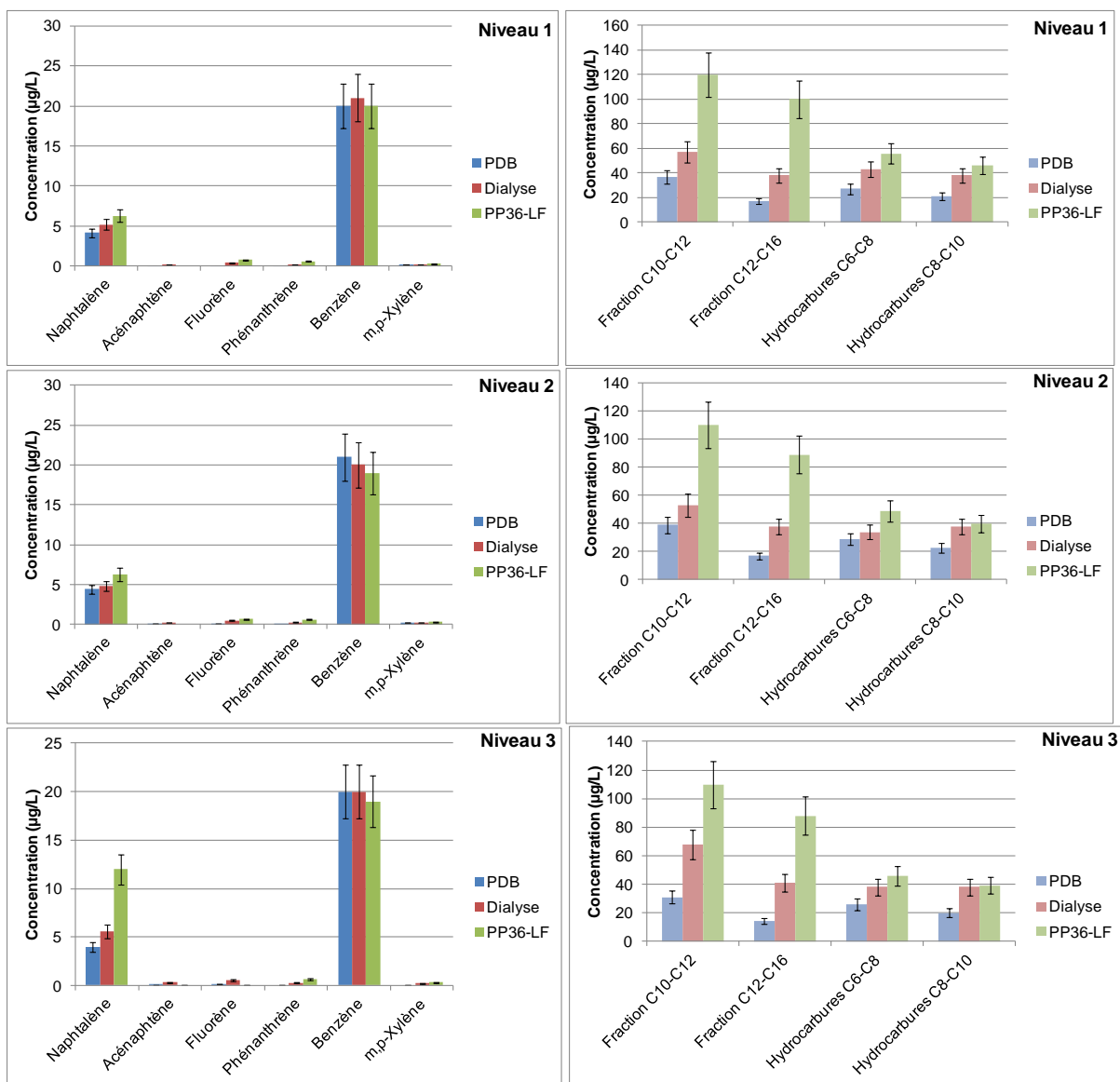


Figure 59 : Concentration des composés (HAP, BTEX, fractions d'hydrocarbures) selon les différentes méthodes de prélèvements

Au vu des résultats présentés, exception faite pour la famille des BTEX, les concentrations mesurées augmentent selon le seuil de coupure des différents outils. En effet, les PDB, avec un seuil de coupure de 5 à 10 Å conduisent aux concentrations les plus faibles, les teneurs augmentent par la suite avec les membranes de dialyses ( $\approx 20$  Å) et la pompe PP36-LF, quel que soit le niveau de prélèvement considéré.

Afin de mettre en avant le fractionnement des concentrations en composés selon les seuils de coupures des différents outils, les concentrations ont été exprimées ci-après en pourcentages par gammes de seuils de coupure comme suivants :

$$\text{Pourcentage entre 0 et } 10 \text{ \AA} = \frac{[PP36-LF] - [PDB]}{[PP36-LF]} \times 100 \text{ (Eq. A)}$$

$$\text{Pourcentage entre 10 et } 20 \text{ \AA} = \frac{[PP36-LF] - ([Dialyse] - [PDB])}{[PP36-LF]} \times 100 \text{ (Eq. B)}$$

$$\text{Pourcentage} > 20 \text{ \AA}^3 = \frac{[PP36-LF] - ([Dialyse] + [PDB])}{[PP36-LF]} \times 100 \text{ (Eq. C)}$$

La Figure 60 met en perspective les précédentes équations en lien avec le domaine de prélèvement (limite physique de l'outil) des PDB, membrane de dialyse et pompe PP36.

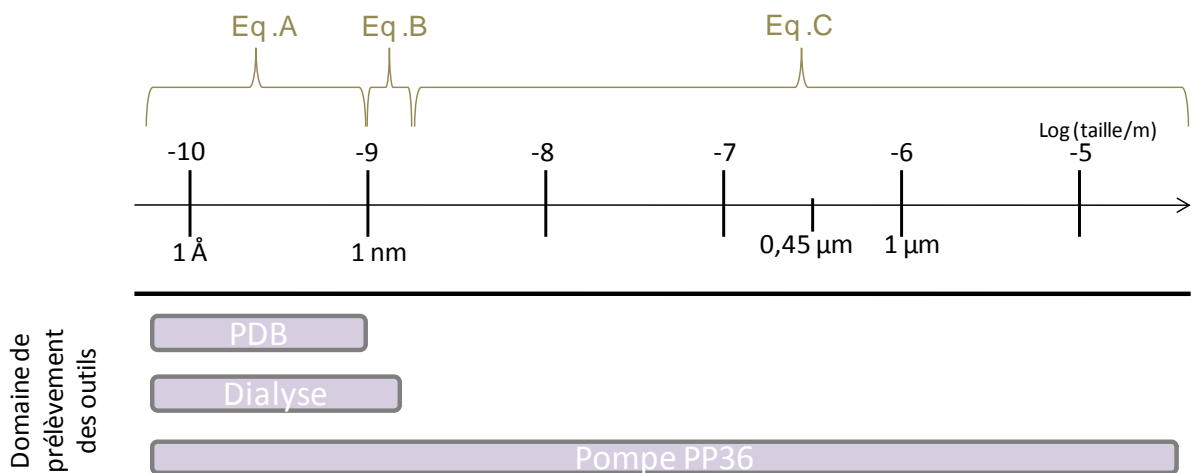


Figure 60 : Domaine de prélèvement (limite physique de l'outil) des PDB, membrane de dialyse et pompe PP36 en lien avec le calcul des pourcentages pour chaque fraction (Eq.A, Eq. B, Eq. C)

<sup>3</sup> Les échantillons prélevés à partir de la pompe PP36-LF n'ont pas été filtrés mais décantés. La taille maximale des molécules présentes dans cet échantillon n'est donc pas connue.

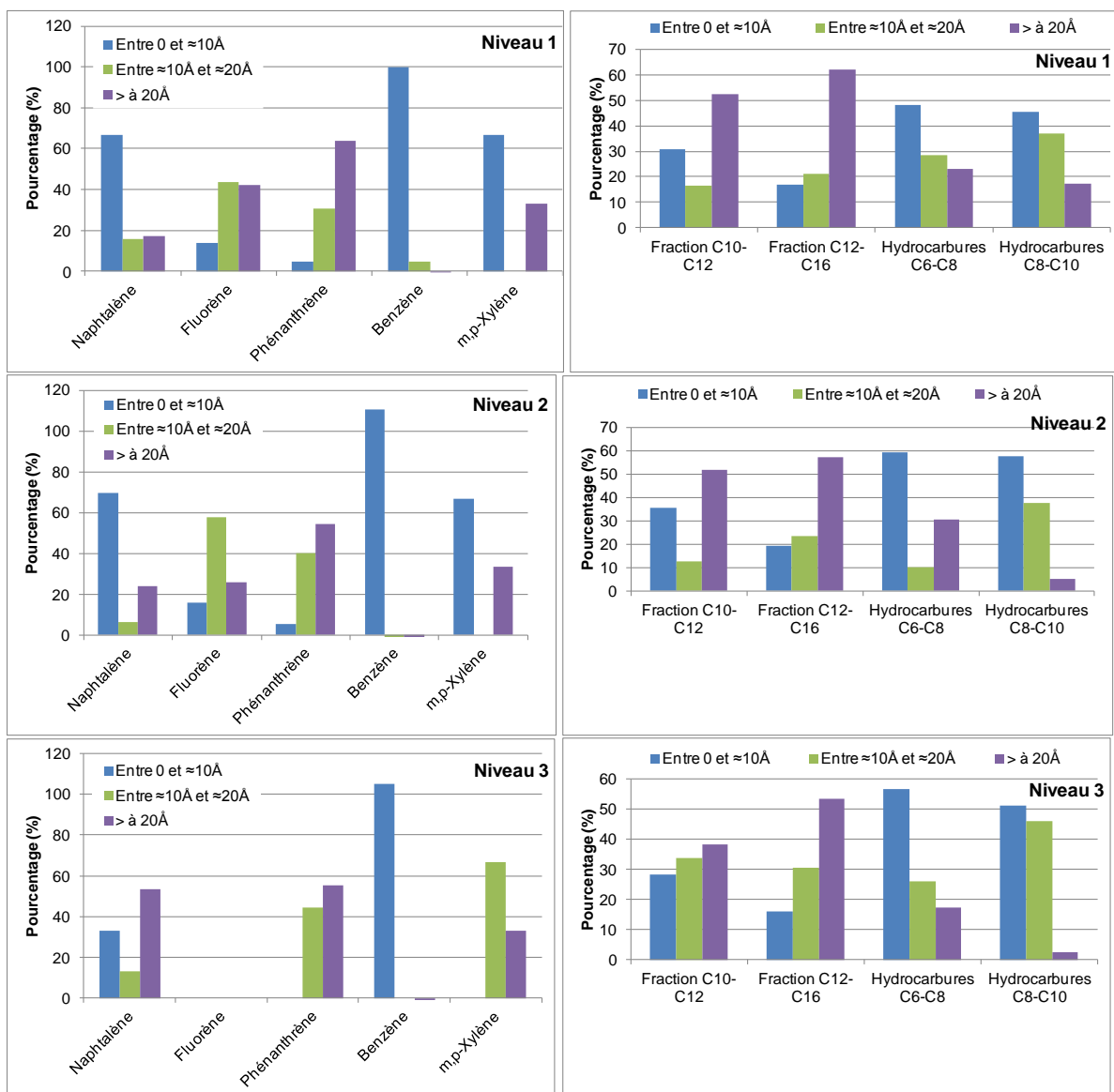


Figure 61 : Pourcentage de la concentration en composés selon les seuils de coupures des différents outils utilisés

A partir de cette illustration (Figure 61), les tendances suivantes peuvent être observées :

- Pour les BTEX quantifiés : la concentration en benzène serait essentiellement associée à la présence de benzène dissous (fraction compris entre 0 et 10 Å). Le *m,p*-xylène pour 2 niveaux serait présent à plus de 60% à l'état dissous fraction compris entre 0 et 10 Å ;
- Pour les HAP quantifiés : le naphthalène, composé le plus léger et le moins apolaire des 16 HAP, serait à l'état dissous à 65% dans les niveaux 1 et 2 et à 35% dans le niveau 3. Au regard des 3 HAP suivis, plus le composé est apolaire ( $\text{LogK}_{\text{ow}}\text{-naphthalène} < \text{LogK}_{\text{ow}}\text{-phénanthrène} < \text{LogK}_{\text{ow}}\text{-fluorène}$ ), plus le pourcentage de la fraction dissoute diminue ;
- Pour les fractions d'hydrocarbures : le pourcentage des concentrations en contaminants associés à des colloïdes (>10 Å) augmente également avec le nombre croissant de carbones présents dans les différentes fractions

d'hydrocarbures. Par ailleurs, le pourcentage des concentrations en contaminants non associés à des colloïdes (<10 Å), pour les fractions >C6-C8, >C10-C12 et >C12-C16, varie respectivement entre 48 et 60%, entre 28 et 35% et entre 17 et 20% (cf. en bleu sur illustration qui précède).

La Figure 62 présente la proportion de composés (HAP et BTEX) à l'état dissous en fonction du  $\text{LogK}_{\text{ow}}$  des composés (substances pour lesquelles les valeurs  $\text{LogK}_{\text{ow}}$  sont disponibles). Ces données sont issues des prélèvements réalisés lors de la campagne de février 2015 par les PDB et les membranes de LDPE en considérant les valeurs également obtenues par la pompe PP36-LF comme les concentrations totales en composés (dissous + colloïdale/particulaire) (cf. Eq A précédente).

En ce qui concerne les PDB, les données issues de la campagne de juin 2015 ont également été ajoutées afin de confirmer les tendances observées entre les différentes campagnes (LDPE non employées pour cette campagne).

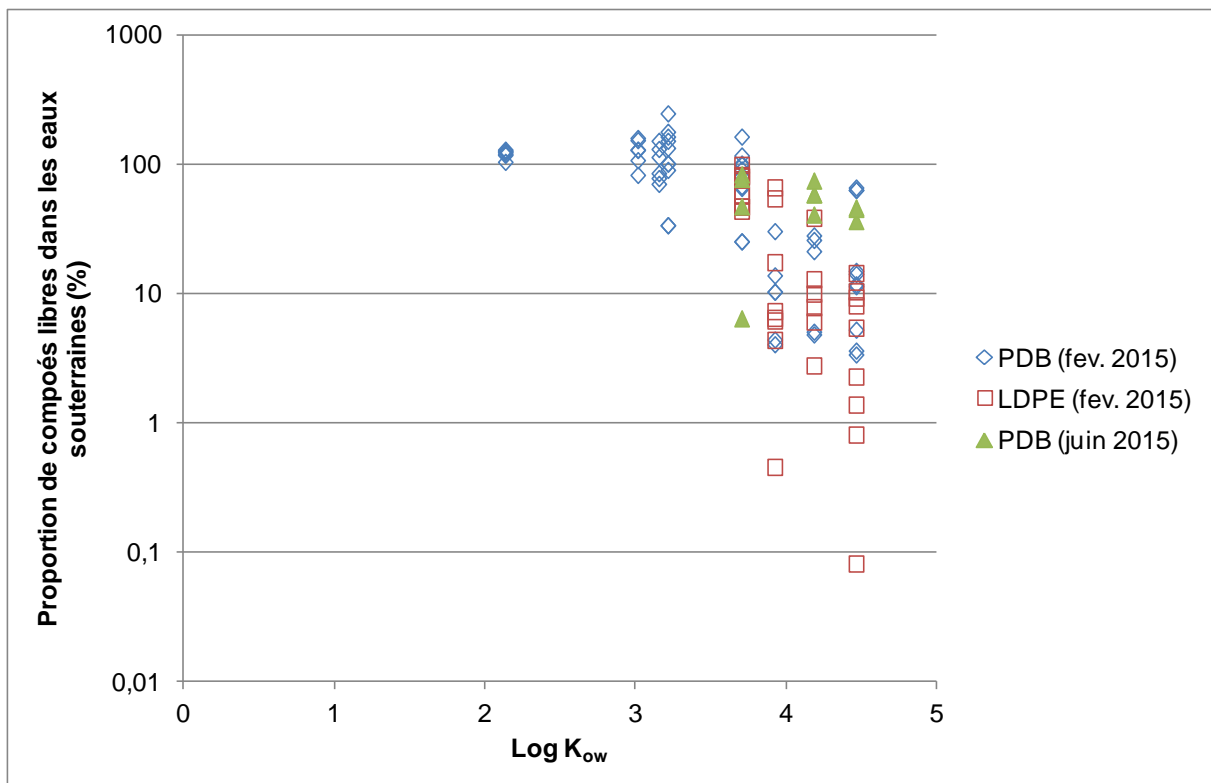


Figure 62 : Proportion (%) de composés libres (dissous, <1 nm) dans les eaux souterraines en fonction du  $\text{LogK}_{\text{ow}}$  des composés<sup>4</sup>

Pour un même composé (une valeur en abscisse), les proportions en phases dissoutes (libres) varient. Le domaine de variation des composés inférieur à 1 nm (libres/dissous) s'étend de 0,1 à plus de 100%. Les valeurs dépassant le seuil de 100% sont certainement liées aux incertitudes associées à leur quantification par le laboratoire d'analyse.

<sup>4</sup>  $\text{LogK}_{\text{ow}}$ -Benzène = 2,13;  $\text{LogK}_{\text{ow}}$ - Ethylbenzène = 3,15 ;  $\text{LogK}_{\text{ow}}$ -m,p-Xylène = 3,21;  $\text{LogK}_{\text{ow}}$ -o-Xylène = 3,01;  $\text{LogK}_{\text{ow}}$ -Naphthalène = 3,7 ;  $\text{LogK}_{\text{ow}}$ -Acénaphthène = 3,92  $\text{LogK}_{\text{ow}}$ -Fluorène = 4,18 ;  $\text{LogK}_{\text{ow}}$ -Phénanthrène = 4,46



Il est également possible d'observer pour un même composé (une même valeur de  $\text{LogK}_{ow}$ ), une variation importante de la proportion libre (exemple pour le phénanthrène, de 0,08 à 45% dissous). Cette variation intersubstances est certainement liée :

- Aux incertitudes associées aux prélèvements et à l'analyse des composés ;
- A la présence de colloïdes/particules de différentes natures (cf. Figure 57) ;
- Aux concentrations des colloïdes/particules présents.

En effet, il est possible de faire l'hypothèse que plus la concentration de colloïdes/particules est élevée plus les surfaces spécifiques et ainsi de sorption sont élevées entraînant une augmentation de la fraction liée (site de sorption disponible).

Outre ces aspects difficilement quantifiables, il est possible d'observer un seuil pour lequel les composés avec des valeurs de  $\text{LogK}_{ow}$  supérieures admettraient un transport colloïdal/particulaire. Ce seuil serait compris entre le  $\text{logK}_{ow}$  de 3,7 (naphtalène) et 3,92 (acénaphtène). A partir du  $\text{logK}_{ow}$  de 3,92, plus de 90% des résultats sont inférieurs à 80% de composés libres. De même, il est possible d'observer que plus les composés ont un  $\text{logK}_{ow}$  élevé, plus le taux de composés libres (à l'état dissous) diminue.

#### 9.4.1.3 SYNTHÈSE TRANSPORT COLLOÏDAL/PARTICULAIRE

La confrontation des concentrations mesurées par les différents outils a permis de mettre en évidence :

- La présence d'un transport colloïdal spécialement pour les composés avec un  $\text{logK}_{ow} \geq 3,92$ . Les fractions d'hydrocarbures (>C10-C12 et >C12-C16) seraient également transportées à plus de 50% par des colloïdes/particules ;
- Les différents outils de prélèvement (PDB, membranes LDPE, membrane de dialyse, PP36-LF) présentent des informations similaires pour les BTEX et les fractions >C6-C10 (composés présents majoritairement à l'état dissous). Les écarts constatés, d'une part, entre PDB, membranes LDPE, membranes de dialyse et, d'autre part, entre échantillonneurs de type PP36-LF, échantillonneur pneumatique, pompe Gigant, pompe Péristaltique, Bailer, Hydrasleeve™ pour les HAP et les fractions d'hydrocarbures >C10-C16 (sections 9.1.1 et 9.2.1) pourraient donc être attribués à l'existence d'un transport colloïdal/particulaire, préférentiellement de type organique. En effet, dans tous les prélèvements, il a été mis en évidence des teneurs en COD non négligeables, comprises entre 0,5 à 12 mg/L (résultats non présentés).

#### 9.4.2 INFLUENCE DES FLUX VERTICAUX SUR LA STRATIFICATION DU PANACHE

Comme mentionné précédemment, au niveau d'un piézomètre, la présence de flux verticaux peut être liée à des écarts de température, à la diffusion moléculaire au sein de la colonne d'eau, ou encore à l'hétérogénéité de l'aquifère et en particulier à des différences de perméabilités entre horizons recoupés par le forage.

Les instabilités thermiques dans l'ouvrage provoquent le mélange en raison de la création de cellules de convection. Un état thermiquement instable est défini comme une augmentation de la température de l'eau avec la profondeur. Un écart de température de 0,01-0,03°C sur 1 m peut être suffisant pour induire un mélange de la colonne d'eau dans une période de temps relativement court selon Martin-Hayden et Britt (2006). La convection de par les instabilités thermiques peut être responsable de flux sur plus de 20 m (hauteur de colonne d'eau) (Salem *et al.* 2004 ; Ferguson *et al.*, 2003).

Une expérience au cours de laquelle un colorant liquide plus dense que l'eau a été ajouté dans la partie supérieure d'une colonne d'eau de 40 cm de longueur, montre le mélange complet en moins de 5 minutes (Martin-Hayden and Britt, 2006). Ce phénomène est analogue à celui du refroidissement de la couche supérieure de la colonne d'eau d'un ouvrage. En effet, l'eau plus froide et donc plus dense, se comportera comme le colorant injecté dans l'essai, ce qui se traduira par une phase d'eau plongeante qui aura pour conséquence une perturbation et une homogénéisation de la qualité de la nappe.

En fonction de la période de l'année, les flux convectifs liés au gradient thermique vont évoluer. Pendant les mois d'hiver, la température du toit de la nappe sera plus froide que les niveaux inférieurs, plus profonds. La couche d'eau plus dense va donc induire des flux verticaux descendants sur l'ensemble de la colonne. Ce phénomène se poursuit jusqu'à l'équilibre des températures entre les différents points de la colonne d'eau. En été, l'eau chaude surplombant une eau plus froide peut entraîner une zone de non-convection, tandis que la convection thermique peut exister dans les parties profondes de l'ouvrage (Martin-Hayden, 2001 ; Martin-Hayden and Britt, 2006). Les premières études ont montré que le gradient de température critique qui initie un flux convectif peut être affecté par une variété de facteurs, y compris par les propriétés du fluide et la taille du piézomètre (Vroblesky *et al.*, 2006). Ainsi, selon Sammel (1968), l'augmentation du diamètre du puits de 5 à 15 cm diminuerait sensiblement le gradient critique nécessaire pour initier la convection. Il en serait de même lorsque la salinité augmente (Vroblesky *et al.*, 2006).

Dans le cadre des actions engagées sur le prélèvement multiniveaux, destinées à comparer les résultats obtenus à partir de différents outils, l'INERIS a souhaité également évaluer l'influence de ces flux. Pour y parvenir, ils ont été mesurés et coupés via le recours à un dispositif développé spécifiquement.

Au niveau de l'ouvrage, à noter que les flux verticaux sont de deux types, il peut s'agir de flux :

- Internes au tubage ;
- Au sein du massif filtrant introduit pour équiper le forage en piézomètre (espace annulaire).

Les travaux décrits ci-après concernent les flux internes. En effet, de nos jours, la technique la plus efficace pour assurer l'absence de flux au sein du massif filtrant consiste à réaliser des piézomètres en flûte de pan. Compte-tenu du coût associé et du fait que ce type d'ouvrage est peu répandu, de l'ambition de conserver une démarche appliquée à la réalité de ce qui existe actuellement en terme d'ouvrage, aucun dispositif de ce type n'a été employé dans le cadre de ce projet.

#### 9.4.2.1 MESURE DES FLUX VERTICAUX AU COURS DU TEMPS SUR PLUSIEURS PIEZOMETRES

La mesure des flux verticaux a été réalisée à l'aide de la sonde « Heat-Pulse Flowmeter » sur 3 campagnes, en août 2014, en janvier 2015 et en juin 2015 (avant la réalisation des campagnes de prélèvements décrites précédemment en détails).

La Figure 63, la Figure 64 et la Figure 65 présentent des mesures de flux verticaux, respectivement au droit du PzB, PzH et PzJ lors des 3 campagnes indiquées ci-dessus (cf. Tableau 3).

La lithologie observée lors de la réalisation des forages est indiquée sur ces illustrations.

Les flux positifs mettent en évidence des flux verticaux ascendants et les flux négatifs des flux verticaux descendants.

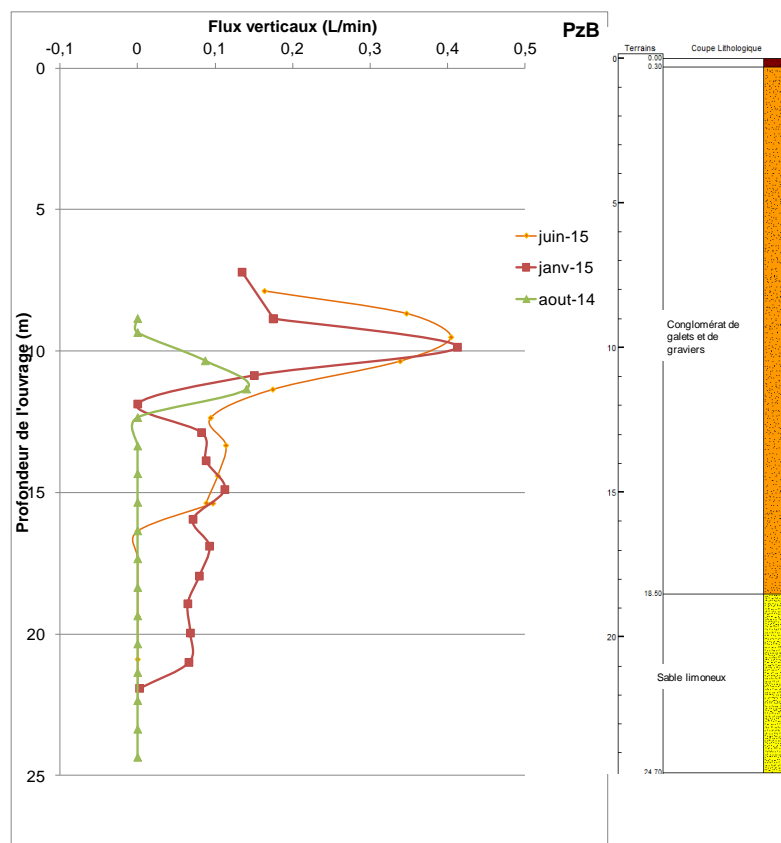


Figure 63 : Flux verticaux mesurés en août 2014, janvier et juin 2015 au droit du PzB, et coupe lithologique (données semi-quantitatives)

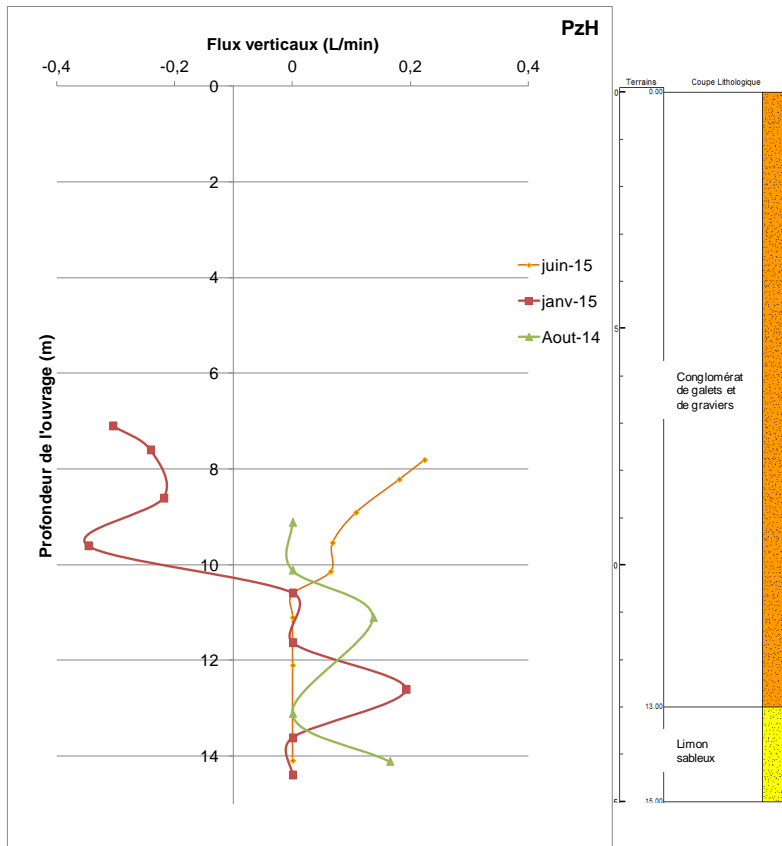


Figure 64 : Flux verticaux mesurés en août 2014, janvier et juin 2015 au droit du PzH et coupe lithologique (données semi-quantitatives)

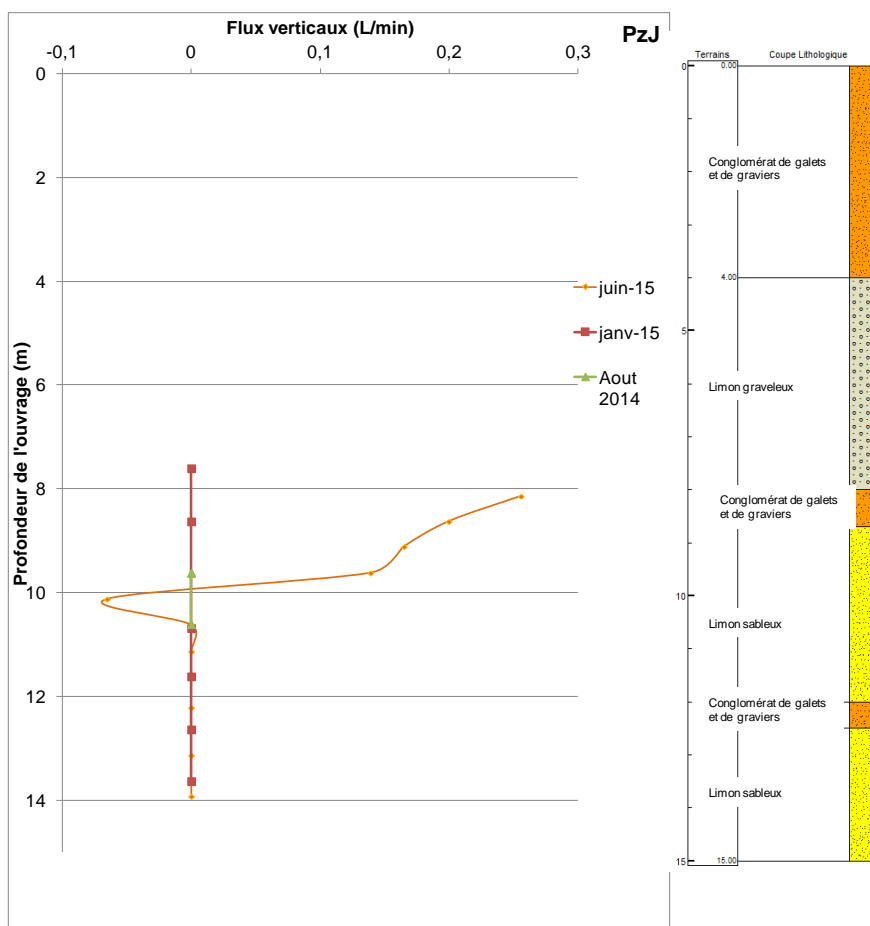


Figure 65 : Flux verticaux mesurés en août 2014, janvier et juin 2015 au droit du PzJ et coupe lithologique (données semi-quantitatives)

Les résultats ci-dessus montrent que les flux verticaux varient au cours de l'année. Les variations observées selon les campagnes de mesures sont différentes d'un piézomètre à un autre. En effet, au droit du PzH, lors des campagnes d'août 2014 et de juin 2015, les flux sont principalement ascendants et en février 2015, les flux verticaux dans les 4 premiers mètres sont descendants. Les flux descendants observés lors de cette campagne seraient potentiellement liés à un refroidissement du toit de la nappe qui plongerait dans l'ouvrage (eau plus dense). Cependant, ces observations n'ont pas été relevées au droit du PzB et du PzJ pour la même période. Au droit du PzB, des flux ascendants ont été mis en exergue lors des 3 campagnes. Au droit du PzJ, seule la campagne de mesure de juin 2015 met en évidence la présence de flux ascendant, les flux étant inférieurs aux limites de détection de l'appareil lors des 2 autres campagnes. D'une façon plus générale, les flux verticaux varient de +0,41 mL/min (janvier, PzB) à - 0,34 mL/min (janvier, PzH) ((données semi-quantitatives).

Ainsi, sur le site étudié, des flux verticaux ont été mis en évidence. Toutefois, des variations ont pu être constatées :

- Sur un même piézomètre pour plusieurs campagnes ;
- Entre différents piézomètres pour une même campagne.

#### 9.4.2.2 INFLUENCE DES FLUX VERTICAUX SUR L'ÉCHANTILLONNAGE

Afin d'évaluer l'influence des flux verticaux sur la mesure, l'échantillonnage, un dispositif permettant de couper ces flux dans l'ouvrage a été mis en place par l'INERIS. Le dispositif « MLPS » pour Multi-Level Passive Sampler peut être considéré comme un support permettant de couper les flux verticaux tout en permettant de mettre en place des échantillonneurs passifs à l'équilibre ou intégratif à différents niveaux.

Le système MLPS a été équipé par des PDB lors des campagnes de février et de juin 2015 (cf. Figure 66).

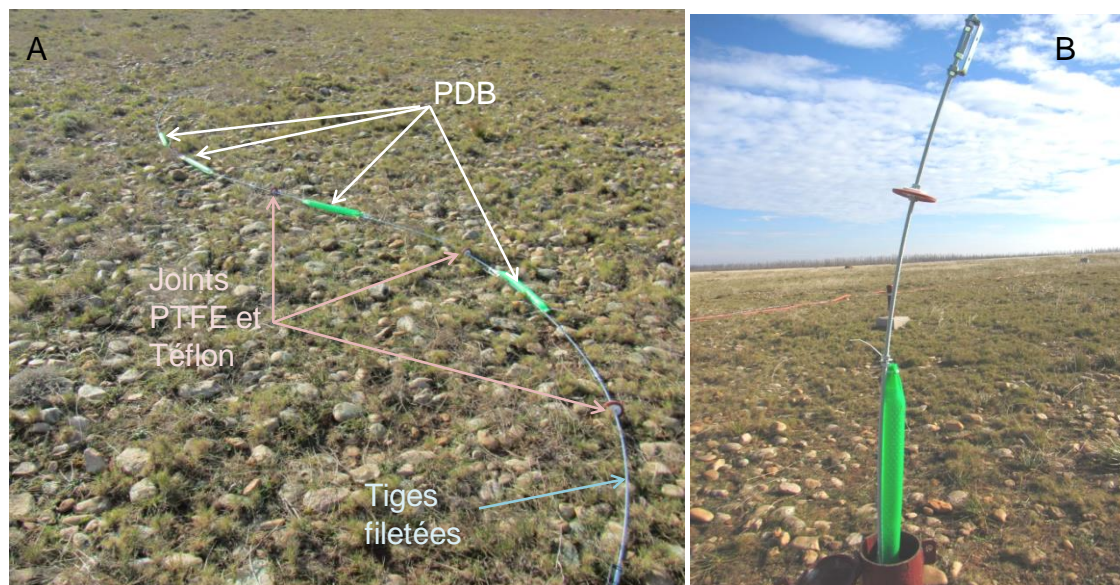


Figure 66 : Description du dispositif MLPS équipé par des PDB (A). Mise en place du dispositif dans un ouvrage de 2,5 pouces (B)

La démarche de comparaison spécifique ici envisagée consistait à étudier la relation entre la présence de flux verticaux et les concentrations obtenues à partir d'échantillonneurs passifs avec et sans le dispositif MLPS.

Toutefois, entre la récupération des PDB sans MLPS et des PDB sur le MLPS, plus de 3 semaines se sont écoulées (lié au temps d'équilibre, de mise en place et retrait). Les concentrations sans et sur support ne peuvent donc être comparées *sensus stricto*. Ainsi, dans la suite du document, les concentrations observées à différentes profondeurs de la colonne d'eau à partir de ces différents outils seront discutées qualitativement.

Les substances suivies ont été de nouveau les BTEX, HAP et les différentes fractions d'hydrocarbures, mais au regard des données acquises et pour faciliter la discussion, le naphthalène a été considéré comme traceur de la pollution verticale. Les données sont présentées par ouvrage en intégrant dans certains cas les 2 campagnes de mesures (cas du PzH).

## Piézomètre PzB

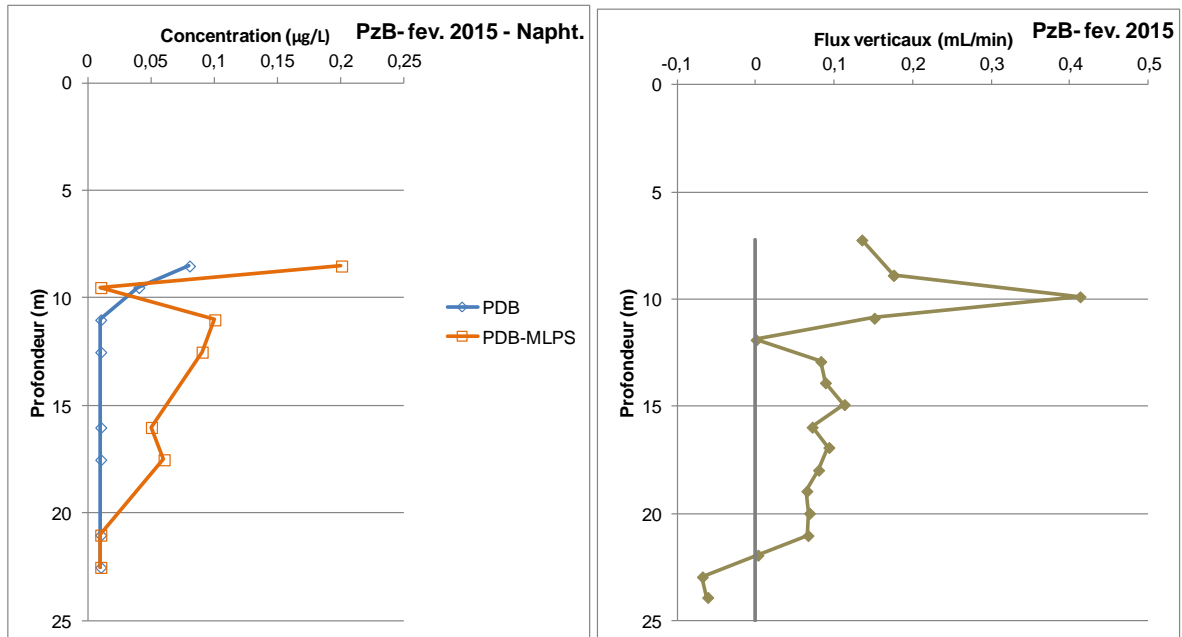


Figure 67 : Concentrations verticales en naphtalène au droit du PzB et flux verticaux associés. PDB = passifs sans support, PDB-MLPS = PDB sur support MLPS

Avec les PDB sans support, les concentrations diminuent rapidement avec la profondeur et sont égales à la LQ du laboratoire à partir de 11 m de profondeur. Les concentrations obtenues par les PDB sur le support MLPS fluctuent largement selon les niveaux considérés. La valeur la plus élevée est obtenue sur le 1<sup>er</sup> PDB puis diminue sur le 2<sup>ème</sup> (LQ) avant d'augmenter de nouveau sur le 3<sup>ème</sup> PDB et *in fine* de diminuer progressivement avec la profondeur.

Par ailleurs, au regard de la position des PDB sur 8 niveaux, il est possible de constater que lorsque les flux verticaux augmentent, les concentrations retrouvées dans les PDB sont plus faibles et inversement. La relation entre les résultats obtenus par les PDB sans et sur support en lien avec les flux verticaux mesurés est toutefois difficilement généralisable comme indiqué par la suite. Cependant, sur cet ouvrage « long », les différences observées sont significatives entre les deux méthodes, PDB utilisés avec ou sans le support MLPS.

## Piézomètre PzH

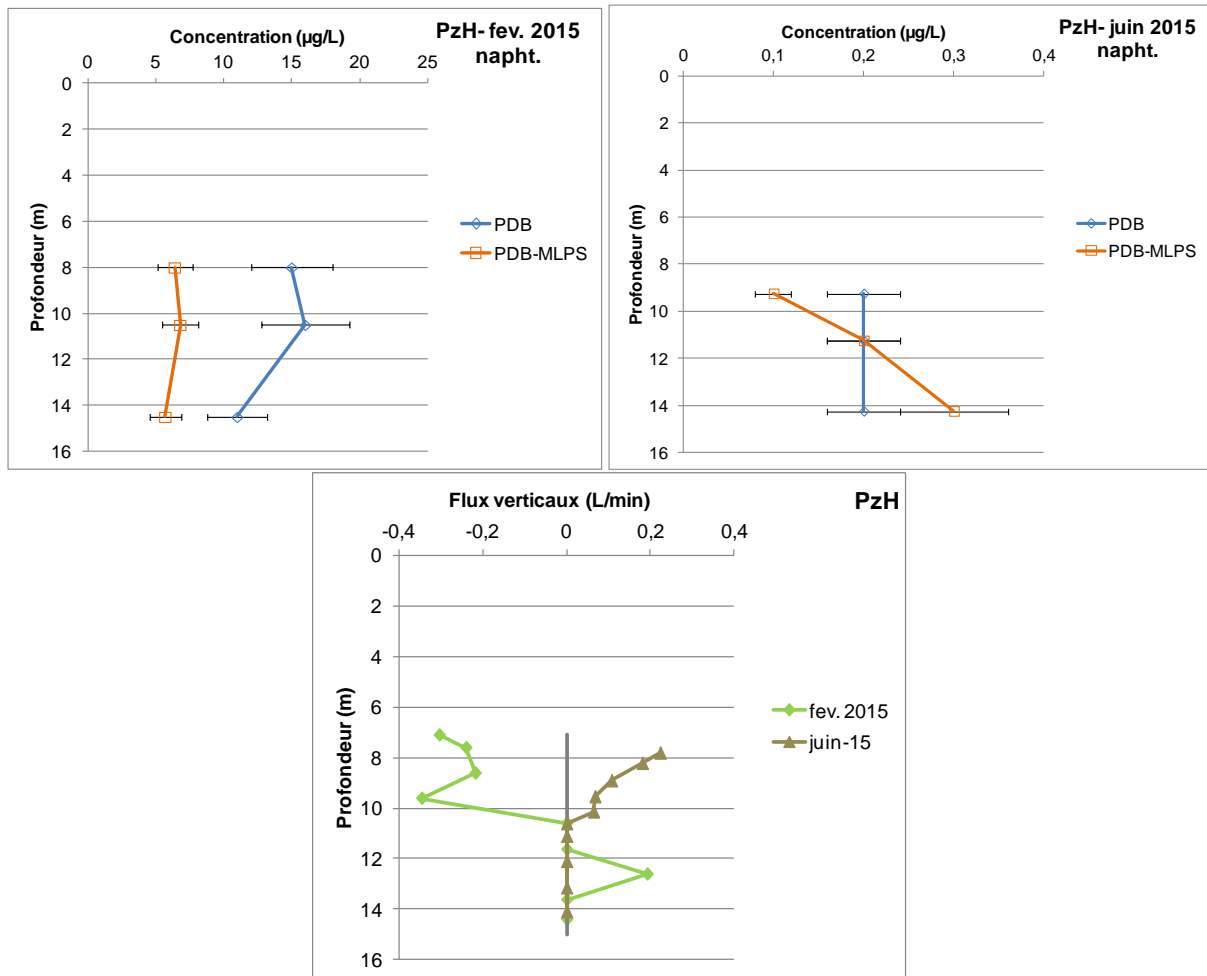


Figure 68 : Concentrations verticales en naphtalène au droit du PzH et flux verticaux associés. PDB = passifs sans support, PDB-MLPS = PDB sur support MLPS

En février 2015, les concentrations retrouvées sont homogènes sur toute la colonne d'eau que ce soit pour les PDB sur ou sans le support MPLS. La présence de flux verticaux descendant (entre 7 et 11m) et ascendant (entre 11 et 13 m) est également à souligner pour cette période. Au regard de ces résultats, plusieurs hypothèses peuvent être formulées pouvant expliquer l'homogénéité des concentrations retrouvées aux différents niveaux de la colonne d'eau quel que soit la méthode employée. L'homogénéisation de la colonne d'eau pourrait être attribuée :

- A la profondeur (localisation) du terme source ;
- A l'expansion verticale du panache au cours de sa migration (dispersivité verticale) ;
- A l'outil MLPS qui n'a pas permis de couper suffisamment les flux verticaux (ouvrage de 6 pouces) ;
- Aux flux verticaux dans l'espace annulaire.



La Figure 69 met en perspective la profondeur du terme source en fonction des niveaux piézométriques et des différents niveaux de prélèvement réalisés sur 3 ouvrages (PzB, PzH, PzJ pour la campagne de février 2015).

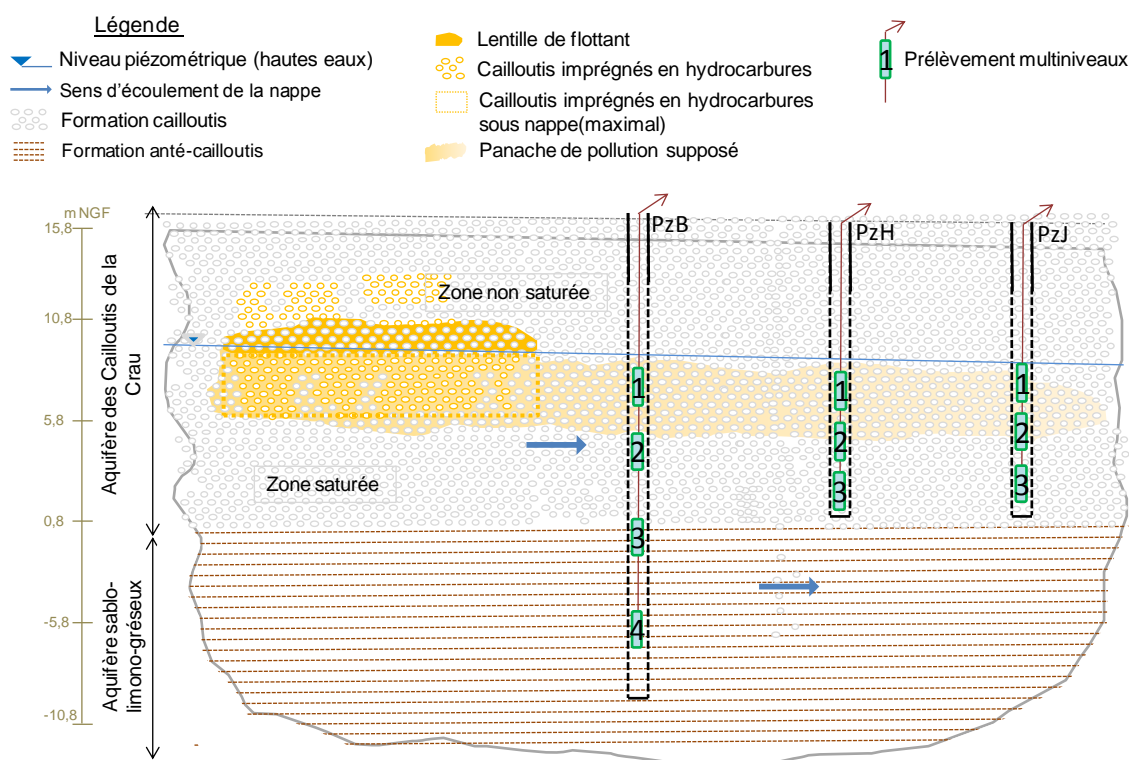


Figure 69 : Représentation schématique du terme source (flottant), du panache associé (horizontal au sens d'écoulement de la nappe) et des zones de prélèvements réalisés (plusieurs niveaux) au droit des ouvrages PzB, PzH et PzJ en février 2015 (proportions respectées dans l'axe vertical)

Avec l'hypothèse d'un panache dont l'extension verticale reste limitée (de l'ordre de 5 m), les prélèvements réalisés aux niveaux 1 et 2 pourraient potentiellement recouper le panache. Ceci expliquerait des concentrations similaires entre ces deux niveaux. Cependant, le niveau 3 apparaît hors influence. Cette représentation reste très schématique mais permet de mettre en perspective les niveaux de prélèvements et le terme source (cailloutis imprégnés en hydrocarbures + flottants, cf. rapport INERIS, 2016). L'hypothèse de l'influence de la localisation du terme source peut être écartée.

Pour ce qui concerne l'efficacité du dispositif MLPS en lui-même, en juin 2015 sur le même ouvrage, les flux verticaux sont nuls entre 15 m et 11 m (inférieurs à la limite de détection du dispositif de 0,1 L/min) et ils sont ensuite ascendant jusqu'au toit de la nappe. Les concentrations mesurées avec les PDB sur le MLPS augmentent avec la profondeur de l'ouvrage, contrairement aux observations faites avec les PDB sans supports, qui présentent des concentrations homogènes aux différents niveaux de prélèvement. Au regard de ces valeurs, l'hypothèse que l'outil ne permet pas de couper les flux verticaux peut également être écartée.

Compte-tenu de ces observations par rapports aux hypothèses formulés précédemment, l'homogénéisation de la colonne dans l'ouvrage pourrait être attribuée à la présence de flux verticaux au sein de l'espace annulaire et/ou à l'expansion verticale du panache dans la nappe.

A noter toutefois que ces éléments concernent des gammes de concentrations proches de la LQ.

### Piézomètre Pzl

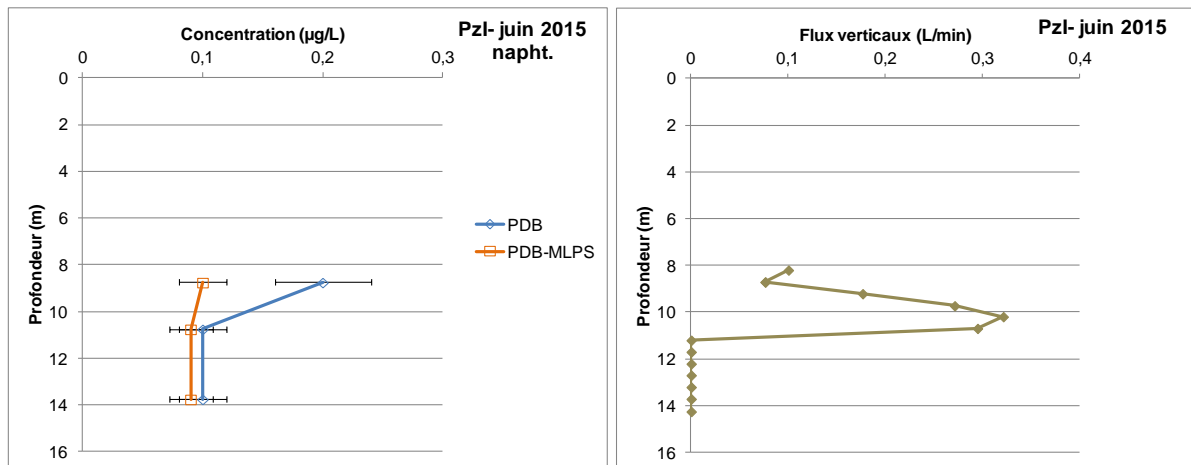


Figure 70 : Concentrations verticales en naphthalène au droit du Pzl et flux verticaux associés. PDB = passifs sans support, PDB-MLPS = PDB sur support MLPS

Les tendances observées par les PDB avec ou sans l'outil MPLS au droit du Pzl sont similaires bien qu'une augmentation de la concentration en naphthalène ait été mise en évidence par les PDB sans l'outil MLPS au niveau 1. De même que pour l'ouvrage précédent, l'homogénéisation constatée dans l'ouvrage pourrait être liée à des flux verticaux dans l'espace annulaire de l'ouvrage et/ou dans le massif en amont hydraulique.

## Piézomètre PzJ

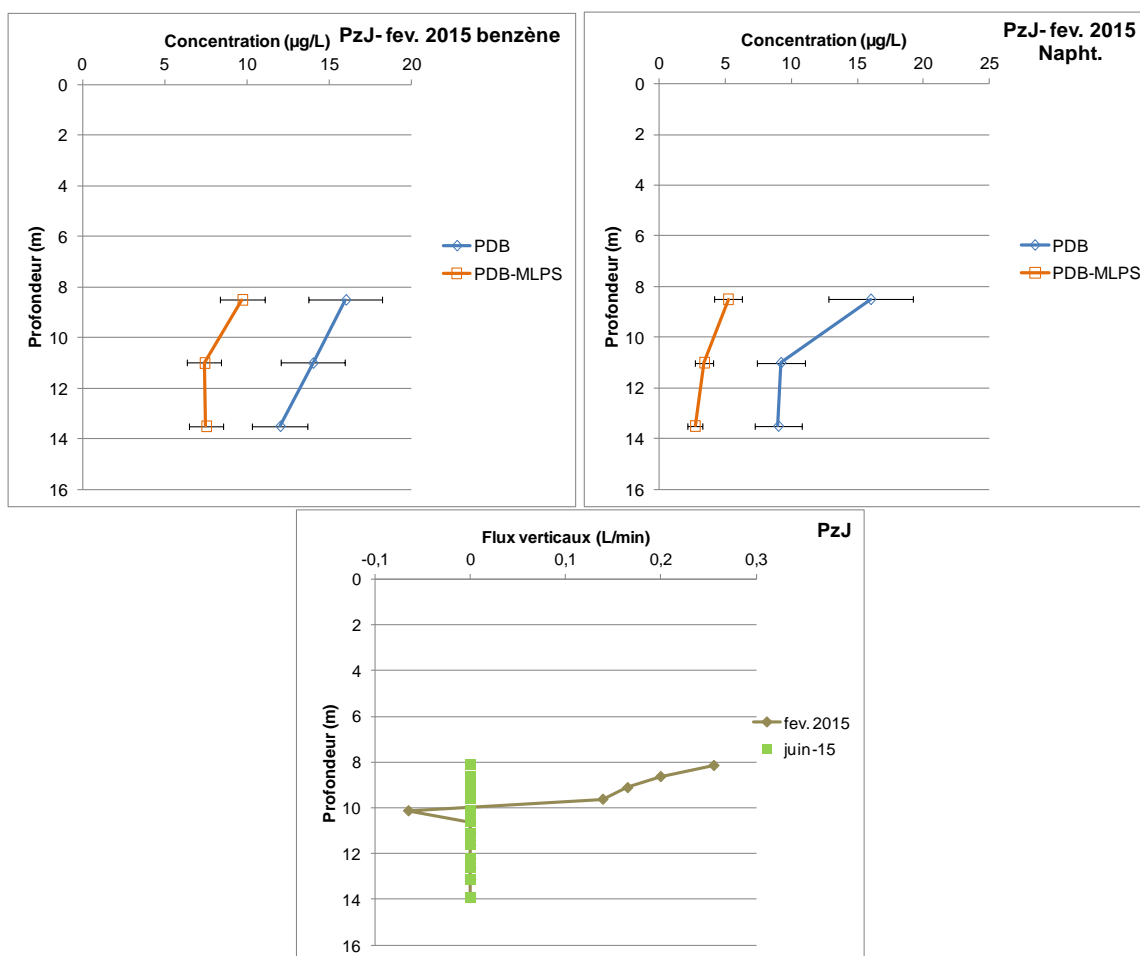


Figure 71 : Concentrations verticales en naphtalène au droit du PzJ et flux verticaux associés. PDB = passifs sans support, PDB-MLPS = PDB sur support MLPS

De même que pour l'ouvrage PzI, les tendances observées au sein de PzJ sont identiques que ce soit avec ou sans le support MLPS en février comme en juin 2015. Il est à noter que lors de ces campagnes, les flux verticaux mesurés sont différents. En effet, en février 2015, les flux sont nuls (inférieurs à la limite de détection du dispositif) et en juin 2015, les flux verticaux sont ascendants entre 8 et 9,5 m, descendant à 10 m et nul à 11 m jusqu'au fond de l'ouvrage. L'homogénéisation constatée peut être liée, comme cité précédemment, à la présence de flux verticaux présents dans l'espace annulaire de l'ouvrage et/ou dans le massif en amont hydraulique.

## Piézomètre PzK

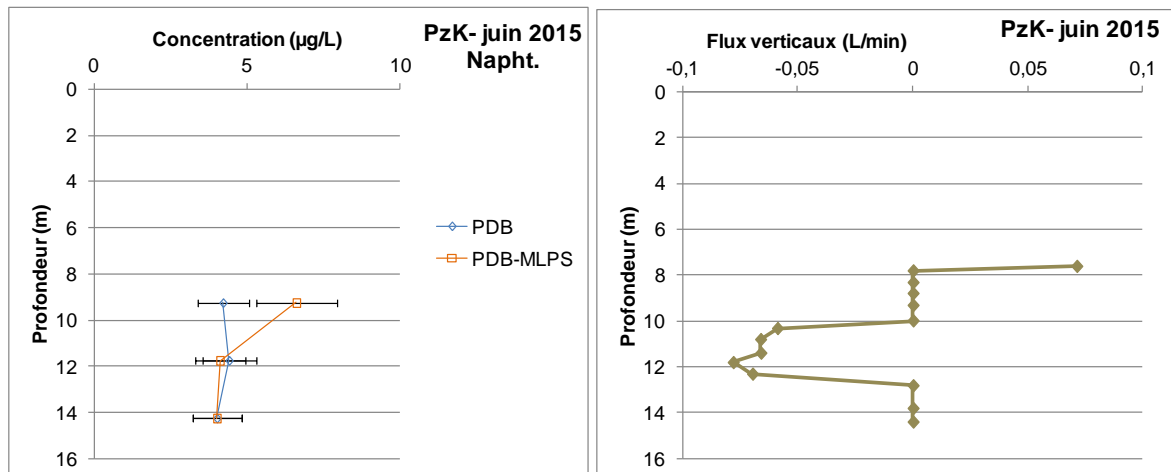


Figure 72 : Concentrations verticales en naphthalène au droit du PzK et flux verticaux associés. PDB = passifs sans support, PDB-MLPS = PDB sur support MLPS

De même que pour les piézomètres PzJ et PzI, les tendances observées (concentrations en naphthalène selon plusieurs niveaux de prélèvement) au droit du PzK sont similaires que ce soit avec ou sans le support MLPS.

### 9.4.2.3 SYNTHÈSE SUR L'INFLUENCE DES FLUX VERTICAUX SUR LA STRATIFICATION DU PANACHE

Selon Elci *et al* (2003) les flux verticaux sont présents dans la plupart des sites. Ces observations se sont en effet vérifiées sur le site d'étude. Les 20 mesures de flux verticaux réalisées lors des campagnes de septembre 2014, de février 2015 et de juin 2015, ont mis en évidence la présence de flux dans 75 % des cas (limite de l'outil 0,1 L/min à 4 L/min) (cf. Figure 73). Sur ces 75 %, 40 % des flux verticaux sont ascendants, 20 % descendants et 15 % mixte.

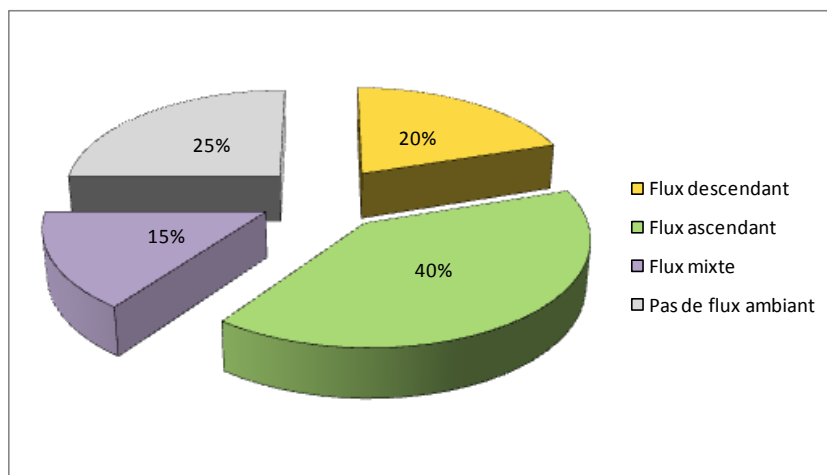


Figure 73 : Répartition des flux verticaux sur 20 mesures (site de la Crau)

Les flux verticaux mesurés étaient compris entre +0,41 mL/min (janvier, PzB) à – 0,34 mL/min (janvier, PzH) (données semi-quantitatives). Des variations saisonnières ont également été mises en exergue (réalisation de plusieurs campagnes à différentes périodes de l'année).

Afin d'étudier l'influence des flux verticaux sur la qualité des prélèvements multiniveaux, l'INERIS, dans le cadre du projet, a développé un outil permettant de couper les flux verticaux aux profondeurs voulues. Cet outil, dénommé MLPS pour Multi-Level-Passive-Sampler, permet entre autres de fixer des échantillonneurs passifs à l'équilibre ou intégratifs. 2 campagnes de prélèvements ont été réalisées et ont permis de comparer (qualitativement) l'influence des flux verticaux sur la mesure (prélèvements sur PDB). L'utilisation de l'outil MLPS avec des PDB a permis de constater que les valeurs mesurées avec ou sans cet outil sont significativement différentes. Selon les quelques cas présentés précédemment, la présence de flux pourrait être responsable des variations observées entre les deux méthodes (sur support ou sans support). Cependant, à ce jour, il n'a pas été possible d'établir de relation entre l'intensité des flux verticaux (variation au droit de la colonne d'eau) et les concentrations observées (stratification). Des simulations numériques, en complément des mesures et des observations de terrain, pourraient aider à déterminer dans quel cas la présence de flux verticaux rend obsolète (homogénéisation de la colonne d'eau) une caractérisation multiniveaux de la nappe.

Dans plusieurs ouvrages (principalement ceux de diamètre de l'ordre de 6 pouces), les concentrations retrouvées par les divers échantillonneurs multiniveaux (cf. section 9.2.1), que ce soit pour les PDB avec ou sans le support MPLS, sont homogènes sur toute la colonne d'eau. Au regard de ces résultats, plusieurs hypothèses ont pu être formulées pour expliquer l'homogénéité des concentrations retrouvées aux différents niveaux quel que soit la méthode employée. Au final, l'homogénéisation constatée ne serait ni liée à la profondeur du terme source, ni au dysfonctionnement du système MLPS mais serait potentiellement induite par :

- L'expansion verticale du panache au cours de sa migration (dispersivité verticale) ;
- Voire la présence de flux verticaux dans l'espace annulaire (cf. Figure 74).

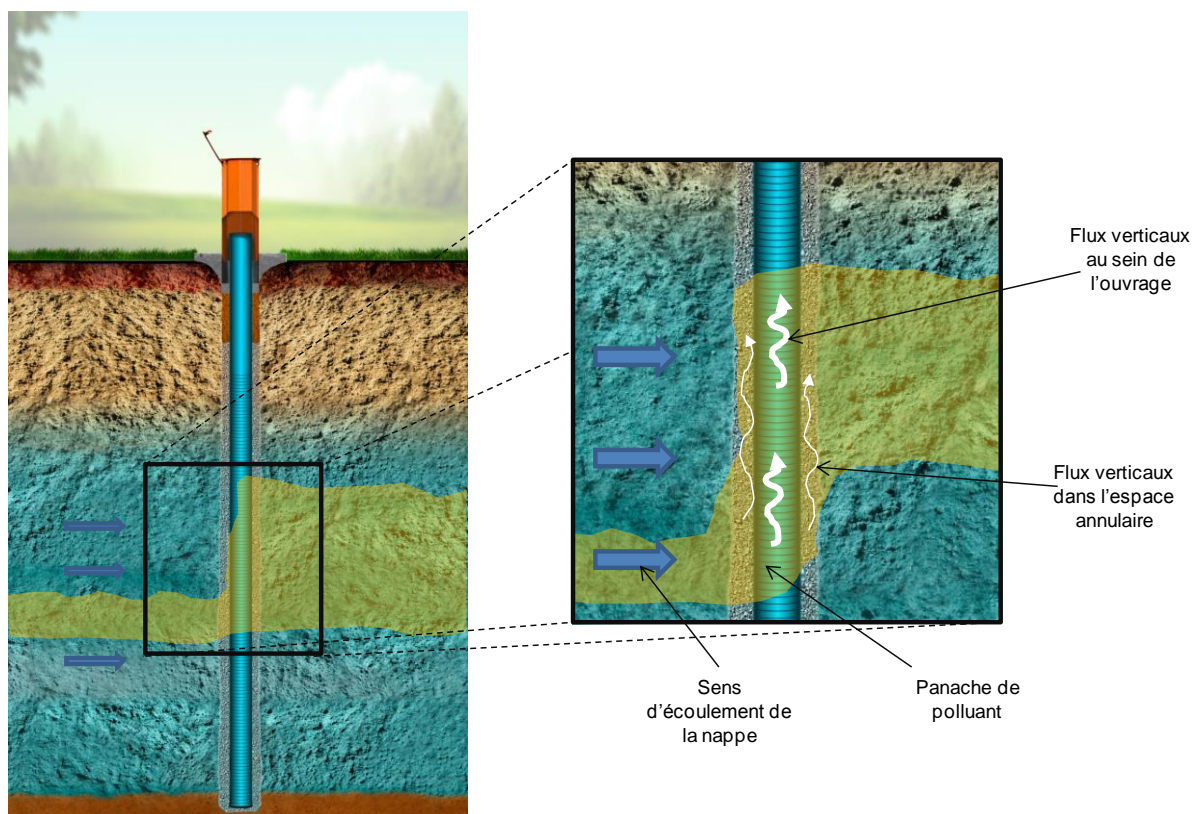


Figure 74 : Représentation schématique de l'influence des flux verticaux sur l'homogénéisation de la colonne d'eau

L'utilisation du système packers sur un plus grand nombre d'ouvrage où les concentrations étaient  $> LQ$  (ici seulement PzB) aurait pu fournir des informations complémentaires pouvant expliquer cette homogénéisation. Malheureusement, dans le cas présent, son usage s'est heurté au diamètre des ouvrages où les teneurs étaient supérieures à la LQ (PzH, PzI par exemple).

Remarque : l'estimation d'une perméabilité dans le cadre de la mise en place d'une barrière de sécurité passive au droit d'une Installation de Stockage des Déchets (ISD non Dangereux, Dangereux), s'appuie généralement sur l'utilisation d'un système sous packers, mais dans un trou nu ou forage ouvert. Ainsi, sans équipements destinés à transformer un forage en piézomètre (massif filtrant notamment), la mise en place de packers permet d'obturer entièrement le forage.

## 10. ASPECT FINANCIER

Pour chacun des outils, les coûts liés au matériel, au temps ingénieur/technicien ou à des prestations extérieures ont été estimés selon une utilisation des dispositifs en mono ou multiniveaux.

Afin de garder une homogénéité avec ce type de bilan économique précédemment réalisé par l'INERIS et en particulier pour le projet METROCAP, le scénario d'une campagne de prélèvement et les coûts liés à la gestion des eaux de purges ont été conservés.

L'estimation effectuée permet donc de comparer les outils de prélèvement en considérant les éléments suivants :

- **Pour un usage en mononiveau** ; il est estimé que deux techniciens<sup>5</sup> peuvent réaliser 5 prélèvements mononiveau par jour (5 piézomètres de 10 m de profondeur environ) sur un site localisé à 50 km de leur bureau ;
- **Pour un usage en multiniveaux** ; il est estimé que deux techniciens<sup>5</sup> peuvent réaliser 3 prélèvements multiniveaux (niveau 1, 2, 3) pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur environ, soit 15 prélèvements sur un site localisé à 50 km de leur bureau.

Les frais liés à l'analyse et à la destruction des déchets produits n'ont pas été considérés dans ce bilan économique.

### 10.1 PRELEVEMENTS EN MONONIVEAU

Le bilan global pour des prélèvements en mononiveau, 1 prélèvement par ouvrage et par dispositif, est présenté dans les tableaux suivants.

#### 10.1.1 ECHANTILLONNEURS PASSIFS A L'EQUILIBRE

Deux outils ont été comparés ; les PDB et les membranes de dialyse.

#### **PDB**

Le coût d'une campagne comprenant un prélèvement par piézomètre est de l'ordre de 600 euros (pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur).

---

<sup>5</sup> Il est considéré que les opérateurs interviennent systématiquement en doublon (pour des raisons de sécurité principalement).

Tableau 49 : Coûts liés à la mise en place de PDB – prélèvement mononiveau

Consommable	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
PDB (incluant lest)	22 €	5	110 €
Livraison des PDB	30 €	1	30 €
Corde d'attache	10 € / 100 m	1	10 €
Temps	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Déplacement	150 €	2	300 €
Pose des PDB	100 € / h (2 tech.)	1,5	150 €
Retrait des PDB	100 € / h (2 tech.)	1,5	150 €
<b>TOTAL</b>			<b>600 €</b>

### Membrane de dialyse

Le coût d'une campagne comprenant un prélèvement par piézomètre est de l'ordre de 850 euros (pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur).

Tableau 50 : Coûts liés à la mise en place de membranes de dialyse – prélèvement mononiveau

Consommable	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Membrane de Dialyse (type Spectrapor 4, 45mm)	360 €/ 30 m	5	60 €
Pince universelle (50mm)	10 €	5	52 €
Vanne 2 voies en PE	1 €	5	6 €
Gaine de protection	50 € / 100 m	5	50 €
Transport	25 €	1	25 €
Corde d'attache	10 € / 100 m	1	10 €
Temps	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Déplacement	150 €	2	300 €
Préparation des membranes de dialyse	50 € / h (1 tech.)	1	50 €
Pose des membranes de dialyse	100 € / h (2 tech.)	1,5	150 €
Retrait des membranes de dialyse	100 € / h (2 tech.)	1,5	150 €
<b>TOTAL</b>			<b>852 €</b>

### 10.1.2 ECHANTILLONNEURS PASSIFS INSTANTANES

Les coûts associés aux différents échantillonneurs passifs instantanés utilisés dans le projet BIODÉPOL sont présentés ci-après.



## Bailer

Le coût d'une campagne comprenant un prélèvement par piézomètre est de l'ordre de 1000 euros (pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur).

Tableau 51 : Coûts liés à l'utilisation de bailer – prélèvement mononiveau

Consommable	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Bailer 1L	5 €	5	24 €
Embout d'écoulement lent COV	2 €	5	8 €
Corde d'attache	10 € / 100 m	1	10 €
Transport	25 €	1	25 €
Prestation extérieure	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Gestion des eaux de purge	400 €	1	400 €
Temps	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Déplacement	150 €	1	150 €
Purge + échantillonnage	100 € / h (2 tech.)	4,5	450 €
<b>TOTAL</b>			<b>1 042 €</b>

## Echantillonneur pneumatique

Le coût d'une campagne comprenant un prélèvement par piézomètre est de l'ordre de 1100 euros (pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur). Ce coût ne prend pas en compte l'achat du dispositif. Pour un modèle 425, les prix varient entre 1200 et 1500 euros. Soit au total, pour la première campagne de prélèvement, un coût complet approximativement de 2450 euros.

Tableau 52 : Coûts liés à l'utilisation d'un l'échantillonneur pneumatique – prélèvement mononiveau

Prestation extérieure	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Gestion des eaux de purge	400 €	1	400 €
Temps	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Déplacement	150 €	1	150 €
Purge + échantillonnage	100 € / h (2 tech.)	4,5	450 €
Nettoyage des outils de purge (pompe), changement des tuyaux, préparation du matériel	100 € / h (2 tech.)	1	100 €
<b>TOTAL</b>			<b>1 100 €</b>

## Hydrasleeve™

Le coût d'une campagne comprenant un prélèvement par piézomètre est voisin de 1000 euros (pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur) pour une utilisation selon les recommandations du fabricant (2 jours de déplacement comptabilisés, prélèvements sans purge).

Tableau 53 : Coûts liés à la mise en place d'Hydrasleeve™ – prélèvement mononiveau

Consommable	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Type Hydrasleeve "Skinny" SuperSleeve 2	30 €	5	148 €
Transport	25 €	1	25 €
Corde d'attache	10 € / 100 m	1	10 €
Matériel réutilisable	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Top Collar Assembly	43 €	5	215 €
Spring Clip (pinces)	3 €	5	15 €
Temps	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Déplacement	150 €	2	300 €
Pose des Hydrasleeve™	100 € / h (2 tech.)	1,5	150 €
Retrait des Hydrasleeve™	100 € / h (2 tech.)	1,5	150 €
<b>TOTAL</b>			<b>1 013 €</b>

### 10.1.3 ECHANTILLONNEURS ACTIFS

#### Pompe PP36 Low Flow

Le coût d'une campagne comprenant un prélèvement par piézomètre est proche de 1370 euros (pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur). Ce montant ne prend pas en compte l'achat du dispositif (entre 800 et 1200 euros avec le survolteur). Le coût total avec l'achat de la pompe est de l'ordre de 2400 euros.

Tableau 54 : Coûts liés à l'utilisation d'une pompe PP36 avec survolteur – prélèvement mononiveau

Consommable	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Tuyaux pour la pompe	270 € / 100 m	1	270 €
Prestation extérieure	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Gestion des eaux de purge	400 €	1	400 €
Temps	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Déplacement	150 €	1	150 €
Purge + échantillonnage	100 € / h (2 tech.)	4,5	450 €
Nettoyage des outils de purge (pompe), changement des tuyaux, préparation du matériel	100 € / h (2 tech.)	1	100 €
<b>TOTAL</b>			<b>1 370 €</b>

## Pompe péristaltique

Le coût d'une campagne comprenant un prélèvement par piézomètre est de 1400 euros (pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur). Ce coût ne prend pas en compte l'achat du dispositif. Les prix varient très largement en fonction des caractéristiques de la pompe. L'achat pour un modèle de terrain varie entre 1800 et 2200 euros. Soit au total, pour la première campagne de prélèvement, un coût complet de l'ordre de 3400 euros.

Tableau 55 : Coûts liés à l'utilisation d'une pompe péristaltique – prélèvement mononiveau

Consommable	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Tuyaux pour la pompe	270 € / 100 m	1	270 €
Prestation extérieure	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Gestion des eaux de purge	400 €	1	400 €
Temps	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Déplacement	150 €	1	150 €
Purge + échantillonnage	100 € / h (2 tech.)	4,5	450 €
Nettoyage des outils de purge (pompe), changement des tuyaux, préparation du matériel	100 € / h (2 tech.)	1	100 €
<b>TOTAL</b>			<b>1 370 €</b>

## Packers avec pompe à vessie

Le coût d'une campagne comprenant un prélèvement par piézomètre est de l'ordre de 1600 euros (pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur). Ce coût ne prend pas en compte l'achat du dispositif. Les prix varient ici aussi très largement en fonction des caractéristiques des packers et de la pompe de prélèvement utilisée. Pour un système complet avec une pompe à vessie, le coût varie de 8000 à 12000 euros. Soit au total, pour la première campagne de prélèvement, un coût complet de 11600 euros. 86% du montant est liée à l'achat du dispositif.

Tableau 56 : Coûts liés à l'utilisation du système packers (ou obturateurs) avec pompe à vessie – prélèvement mononiveau

Consommable	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Tuyaux pour la pompe	270 € / 100 m	1	270 €
Prestation extérieure	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Gestion des eaux de purge	400 €	1	400 €
Temps	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Déplacement	150 €	1	150 €
Purge + échantillonnage	100 € / h (2 tech.)	7,5	750 €
Nettoyage des outils de purge (pompe), changement des tuyaux, préparation du matériel	100 € / h (2 tech.)	1	100 €
<b>TOTAL</b>			<b>1 670 €</b>

## Pompe Gigant

Le coût d'une campagne comprenant un prélèvement par piézomètre est de l'ordre de 1050 euros (pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur).

Tableau 57 : Coûts liés à l'utilisation d'une pompe Gigant – prélèvement mononiveau

Consommable	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Pompes immergées "Gigant" 12V	46 €	1	46 €
Tuyaux pour la pompe	270 € / 100 m	1	270 €
Prestation extérieure	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Gestion des eaux de purge	400 €	1	400 €
Temps	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Déplacement	150 €	1	150 €
Purge + échantillonnage	100 € / h (2 tech.)	4,5	450 €
<b>TOTAL</b>			<b>1 046 €</b>

#### 10.1.4 SYNTHÈSE - ASPECT FINANCIER - MONONIVEAU

Le scénario considéré pour estimer les coûts pour chaque outil est la réalisation par 2 techniciens de 5 prélèvements mononiveau (5 piézomètres de 10 m de profondeur environ) sur un site localisé à 50 km de leur bureau. En fonction de la nature de l'outil (échantillonneur passif à l'équilibre, instantané ou échantillonneur actif), les coûts liés au temps de purge et à la gestion des eaux de purge ont été intégrés au montant total.

Le tableau suivant présente les coûts liés à la réalisation d'une campagne de prélèvement selon ce scénario, sans prendre en compte le coût d'achat des dispositifs réutilisables (hydrasleeve, pompe PP36, échantillonneur pneumatique, ...).

Tableau 58 : Bilan des coûts selon différents outils de prélèvement – Mononiveau.  
L'achat du matériel (réutilisable) n'a pas été considéré

	Coût pour une campagne de prélèvement - Mononiveau (euros)
PDB ( <i>passif à l'équilibre</i> )	600
Membrane de dialyse ( <i>passif à l'équilibre</i> )	852
Bailer ( <i>passif instantané</i> )	1042
Echantillonneur Pneumatique ( <i>passif instantané</i> )	1100
Hydrasleeve™ ( <i>passif instantané</i> )	783
Pompe PP36-LF ( <i>actif</i> )	1370
Pompe péristaltique ( <i>actif</i> )	1370
Systèmes packers + pompe vessie ( <i>actif</i> )	1670
Pompe Gigant ( <i>actif</i> )	1046

Globalement, les échantillonneurs passifs à l'équilibre (PDB, membranes de dialyse) et les Hydrasleeve™ présentent les plus faibles coûts (<900 euros) pour réaliser une campagne de prélèvement (5 prélèvements mononiveau). La pompe Gigant, le bailer et l'échantillonneur pneumatique arrivent en seconde position pour un coût moyen de 1000 euros suivis par les pompes péristaltiques et PP36 Low Flow avec un coût moyen de 1300 euros. Comme attendu, le système packers avec pompe à vessie arrive en dernière position, avec un montant de 1670 euros. Le temps nécessaire à l'installation du dispositif et le temps de purge des ouvrages à l'aide de la pompe à vessie (<0,5 L/min) se traduisent par un coût deux fois plus élevés en comparaison avec les échantillonneurs passifs à l'équilibre.

La Figure ci-après présente l'évolution du coût par campagne de prélèvement (scénario répété 20 fois) en considérant cette fois-ci l'investissement de départ (achat du matériel réutilisable).

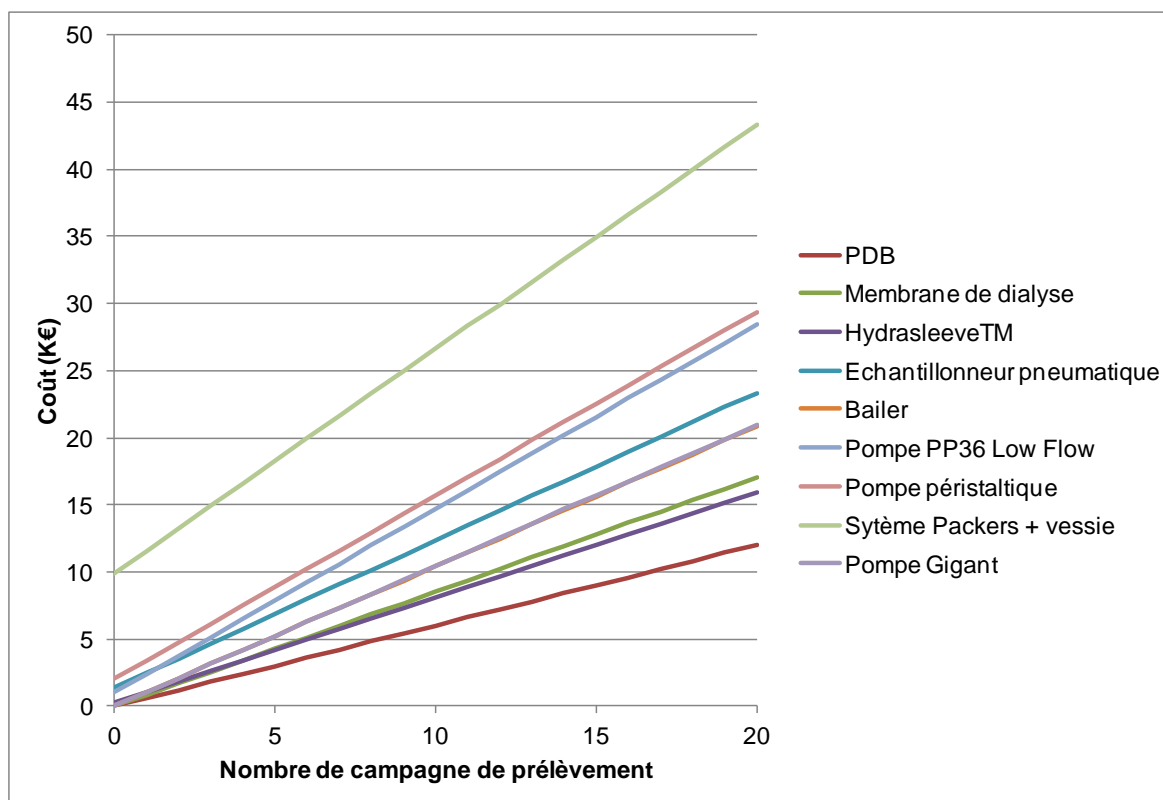


Figure 75 : Evolution du coût pour l'utilisation des dispositifs suivant plusieurs campagnes de prélèvement - Mononiveau

Les échantillonneurs passifs à l'équilibre (PDB, membranes de dialyse) et les Hydrasleeve™ sont des échantillonneurs jetables (consommables), ils permettent de réaliser les campagnes de prélèvement (au nombre de 20) à moindres frais. La pompe Gigant, le bailer et la pompe pneumatique arrivent en seconde position. Les coûts des campagnes de prélèvement avec l'échantillonneur pneumatique deviennent plus rentables que les campagnes réalisées avec la pompe PP36-LF au bout de la 3<sup>ème</sup> campagne de prélèvement. Pour la 20<sup>ème</sup> campagne de prélèvement, les montants sont respectivement 2 à 3 fois plus élevés lorsque les prélèvements sont réalisés par les pompes péristaltiques et PP36 avec LF et par le système packers avec pompe à vessie, en comparaison avec les échantillonneurs passifs à l'équilibre.

## 10.2 PRELEVEMENT EN MULTINIVEAUX

Dans le cadre des prélèvements multiniveaux, l'INERIS considère un temps de repos après purge plus important (min 24 heures). Les calculs qui suivent, intègrent donc 2 jours de déplacement.

### 10.2.1 TESTS PREALABLES POUR EFFECTUER DES PRELEVEMENTS MULTINIVEAUX

Bien que des tests préalables soient généralement préconisés pour déployer des échantillonneurs passifs dits à l'équilibre (PDB, membrane de dialyse, LDPE) (INERIS, 2011b), ces tests sont également nécessaires pour les autres dispositifs

(passifs instantanés et actifs). Il s'agit essentiellement de définir les profondeurs de prélèvement (localisation des crépines, flux naturels, etc.). Le coût de cette caractérisation est considéré comme étant de 4800 € (pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur). Ces tests peuvent être répétés si les niveaux statiques varient très fortement au cours de l'année, comme vu précédemment les flux verticaux peuvent notamment évoluer au cours du temps.

Tableau 59 : Coûts liés à la réalisation de tests préalables pour des prélèvements multiniveaux (INERIS, 2011b)

Prestation extérieure	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Location Heat Pulse Flowmeter <sup>6</sup>	250 € / j	3 (2 j sur site et le reste en transport)	750
Achat caméra <sup>7</sup>	A partir de 1000 €	1	1000
Déplacement <sup>8</sup>	150 €	1	150
Temps	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Synthèse documentation existante (logs sondages, etc.)	100 € / h (1 ingé.)	8	800
Mesure niveaux statiques, profondeurs des piézomètres	100 € / h (2 tech.)	1	100
Diagraphie (Eh, pH, T°, conductivité)	100 € / h (2 tech.)	2	200
Inspection caméra	100 € / h (2 tech.)	2	200
Mesure de flux	100 € / h (2 tech.)	16	1600
<b>TOTAL</b>			<b>4 800</b>

## 10.2.2 ÉCHANTILLONNEURS PASSIFS A L'ÉQUILIBRE

### PDB

Le coût d'une campagne comprenant 3 niveaux de prélèvement par piézomètre est de l'ordre de 1300 euros (pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur).

<sup>6</sup> Sonde + logiciel d'acquisition + diverters + centreurs + treuil.

<sup>7</sup> Liste non exhaustive de fabricants de caméras :

<http://www.tedtid.fr/campouss.html#cp/>

<http://www.rovdeveloppement.com/79/systemes-i-t-v-portable.html/>

[http://www.foretec.fr/pages/kit\\_d\\_inspectionpag.html](http://www.foretec.fr/pages/kit_d_inspectionpag.html)

<http://news.directindustry.fr/press/pasi/camera-de-trou-tc-30-57451-348499.html>

<sup>8</sup> Location utilitaire + frais kilométriques + temps de déplacement.

Tableau 60 : Coûts liés à la mise en place de PDB – prélèvement multiniveaux

Consommable	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
PDB (incluant lest)	22 €	15	330 €
Livraison des PDB	30	1	30 €
Corde d'attache	10 € / 100 m	1	10 €
Temps	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Déplacement	150 €	2	300 €
Pose des PDB	100 € / h (2 tech.)	3	300 €
Retrait des PDB	100 € / h (2 tech.)	3	300 €
<b>TOTAL</b>			<b>1 270 €</b>

### Membrane de dialyse

Le coût d'une campagne comprenant 3 niveaux de prélèvement par piézomètre est de l'ordre de 1600 euros (pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur).

Tableau 61 : Coûts liés à la mise en place de membranes de dialyse – prélèvement multiniveaux

Consommable	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Membrane de Dialyse (type Spectrapor 4, 45mm)	357 €/ 30 m	15	179 €
Pince universelle (50mm)	10 €	15	155 €
Vanne 2 voies en PE	1 €	15	17 €
Gaine de protection	50 € / 100 m	1	50 €
Transport	25 €	1	25 €
Corde d'attache	10 € / 100 m	1	10 €
Temps	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Déplacement	150 €	2	300 €
Préparation des membranes de dialyse	100 € / h (2 tech.)	3	300 €
Pose des membranes de dialyse	100 € / h (2 tech.)	3	300 €
Retrait des membranes de dialyse	100 € / h (2 tech.)	3	300 €
<b>TOTAL</b>			<b>1 635 €</b>



### 10.2.3 ECHANTILLONNEURS PASSIFS INSTANTANES

#### Pompe pneumatique

Le coût d'une campagne comprenant 3 niveaux de prélèvement par piézomètre est de l'ordre de 1300 euros (pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur). Ce montant ne prend pas en compte l'achat du dispositif. Pour un modèle 425, les prix varient entre 1200 et 1500 euros. Soit au total, pour la première campagne de prélèvement multiniveaux, le coût complet est approximativement de 2650 euros.

Tableau 62 : Coûts liés à l'utilisation d'un l'échantillonneur pneumatique – prélèvement multiniveaux

Temps	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Déplacement	150 €	2	300 €
Purge + échantillonnage	100 € / h (2 tech.)	8	800 €
Nettoyage des outils de purge (pompe), changement des tuyaux, préparation du matériel	100 € / h (2 tech.)	2	200 €
<b>TOTAL</b>			<b>1 300 €</b>

#### Hydrasleeve™

Le coût d'une campagne comprenant 3 niveaux de prélèvement par piézomètre est de l'ordre de 2100 euros (pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur).

Tableau 63 : Coûts liés à l'utilisation d'Hydrasleeve™ – prélèvement multiniveaux

Consommable	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Type Hydrasleeve "Skinny" SuperSleeve 2	30 €	15	443 €
Transport	25 €	1	25 €
Corde d'attache	10 € / 100 m	1	10 €
Matériel réutilisable	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Top Collar Assembly	43 €	15	645 €
Spring Clip (pincés)	3 €	15	45 €
Temps	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Déplacement	150 €	2	300 €
Pose des Hydrasleeve™	100 € / h (2 tech.)	3	300 €
Retrait des Hydrasleeve™	100 € / h (2 tech.)	3	300 €
<b>TOTAL</b>			<b>2 068 €</b>

## 10.2.4 ECHANTILLONNEURS ACTIFS

### Pompe PP36 Low Flow

Le coût d'une campagne comprenant 3 niveaux de prélèvement par piézomètre est de l'ordre de 1800 euros (pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur). Ce montant ne prend pas en compte l'achat du dispositif (compris entre 800 et 1200 euros avec le survolteur). Le coût total avec l'achat de la pompe est proche de 2800 euros.

Tableau 64 : Coûts liés à l'utilisation de la pompe PP36-LF – prélèvement multiniveaux

Consommable	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Tuyaux pour la pompe	68 € / 100 m	1	68
Prestation extérieure	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Gestion des eaux de purge	400 €	1	400
Temps	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Déplacement	150 €	2	300 €
Purge + échantillonnage	100 € / h (2 tech.)	7	700
Nettoyage des outils de purge (pompe), changement des tuyaux, préparation du matériel	100 € / h (2 tech.)	3	300
<b>TOTAL</b>			<b>1 768 €</b>

### Système packer avec pompe à vessie

Le coût d'une campagne comprenant 3 niveaux de prélèvement par piézomètre est proche de 2300 euros (pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur). Ce coût ne prend pas en compte l'achat du dispositif. Les prix varient très largement en fonction des caractéristiques des packers et de la pompe de prélèvement utilisée. Pour un système complet, comprenant une pompe à vessie, le coût varie de 8000 à 12000 euros. Soit au total, pour la première campagne de prélèvement, un coût complet approximativement de 12300 euros. 84% du montant est liée à l'achat du dispositif.

Tableau 65 : Coûts liés à l'utilisation du système packers avec pompe à vessie – prélèvement multiniveaux

Consommable	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Tuyaux pour la pompe	68 € / 100 m	1	68
Prestation extérieure	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Gestion des eaux de purge	400 €	1	400
Temps	Prix unitaire	Quantité	Coût total (€)
Déplacement	150 €	1	150 €
Purge + échantillonnage	100 € / h (2 tech.)	15	1500
Nettoyage des outils de purge (pompe), changement des tuyaux, préparation du matériel	100 € / h (2 tech.)	1	100
<b>TOTAL</b>			<b>2 218 €</b>

### 10.2.5 SYNTHÈSE - ASPECT FINANCIER - MULTINIVEAUX

La comparaison financière des outils de prélèvement multiniveaux a été réalisée en considérant la réalisation d'une campagne de prélèvement qui prévoit :

- Prélèvements réalisés à 3 niveaux (profondeurs) de la colonne d'eau ;
- Pour 5 piézomètres de 10 m de profondeur environ sur un site localisé à 50 km du bureau ;
- Un temps de repos après purge plus important (min 24 heures).

Le tableau suivant présente les coûts liés à la réalisation d'une campagne de prélèvement selon ce scénario, sans prendre en compte le coût d'achat des dispositifs réutilisables à plus ou moins long terme (hydrasleeve, pompe PP36, échantillonneur pneumatique, ...).

Cependant, il est important de rappeler, que des tests de caractérisation du milieu (ouvrage) permettant de définir les profondeurs des prélèvements sont à réaliser préalablement. Le coût associé à cette caractérisation n'a pas été considéré dans le bilan ci-dessous.

Tableau 66 : Bilan des coûts selon différents outils de prélèvement – Multiniveaux. L'achat du matériel (réutilisable) n'a pas été considéré

	Coût pour une campagne de prélèvement - Multiniveaux (euros)
PDB	1270
Membrane de dialyse	1635
Echantillonneur Pneumatique	1300
Hydrasleeve™	1378
Pompe PP36-LF	1768
Systèmes packers + pompe vessie	2218

L'utilisation des PDB, de l'échantillonneur pneumatique et des Hydrasleeve™, selon les hypothèses considérées, permettraient de réaliser des campagnes de prélèvements à des coûts similaires et de moindres importances au regard des autres outils considérés. Les membranes de dialyse, bien qu'avantageuses financièrement pour un prélèvement mononiveau, s'avèrent moins intéressantes ici. Cette différence entre mononiveau et multiniveaux est liée aux coûts engendrés par le temps de préparation des membranes de dialyse.

La Figure ci-après présente l'évolution du coût pour différentes campagnes (scénario répété 20 fois, soit 20 campagnes), en considérant l'investissement de départ (achat de matériel réutilisable).

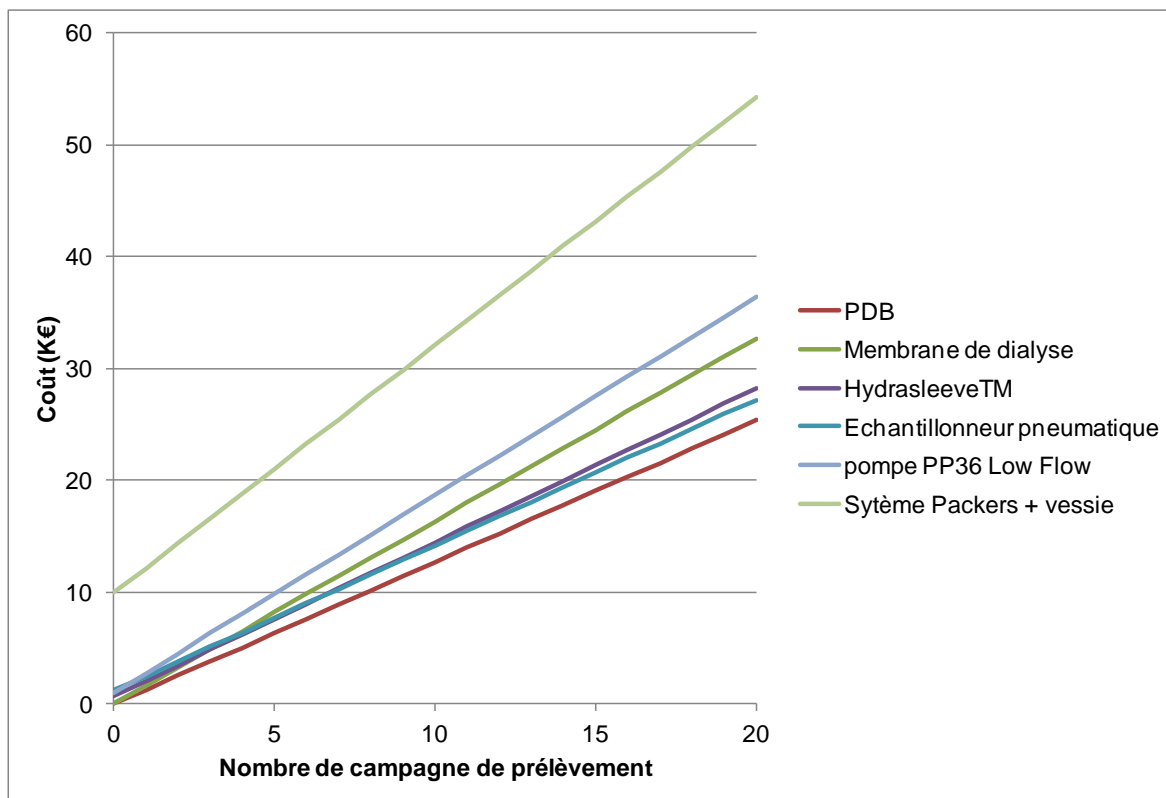


Figure 76 : Evolution du coût pour l'utilisation des dispositifs suivant plusieurs campagnes de prélèvement - Multiniveaux

Les PDB restent la technique la plus avantageuse financièrement suivie par l'échantillonneur pneumatique et les Hydrasleeve™. Les membranes de dialyses sont suivies par la pompe PP36-LF et le système packers avec pompe à vessie. Concernant ce dernier dispositif, l'important investissement de départ (principalement liée à la pompe à vessie) est un frein direct à la promotion de cet outil qui permet toutefois de s'affranchir des flux verticaux au sein de l'ouvrage et de la question de la purge (de l'ensemble de la colonne d'eau). L'utilisation d'une autre pompe entre les packers (type gigant) permettrait de rendre l'outil plus compétitif (aspect financier) vis-à-vis des autres techniques présentées. Le recours à une pompe à vessie était motivé dans le cadre de cette démarche par le choix d'une technique permettant de réaliser un prélèvement à très faible débit (<0,5 L/min).

De manière générale, ce bilan économique est à adapter au cas par cas. Les résultats peuvent être différents dans le cas où le nombre d'ouvrages à prélever est plus important ou encore dans le cas où les piézomètres sont plus profonds ou de plus grand diamètre. D'autres critères, tels que la perméabilité des terrains (si celle-ci est faible, alors la purge est plus lente et les temps passés par les opérateurs sur site sont plus longs) peuvent également influencer sur ces résultats.

## 11. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Le projet BIODÉPOL a pour objectif final d'évaluer la faisabilité opérationnelle de mise en œuvre de l'AN comme mesure de gestion, complétant ainsi les travaux menés dans le cadre du projet ATTENA sur les aspects pratiques. Ces travaux ont concerné en particulier un site atelier dans la plaine de la Crau (13), impacté à l'été 2009 par des hydrocarbures suite à la rupture d'un pipeline.

Plusieurs campagnes d'échantillonnage ont été conduites par l'INERIS entre 2014 et 2015, avec pour objectif de comparer les résultats obtenus à partir de différents dispositifs afin d'alimenter le retour d'expérience et l'état de l'art au niveau national, tout en rendant plus robuste la connaissance de la pollution sur le site et son évolution.

La démarche de comparaison menée repose sur l'acquisition d'un important jeu de données de concentrations, relatif à une gamme de valeurs étendue.

De nombreux outils de prélèvement ont été utilisés dans le cadre d'une approche mononiveau puis multiniveaux. Par ailleurs, certains aspects liés au protocole de prélèvement comme la purge de l'ouvrage ou encore le débit de prélèvement ont également été considérés. Enfin, la démarche de comparaison a *in fine* permis de dresser un bilan économique.

Les concentrations en BTEX, en HAP, en Hydrocarbures Volatils (>C5-C10) et en Hydrocarbures Totaux (>C10-C40) ont été recherchées.

Les résultats acquis à ce stade indiquent tout d'abord que l'hypothèse de la volatilisation au cours du prélèvement au niveau superficiel de la nappe peut être écartée au vu des similitudes de résultats entre les outils pour le cas des BTEX notamment (benzène en particulier).

Des essais complémentaires ont permis de mettre en évidence la présence d'un transport colloïdal sur le site atelier, spécialement pour les composés avec un  $\log K_{ow} \geq 3,92$ . En outre, les fractions d'hydrocarbures (>C10-C12 et >C12-C16) seraient également transportées à plus de 50% par des colloïdes/particules. Des écarts constatés pour certains HAP et certaines fractions hydrocarbures, entre les échantillonneurs passifs dits à l'équilibre (PDB, membranes de dialyse, LDPE) et les autres dispositifs, pourraient être attribués à la présence de colloïdes/particules dans les eaux souterraines.

De façon générale, les systèmes jetables (bailer, pompe Gigant, PDB, membrane de dialyse, Hydrasleeve™) apparaissent être les plus performants en considérant les aspects techniques et financiers pour des prélèvements en subsurface impliquant une pollution hydrocarbure et le suivi de substances « traceurs » dissoutes (benzène, naphthalène).

Les résultats acquis pour des prélèvements multiniveaux sont plus difficiles à interpréter, en l'absence de contrastes entre niveaux et en présence de flux verticaux qui varient dans le temps.

A noter qu'il n'y a pas toujours corrélation entre l'existence de flux verticaux dans l'ouvrage et l'homogénéisation de la qualité de la nappe. Il n'a pas été possible d'établir de relation directe entre l'intensité des flux verticaux (variation au droit de la colonne d'eau) et les concentrations observées (stratification).

Dans ce contexte, le système packers peut être vu comme une solution alternative permettant de s'affranchir de la problématique liée aux flux verticaux, qu'ils existent ou non dans l'ouvrage, mais également de la problématique plus générale de la purge pour les prélèvements mononiveau comme multiniveaux (purge spécifique entre packers). Toutefois, l'outil testé dans le cadre de ce projet peut être considéré comme peu opérationnel, du fait de l'utilisation d'une pompe à vessie entre packers (temps de prélèvement important/coût élevé).

Par ailleurs, sur ce site, les tests exploratoires réalisés sur la purge de l'ouvrage avant prélèvement, montrent qu'il n'y a pas de différence sur les résultats entre un prélèvement effectué avant purge, après purge et 24 heures après purge (résultats reproductibles sur plusieurs campagnes).

Des essais ont également été effectués afin d'évaluer l'influence du débit sur la qualité des échantillons prélevés à l'aide d'une pompe immergée. Les débits de prélèvements testés sur une PP36 étaient compris entre 0,67 et 5,9 L/min. Au regard des résultats, les débits compris dans cette gamme n'influenceraient pas la qualité des prélèvements pour l'ensemble des composés analysés, exceptés pour la fraction >C8-C10.

Ces résultats ont permis d'acquérir de nombreuses données sur un site réel, de mettre en place une démarche de comparaison et d'en tirer un retour d'expérience. Le site étudié dans BIODÉPOL concerne une typologie de pollution aux hydrocarbures et un contexte sédimentaire/alluvial qui sont représentatifs de nombreux sites pollués en France. Toutefois, ces enseignements doivent être vérifiés dans d'autres situations. L'INERIS mène donc en parallèle d'autres travaux qui se poursuivent jusqu'en 2017, associant différents partenaires. Plusieurs autres sites réels sont impliqués ainsi qu'une cuve expérimentale de 12 m<sup>3</sup>. A ce jour, les premiers résultats acquis en mononiveau tendent à confirmer ceux présentés ici pour ce qui est du benzène et du naphthalène (deux substances généralement retenues comme traceurs de pollution aux hydrocarbures, sous forme dissoute).

## 12. REFERENCES

- ADEME, 2005. La représentativité des échantillons d'eau prélevés en forages de contrôle
- ADEME, 2014. PASSCITYCHLOR. Mesure de la qualité des eaux souterraines à l'aide d'échantillonneurs passifs dans le contexte des sites pollués
- Benhabib, K., 2005. Transport dans les sols de cokerie de HAP issus de particules de goudrons de houille. Nancy, INPL. 244p
- Booij, K., Smedes, F., 2007. Passive samplers for hydrophobic contaminants - concepts and interpretations. ICES CM 2007/J:05
- BRGM. 1993 Guide pratique d'échantillonnage des eaux souterraines. R37390
- BRGM, 1996. Rapport R39195. Cartographie des granulats de la plaine de la Crau
- Buffle, J., Leppard, G.G., 1995. Characterisation of aquatic colloids and macromolecules. 1. Structure and behavior of colloidal material. *Environmental Science and Technology* 29 (9): 2169-2175
- Charrasse, 2013. Comportement à long terme, caractérisation opérationnelle et évaluation environnementale des contaminants organiques des sédiments de dragage. Aix-Marseille. 492p
- Cornelissen, G., Okkenhaug, G., Breedveld, G.D., Sørlie, J.E., 2009. Transport of polycyclic aromatic hydrocarbons and polychlorinated biphenyls in a landfill: A novel equilibrium passive sampler to determine free and total dissolved concentrations in leachate water- *Journal of Hydrology* 369 : 253–259
- Crisman, S.A., Molz, F.J., Dunn, D.L., Sappington, F.C., 2001. Application procedures for the electromagnetic borehole flowmeter in shallow unconfined aquifers. *Ground Water Monitoring and Remediation* 21 (4): 96–100
- Dumble, 2006. Groundwater monitoring and sampling – new research and the importance of borehole construction. *Paper presented to the International Association of Hydrogeologists Annual Conference Tullamore, Ireland, 26 April 2006*
- Elci, A., Flach, G.P., Molz, F.J., 2003. Detrimental effects of natural vertical head gradients on chemical and water level measurements in observation wells: identification and control *Journal of Hydrology* 281 70–81
- Environment Agency, 2009. Guidance on Monitoring of Landfill Leachate, Groundwater and Surface Water
- EURACHEM/CITAC, 2007. Measurement uncertainty arising from sampling.
- Ferguson, G., Woodbury, A.D., and Matile, G.L.D., 2003, Estimating deep recharge rates beneath an interlobate moraine using temperature logs: *Ground Water* 41 (5): 640–646
- GeoInsight, 2010. Standard Operating Procedure: Sampling Ground Water with a Hydra Sleeve
- Ghestem J.P., Fiscaro P., Champion R. (2009) – Essai collaboratif sur l'échantillonnage en eau souterraine. BRGM/RP-57687-FR, 175 p. ; 20 tableaux. ; 63 figures. ; 10 annexes.
- Gomo, M., Vermeulen, D., 2015. An investigative comparison of purging and non-purging groundwater sampling methods in Karoo aquifer monitoring wells. *Journal of African Earth Sciences* 1030; 81–88



Guide for Uncertainty Measurement, 1999. Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure, norme AFNOR NF ENV 13005

Hutchins, S.R., Acree, S.D., 2000. Ground water sampling bias observed in shallow, conventional wells. *Ground Water Monitoring and Remediation* 20 (1), 86–93.

ICF Environnement, 2009a. Rapport A - N°AIX-09-098-IB A V1, Caractérisation du pétrole brut, Aix-en-Provence, 12 octobre 2009

ICF Environnement, 2009b. Rapport F - N° AIX-09-098-IL F V1, Synthèse géologique et hydrogéologique. Évaluation quantitative de l'impact sur la ressource en eau. Aix-en-Provence, 10 décembre 2009

ICF Environnement, 2010. Rapport N2 - N° AIX-09-098-IG-N-ANS2 / V2, Étude de faisabilité pour la gestion de la pollution des eaux souterraines par l'ANS, Évaluation du potentiel d'atténuation naturelle 2 : Mise à jour de la modélisation de transfert de polluants. Etude de la répartition du pétrole dans le sous-sol et détermination d'un terme source pour la simulation du transfert du benzène. Rapport intermédiaire, 11 octobre 2010

INERIS, 2011a. Rapport INERIS-DRC-11-105722-05324A, «Projet Metrocap - Synthèse bibliographique relative aux capteurs passifs utilisés pour la mesure de la qualité des eaux souterraines » du 29/05/2011

INERIS, 2011b. Rapport DRC-11-105722-02621A, « Projet Metrocap - Synthèse de l'enquête réalisée auprès des bureaux d'études quant à leur utilisation de capteurs passifs pour le prélèvement d'eaux souterraines », du 28/02/2011

INERIS, 2011c. Rapport DRC-11-105722-05328A, « Projet Metrocap - Synthèse de tests exploratoires sur sites de mesures de COHV dans les eaux souterraines par capteurs passifs » du 29/05/2011

INERIS, 2012. « Prélèvement de substances volatiles dans les eaux souterraines : état des connaissances et perspectives », rapport INERIS-DRC-12-124759-13643A

INERIS, 2014. « Échantillonnage multiniveaux des eaux souterraines : état des connaissances et perspectives », rapport INERIS-DRC-14-140314-11198A

INERIS, 2014. « Synthèse de tests exploratoires pour la détection et le suivi de solvants chlorés par résistivité électrique in-situ », rapport INERIS-DRC-13-136138-13891A

INERIS, 2014. « Résultats de tests en laboratoire concernant le prélèvement de substances volatiles dans les eaux souterraines », rapport INERIS-DRC-13-136138-13889A

INERIS, 2016. PROJET BIOdÉPOL - Modélisation prédictive de l'évolution de la pollution des eaux souterraines sur le site atelier de la Crau, rapport INERIS-DRC-15-140314-11194A

ISO 5667-11, 1993. En cours de révision - Qualité de l'eau. Échantillonnage. Partie 11 : guide général pour l'échantillonnage des eaux souterraines

ITRC, 2004. Diffusion/Passive samplers Team -Technical and Regulatory Guidance for Using Polyethylene Diffusion BagSamplers to Monitor Volatile Organic Compounds in Groundwater. ITRC Technical and Regulatory Guidance

ITRC, 2006. Diffusion/Passive samplers Team - Technical Overview of Passive Sampler Technologies. Technical and Regulatory Guidance.

ITRC, 2007. Diffusion/Passive samplers Team - Protocol for Use of Five Passive Samplers to sample for a variety of contaminants in groundwater, ITRC Technical and Regulatory Guidance.

- Kearl, P.M., Korte, N.E., Cronk, T.A., 1992. Suggested modification to ground water sampling procedures based on observations from colloidal borescope. *Groundwater Monit. Remediat.* 12 (2): 155–161
- Kearl, P.M., Korte, N.E., Stites, M., Baker, J., 1994. Field comparison of micropurging vs. traditional ground water sampling. *Ground Water Monitoring and Remediation* 14 (4);183–190
- Kretzscmar, R., Sticher, H., 1997. Transport of humic-coated iron oxide colloids in a sandy soil: influence of Ca<sup>2+</sup> and trace metals. *Environmental Science and Technology* 31 (12): 3497-3504
- Mackay, A.A., Gschwend, P.M., 2001. Enhanced Concentrations of PAHs in Groundwater at a Coal Tar Site. *Environmental Science and Technology* 35: 1320-1328
- Mackay, A.A., Gschwend, P.M., 2001. Enhanced concentrations of PAHs in groundwater at a coal tar site. *Environmental Science and Technology* 35 (7): 1320-8
- Martin-Hayden, J.M., 2001. Characteristics of thermal instability and mixing within groundwater monitoring wells: Geological Society of America Annual Meeting, November 5–8, 2001, Boston, Massachusetts, 1 sheet
- Martin-Hayden, J.M., Britt, S.L., 2006. Revealing the black box of groundwater sampling—effects of well-bore flow and mixing: 2006 North American Environmental Field Conference & Exposition, sponsored by The Nielsen Environmental Field School, Inc., and the University of South Florida Water Institute, January 10–12, 2006, Tampa, Florida, CD-ROM
- McCarthy, J.F., Zachara, J.M., 1989. Subsurface transport of contaminants. *Environmental Science and Technology* 23 (5): 496-502
- McCarthy, J.F., Deguelbre, C., 1993. Sampling and characterization of colloids and particles in ground water for studying their role in contaminant transport. In: *Environmental Particles; Vol. III. Sampling and Characterization of Particles of Aquatic Systems*. J. Buffle and H. van Leeuwen, eds Lewis Publishers, Boca Raton, FL. 274-315
- McMillan, L.A., Rivett, M.O., Tellam, J.H., Dumble, P., Sharp, H., 2014. Influence of vertical flows in wells on groundwater sampling *Journal of Contaminant Hydrology* 169 (2014) 50–61
- Michel, 2009. Transport d'hydrocarbures aromatiques polycycliques et de métaux dans les sols nons saturés. Nancy, INPL. 255p
- Powell, R.M., Puls, R.W., 1993. Passive sampling of ground chemistry and tracer disappearance. *Journal of Contaminant Hydrology* 12 (2): 51–77
- Robin, J.J.L., Gillham, R.W., 1987. Field evaluation of wellpurging procedures. *Ground Water Monitoring Review* 7 (4): 85–93
- Roy, S..B., Dzombak, D.A., 1996. Colloid release and transport processes in natural and model porous media. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. A collection of papers presented at the Symposium on Colloidal and Interfacial Phenomena in Aquatic Environments. 107: 245-262
- Ryan, J.N., Elimelech, M., 1996. Colloid mobilization and transport in groundwater. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 107, 1-56
- Salem, A.E., Taniguchi, M., Sakura, Y., 2004. Use of temperature profiles and stable isotopes to trace flow lines: Nagaoka Area, Japan: *Ground Water* 42 (1): 83–89

- Sigg, L., Stumm, W., Behra, P., 2000. Chimie des milieux aquatiques. Dunod, 3<sup>ème</sup> édition
- Stumm, W. Morgan, J.J., 1995. Aquatic Chemistry: Chemical Equilibria and Rates in Natural Waters. John Wiley and Sons. 3<sup>ème</sup> édition, ISBN 0-471-51185-4
- Villholth, K.G., 1999. Colloid characterization and colloidal phase partitioning of polycyclic aromatic hydrocarbons in two creosote-contaminated aquifers in Denmark. Environmental Science and Technology 33 (5): 691-699
- Vrana, B., Mills, G.A., Allan, I.J., Dominiak, E., Svensson, K., Knutsson, J., Morrison, G., Greenwood, R., 2005. Passive sampling techniques for monitoring pollutants in water. Trends Analytical and Chemistry 24, 845-868
- Vroblecky, D.A., Campbell, T.R., 2001. Equilibration times, stability, and compound selectivity of diffusion samplers for collection of ground water VOC concentrations. Advances in Environmental Research 5 (1): 1-12
- Vroblecky, D. A., Peters, B.C., 2000. Diffusion Sampler Testing at Naval Air Station North Island, San Diego County, California; November 1999 to January 2000. U.S. Geological Survey Water-Resources Investigation Report 00-4812
- Vroblecky, D.A., Petkewich, M. D., Campbell, T. R., 2002. Field tests of diffusion samplers for inorganic constituents in wells and at a ground-water discharge zone. U.S. Geological Survey Water-Resources investigations Report 02-4031
- Vroblecky, D.A., Pravecek, T., 2002. Evaluation of passive diffusion bag and dialysis samplers in selected wells at Hickam Air Force base, Hawaii, July 2001. U.S. Geological Survey Water-Resources Investigations Report 02-4031
- Vroblecky, Clifton C. Casey, and Mark A. Lowery. 2006. Influence of In-Well Convection on Well sampling- Report 5247- USGS
- XP T90 -220, 2003. Qualité de l'eau -Protocole d'estimation de l'incertitude de mesure associée à un résultat d'analyse pour les méthodes physico-chimiques
- Wickert, F., Müller, A., Schäfer, W., Tiehm, A. 2009. Comparaison des procédés d'échantillonnage à haute définition des eaux souterraines pour la caractérisation de la répartition verticale des COHV dans l'aquifère. (projet KORA)
- Zabiegała, B., Kot-Wasik, A., Urbanowicz, M., Namieśnik, J., 2010. Passive sampling as a tool for obtaining reliable analytical information in environmental quality monitoring. Analytical and Bioanalytical Chemistry 396, 273-296

### 13. LISTE DES ANNEXES

Repère	Désignation	Nombre de pages
Annexe 1	Zones de prélèvement des outils testés selon les campagnes de prélèvement et les ouvrages sélectionnés	23 A4
Annexe 2	Chronologies des opérations réalisées aux différentes campagnes de prélèvement	4 A4
Annexe 3	Débits de purge et de prélèvement	3 A4
Annexe 4	Incertitudes sur les différents composés analysés selon le laboratoire AGROLAB Group – AL-WEST B.V.	1 A4
Annexe 5	Coupes lithologiques des différents ouvrages utilisés pour les campagnes de prélèvement et pour la validation de la démarche	13 A4
Annexe 6	Droites de corrélation obtenues à partir de XLStat	21 A4
Annexe 7	Utilisation des membranes LDPE – Fonctionnement et validation	5 A4

## **ANNEXE 1**

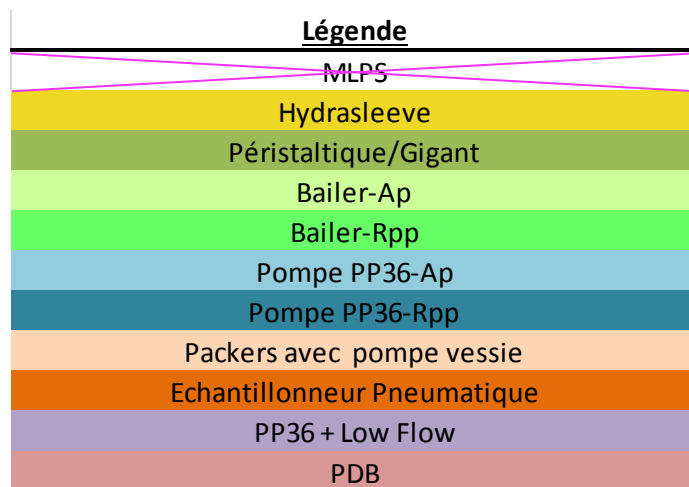
Zones de prélèvement des outils testés selon les campagnes de prélèvement et les ouvrages sélectionnés



*Propriétés des ouvrages et niveaux piézométriques selon les campagnes de prélèvement*

	PzA	PzB	PzC	PzD	PzE	PzF	PzG	PzH	PzI	PzJ	PzK	
Profondeur de l'ouvrage (m)	25	25	25	25	19	18	19	15	15	15	15	
Ecart entre le sommet du Tube Acier et le sol (m)	0,60	0,64	0,63	0,37	0,61	0,77	0,75	0,39	0,40	0,39	0,41	
Niveau piézométrique / sommet du Tube Acier (m)	Campagne de Sept. 2014		9,52	9,62	8,45	11,30	11,24	10,85	9,01		9,36	
	Campagne de Fév. 2015		7,50	7,28				10,85	6,61		7,19	
	Campagne de Juin 2015		8,55	8,40					7,94	7,98	8,28	7,55
	Campagne de Sept. 2015	8,50	9,32	9,40	8,19	10,75	10,96	10,54	8,77	8,84	9,10	8,65

Légende pour l'interprétation des représentations (ci-après)

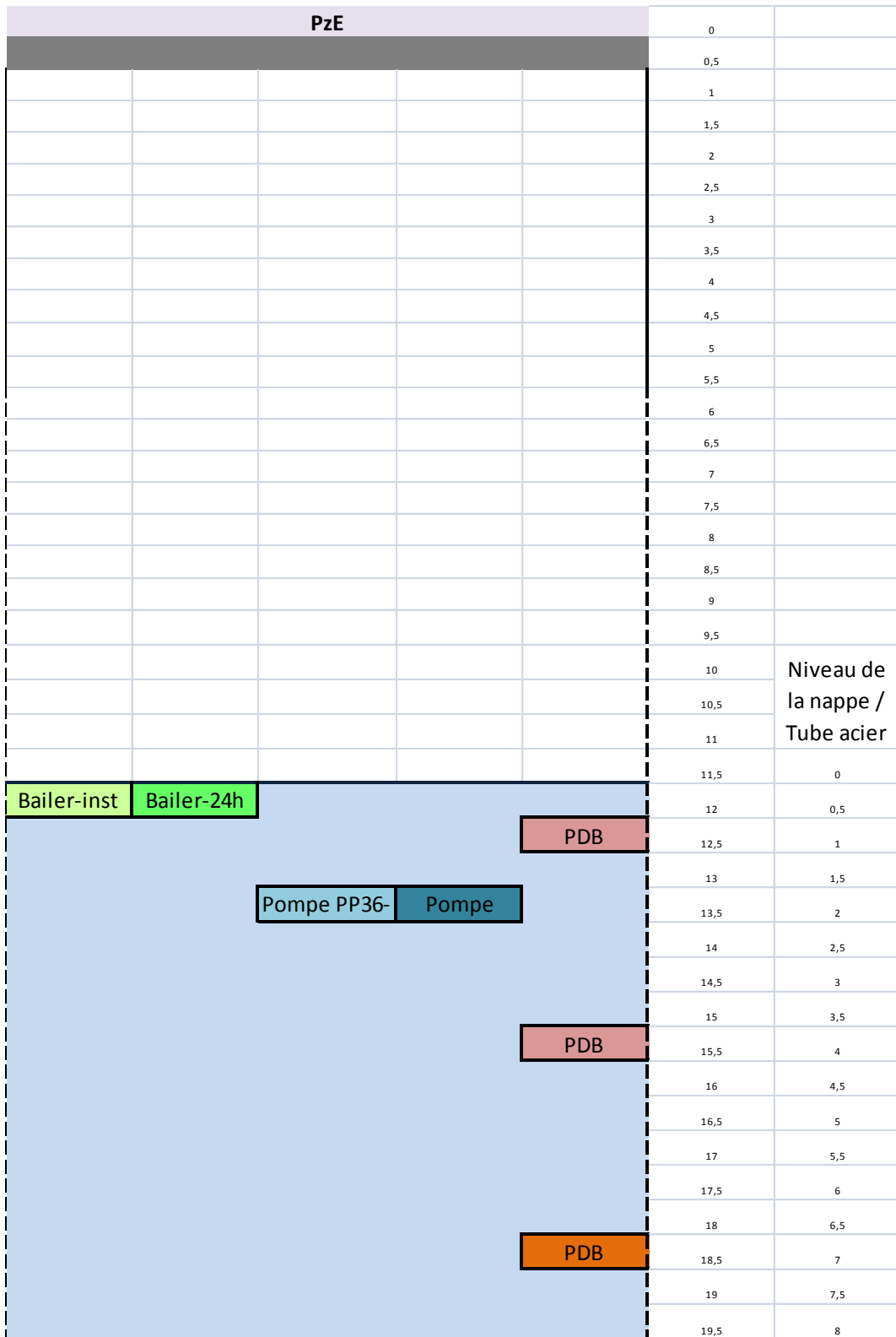






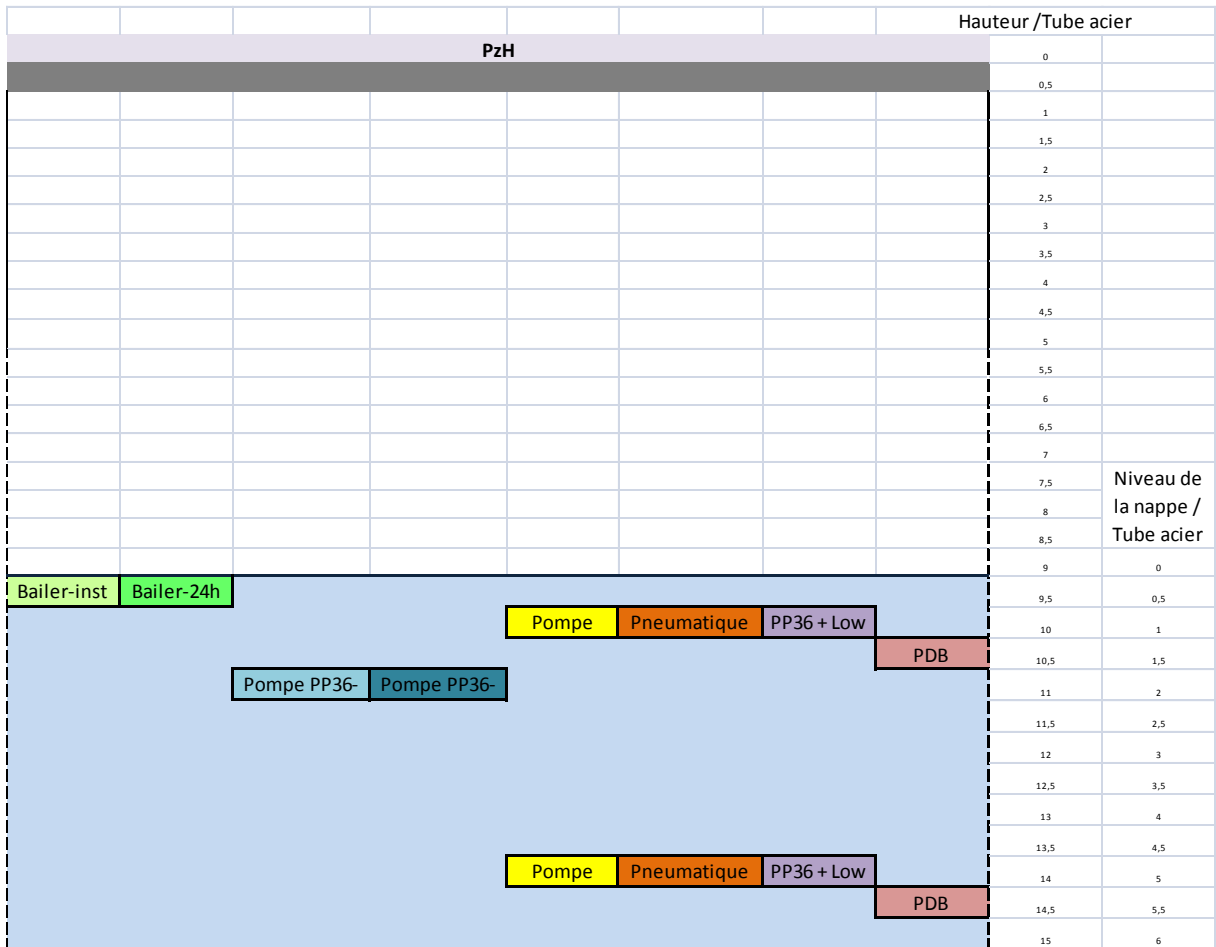
PzC							Hauteur /Tube acier	
							0	
							0,5	
							1	
							1,5	
							2	
							2,5	
							3	
							3,5	
							4	
							4,5	
							5	
							5,5	
							6	
							6,5	
							7	
							7,5	
							8	Niveau de la nappe /
							8,5	Tube acier
							9	
							9,5	0
Bailer-inst	Bailer-24h						10	0,5
							10,5	1
				Pompe	Pneumatique	PP36 + Low	PDB	1,5
		Pompe	Pompe					2
								2,5
							PDB	3
								3,5
								4
								4,5
								5
								5,5
								6
								6,5
				Pompe	Pneumatique	PP36 + Low	PDB	7
								7,5
							PDB	8
								8,5
								9
								9,5
								10
								10,5
								11
				Pompe	Pneumatique	PP36 + Low	PDB	11,5
								12
								12,5
							PDB	13
								13,5
								14
								14,5
								15
								15,5

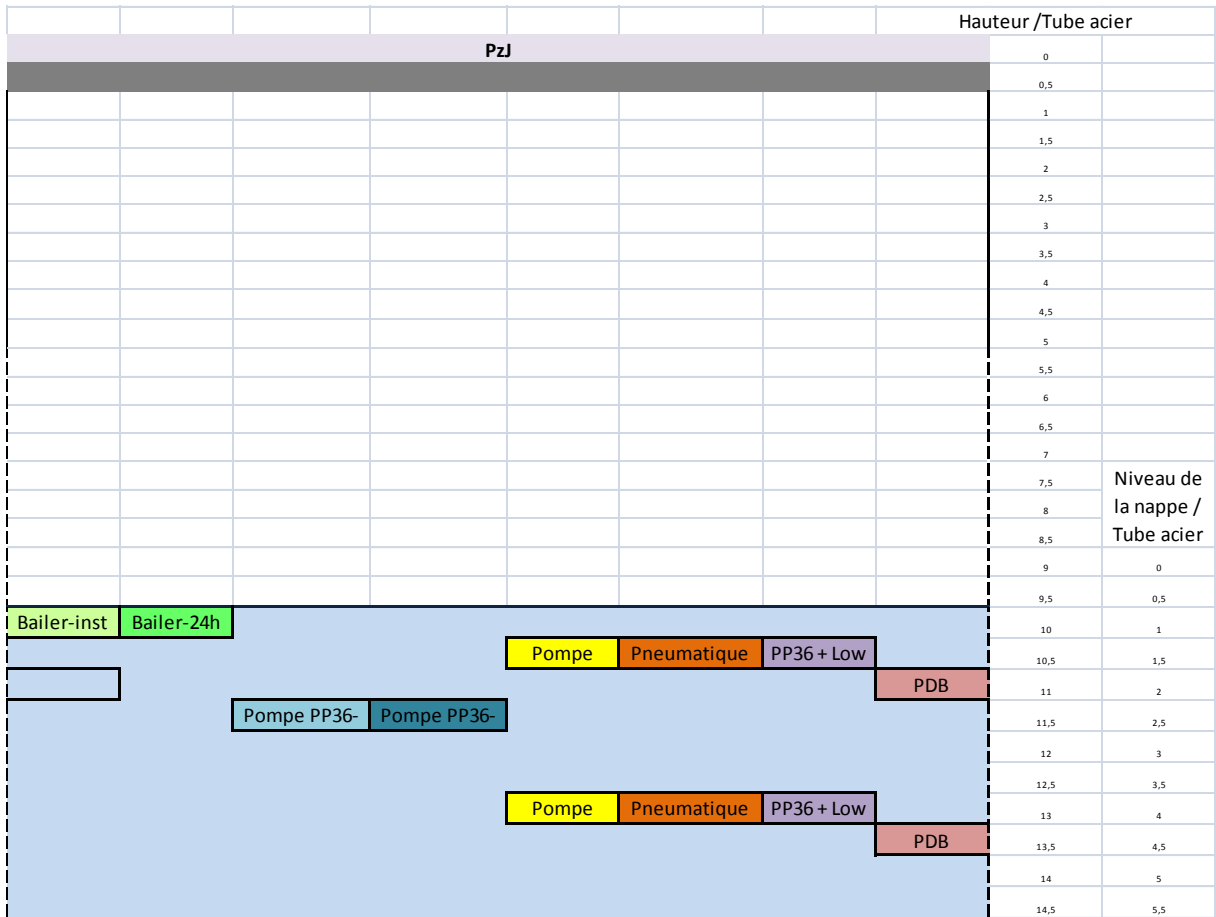
				Hauteur /Tube acier		
PzD				0		
				0,5		
				1		
				1,5		
				2		
				2,5		
				3		
				3,5		
				4		
				4,5		
				5		
				5,5		
				6		
				6,5		
				7		
				7,5	Niveau de la nappe / Tube acier	
				8		
				8,5		
Bailer-inst	Bailer-24h			9	0	
				PDB	9,5	0,5
		Pompe	Pompe		10	1
				PDB	10,5	1,5
					11	2
				11,5	2,5	
				12	3	
				12,5	3,5	
				13	4	
				13,5	4,5	
				14	5	
				14,5	5,5	
				15	6	
				15,5	6,5	
				16	7	
				16,5	7,5	
				17	8	
				17,5	8,5	
				18	9	
				18,5	9,5	
				19	10	
				19,5	10,5	
				20	11	
				20,5	11,5	
				21	12	
				21,5	12,5	
				22	13	
				22,5	13,5	
				23	14	
				23,5	14,5	
				24	15	
				24,5	15,5	



				Hauteur /Tube acier	
<b>PzF</b>				0	
				0,5	
				1	
				1,5	
				2	
				2,5	
				3	
				3,5	
				4	
				4,5	
				5	
				5,5	
				6	
				6,5	
				7	
				7,5	
				8	
				8,5	
				9	
				9,5	Niveau de la nappe / Tube acier
				10	
				10,5	
				11	0
Bailer-inst	Bailer-24h			11,5	0,5
				12	1
				12,5	1,5
		Pompe PP36-inst	Pompe	13	2
				13,5	2,5
				14	3
				14,5	3,5
				15	4
				15,5	4,5
				16	5
				16,5	5,5
				17	6
				17,5	6,5
				18	7

				Hauteur /Tube acier	
<b>PzG</b>				0	
				0,5	
				1	
				1,5	
				2	
				2,5	
				3	
				3,5	
				4	
				4,5	
				5	
				5,5	
				6	
				6,5	
				7	
				7,5	
				8	
				8,5	
				9	
				9,5	Niveau de la nappe / Tube acier
				10	
				10,5	
				11	0
Bailer-inst	Bailer-24h			11,5	0,5
				12	1
				12,5	1,5
				13	2
				13,5	2,5
				14	3
				14,5	3,5
				15	4
				15,5	4,5
				16	5
				16,5	5,5
				17	6
				17,5	6,5
				18	7
				18,5	7,5
				19	8
				19,5	8,5



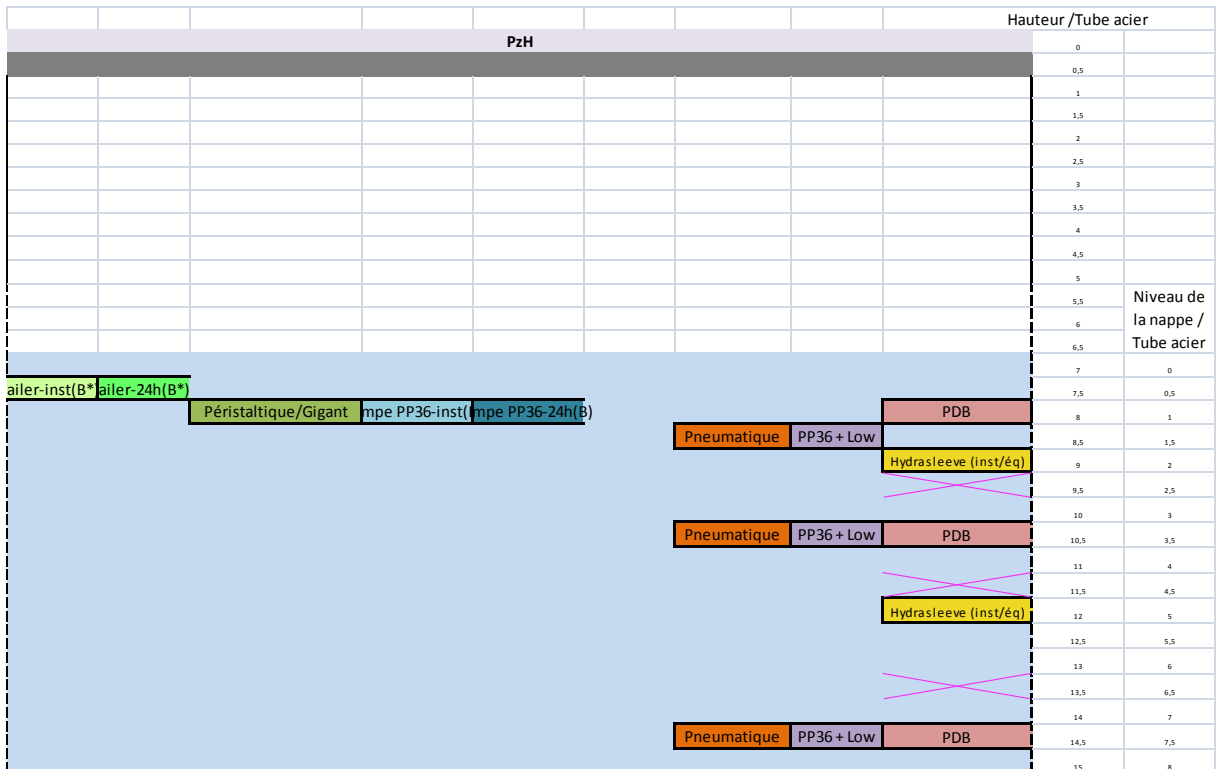
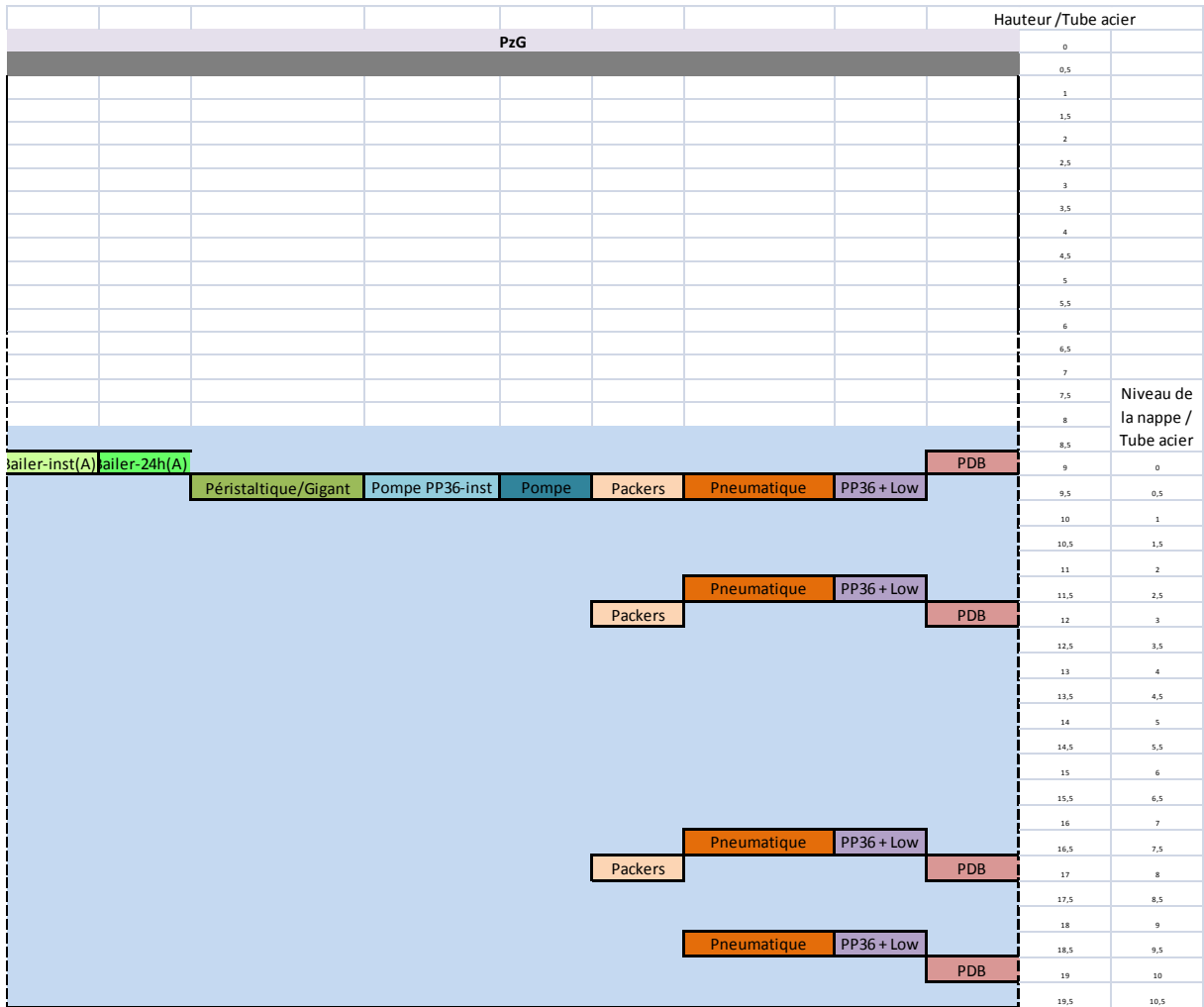


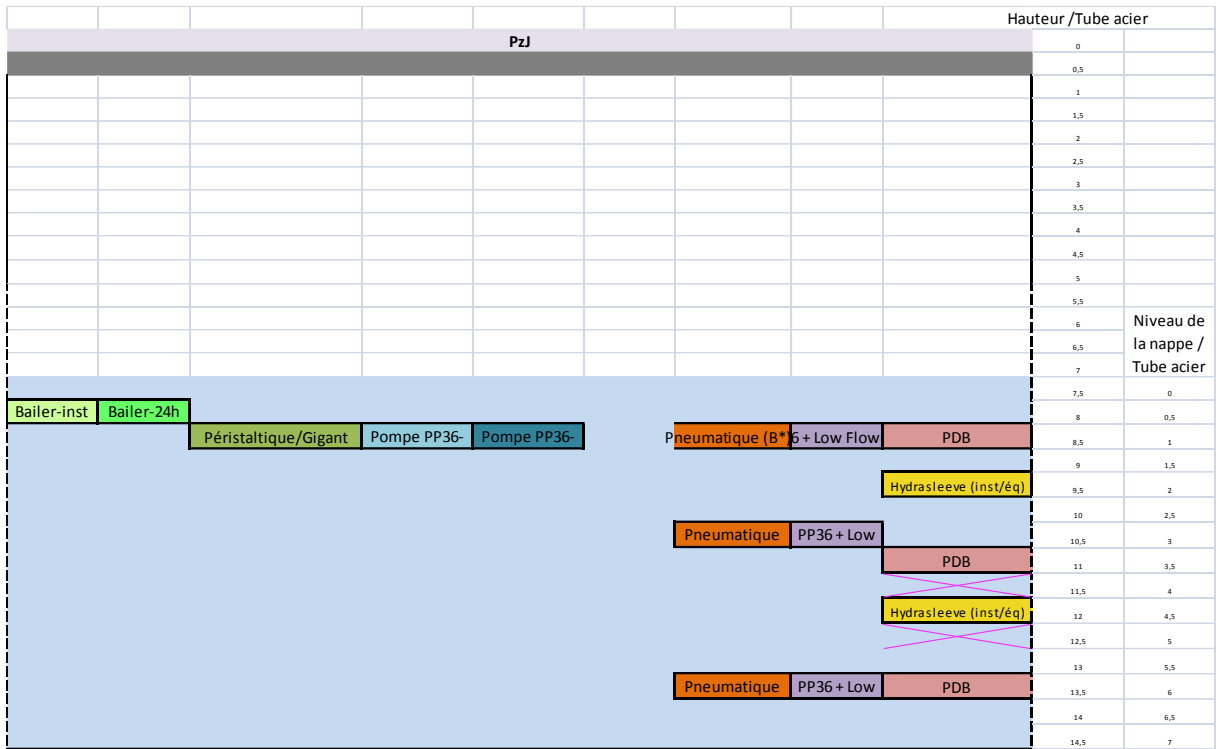
## Campagne de prélèvement de février 2015

PzB							Hauteur /Tube acier		
							0		
							0,5		
							1		
							1,5		
							2		
							2,5		
							3		
							3,5		
							4		
							4,5		
							5		
							5,5		
							6		
							6,5		
							7		
							7,5		
							8		
Bailer-inst(B*)	Bailer-24h(B*)					PDB	8,5	0,5	
		Péristaltique/Gigant	Pompe PP36-	Pompe PP36-	Packers	Pneumatique	P36 + Low Flow	9	1
						PDB	9,5	1,5	
						Hydrasleeve (inst/éq.)	10	2	
						PDB	10,5	2,5	
					Packers	Pneumatique	PP36 + Low	11	3
						PDB	11,5	3,5	
						Hydrasleeve (inst/éq.)	12	4	
						PDB	12,5	4,5	
						Hydrasleeve (inst/éq.)	13	5	
						PDB	13,5	5,5	
						PDB	14	6	
						PDB	14,5	6,5	
						PDB	15	7	
						PDB	15,5	7,5	
					Packers	Pneumatique	PP36 + Low	16	8
						PDB	16,5	8,5	
						PDB	17	9	
						Hydrasleeve (inst/éq.)	17,5	9,5	
						Hydrasleeve (inst/éq.)	18	10	
						PDB	18,5	10,5	
						PDB	19	11	
						PDB	19,5	11,5	
						PDB	20	12	
						PDB	20,5	12,5	
					Packers	Pneumatique	PP36 + Low	21	13
						PDB	21,5	13,5	
						PDB	22	14	
						Hydrasleeve (inst/éq.)	22,5	14,5	
						Hydrasleeve (inst/éq.)	23	15	
						PDB	23,5	15,5	
						PDB	24	16	
						PDB	24,5	16,5	
						PDB	25	17	



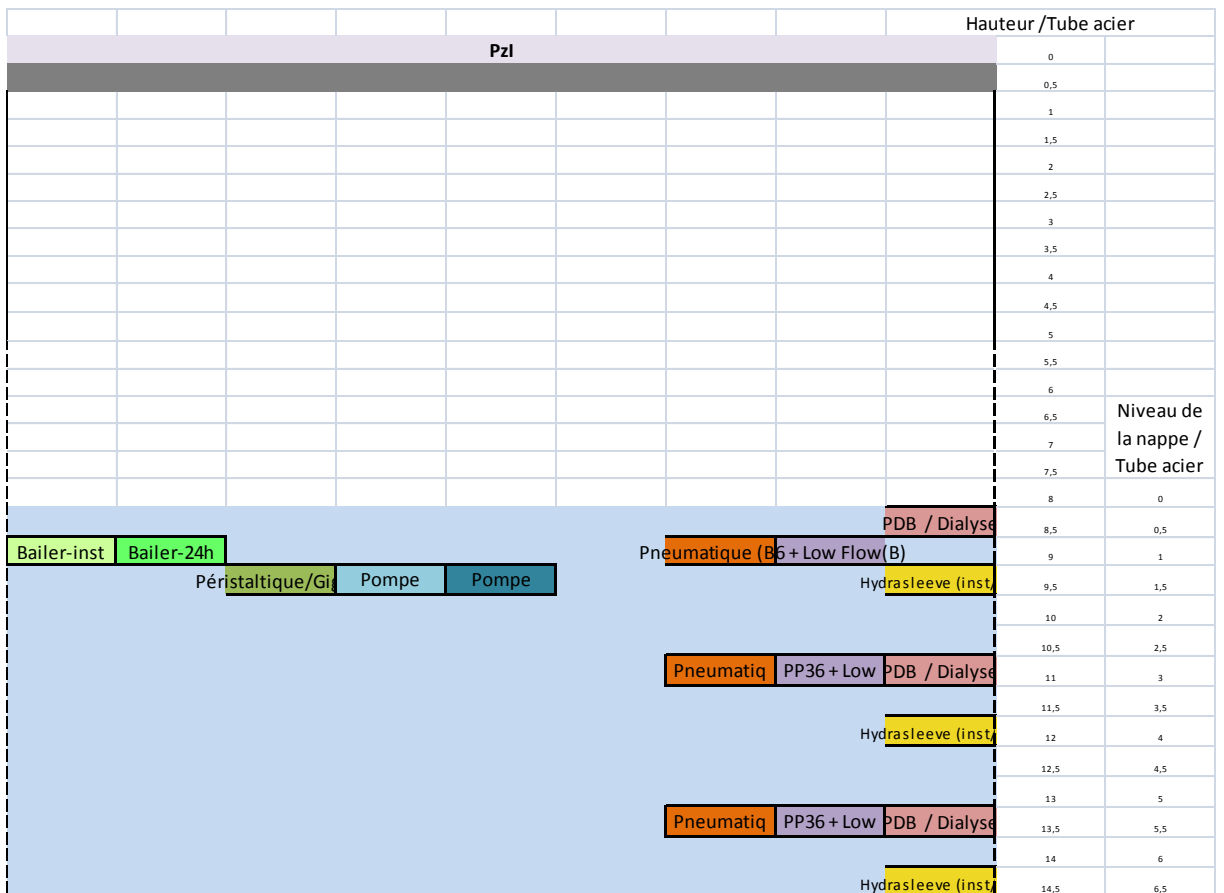
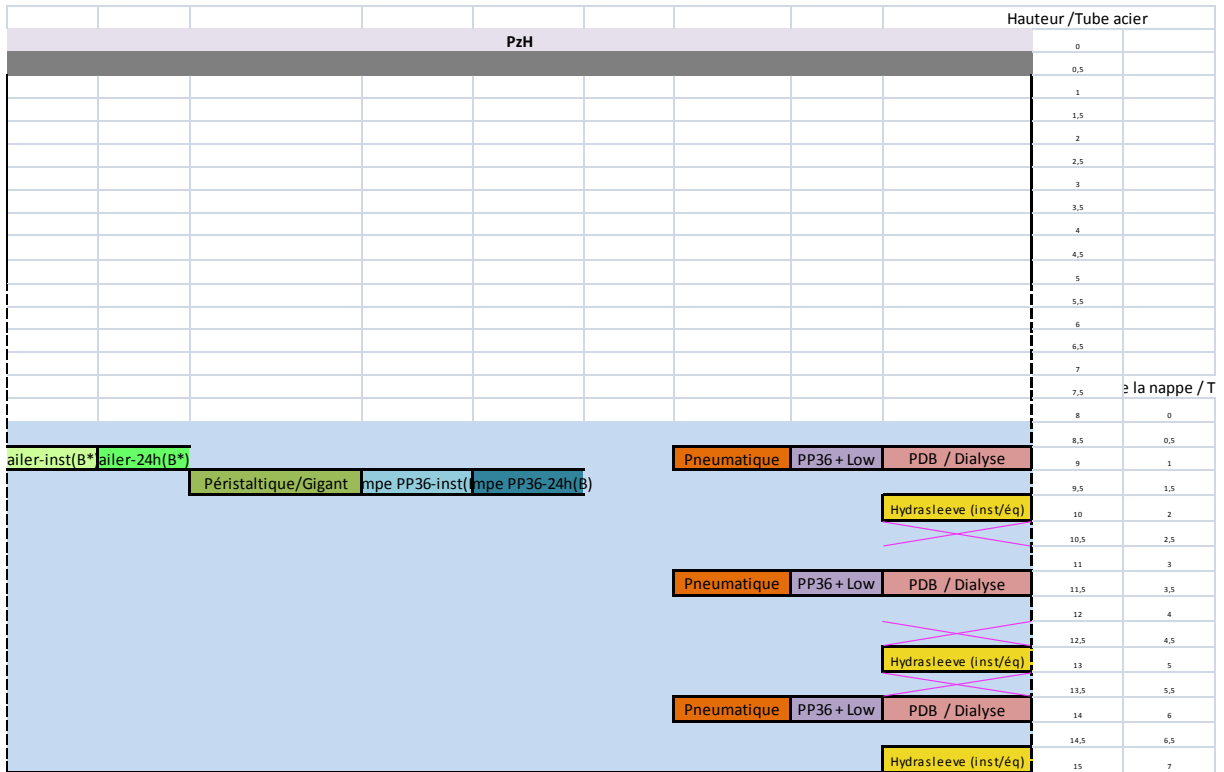
PzC							Hauteur / Tube acier	
							0	
							0,5	
							1	
							1,5	
							2	
							2,5	
							3	
							3,5	
							4	
							4,5	
							5	
							5,5	
							6	
							6,5	Niveau de
							7	la nappe /
							7,5	Tube acier
ailer-inst(B*)	ailer-24h(B*)					PDB	8	0
	Péristaltique/Gigant	pe PP36-inst	pe PP36-24h	Packers	Pneumatique	PP36 + Low Flow	8,5	0,5
						PDB	9	1
						Hydrasleeve (inst/ég)	9,5	1,5
						PDB	10	2
							10,5	2,5
				Packers	Pneumatique	PP36 + Low	11	3
						PDB	11,5	3,5
							12	4
						PDB	12,5	4,5
						Hydrasleeve (inst/ég)	13	5
							13,5	5,5
							14	6
							14,5	6,5
							15	7
						PDB	15,5	7,5
				Packers	Pneumatique	PP36 + Low	16	8
							16,5	8,5
						PDB	17	9
							17,5	9,5
						Hydrasleeve (inst/ég)	18	10
							18,5	10,5
							19	11
							19,5	11,5
							20	12
							20,5	12,5
				Packers	Pneumatique	PP36 + Low	21	13
							21,5	13,5
							22	14
						PDB	22,5	14,5
						Hydrasleeve (inst/ég)	23	15
							23,5	15,5
							24	16
							24,5	16,5
							25	17

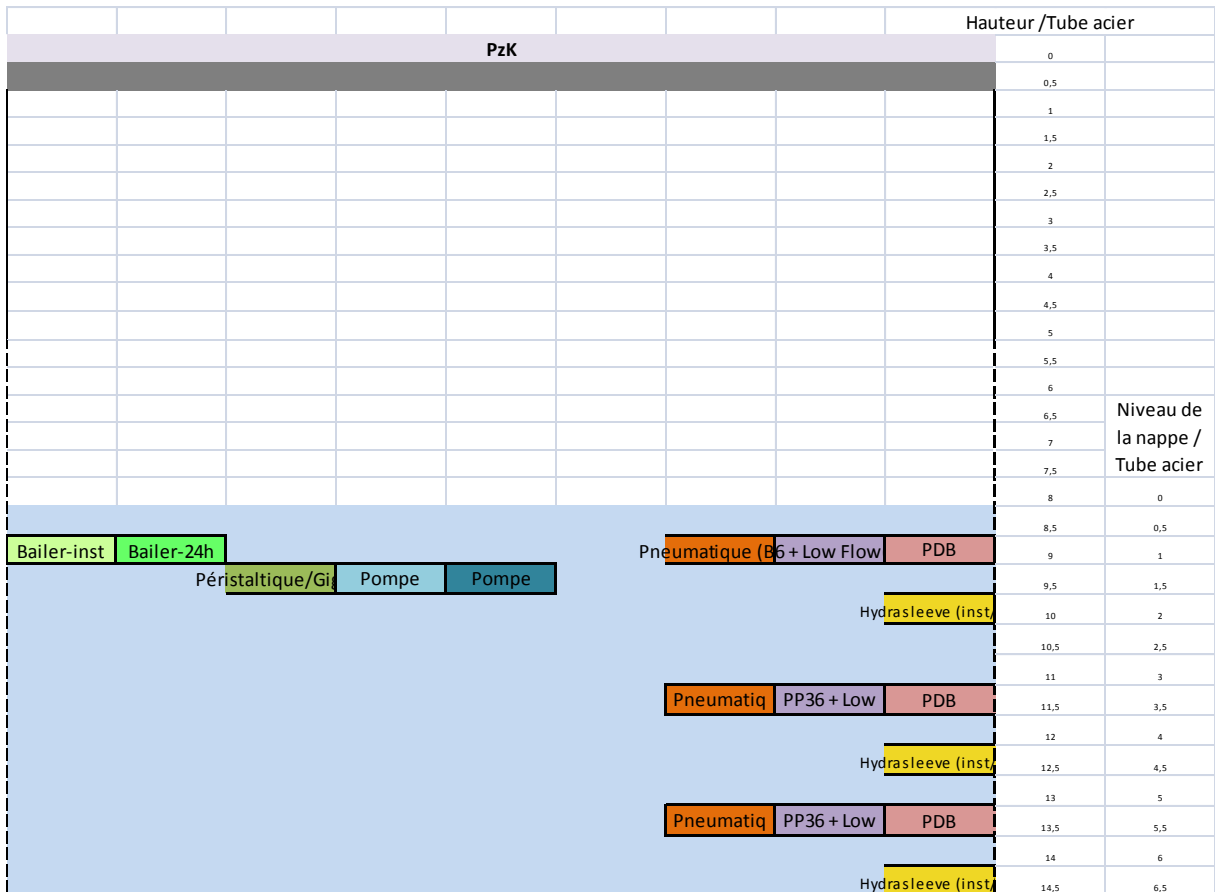
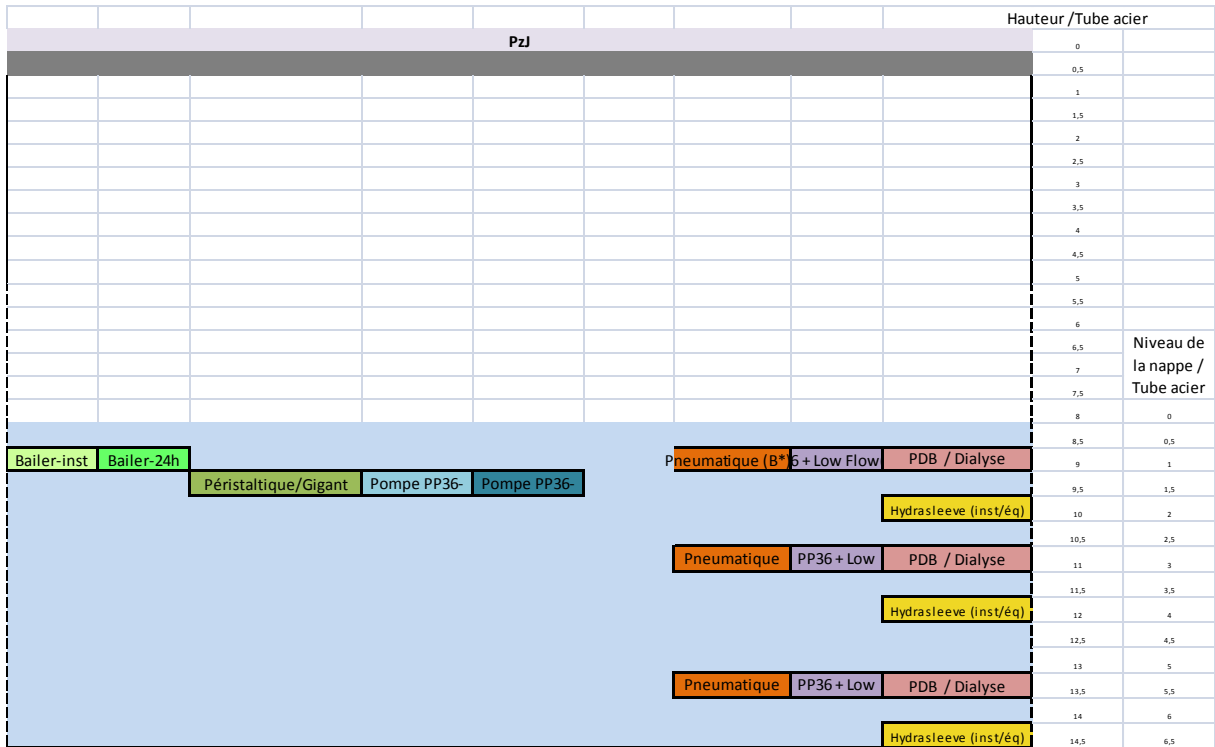






PzC							Hauteur / Tube acier	
							0	
							0,5	
							1	
							1,5	
							2	
							2,5	
							3	
							3,5	
							4	
							4,5	
							5	
							5,5	
							6	
							6,5	
							7	Niveau de la nappe /
							7,5	Tube acier
							8	
							8,5	0
							9	0,5
ailer-inst(B*)	ailer-24h(B*)		Packers	Pneumatique	PP36 + Low Flo	PDB	9,5	1
	Péristaltique/Gigant	pe PP36-inst	pe PP36-24h(B)				10	1,5
						Hydrasleeve (inst/éq)	10,5	2
							11	2,5
			Packers	Pneumatique	PP36 + Low	PDB	11,5	3
							12	3,5
						Hydrasleeve (inst/éq)	12,5	4
							13	4,5
							13,5	5
							14	5,5
							14,5	6
							15	6,5
							15,5	7
			Packers	Pneumatique	PP36 + Low	PDB	16	7,5
							16,5	8
						Hydrasleeve (inst/éq)	17	8,5
							17,5	9
							18	9,5
							18,5	10
							19	10,5
							19,5	11
							20	11,5
							20,5	12
			Packers	Pneumatique	PP36 + Low	PDB	21	12,5
							21,5	13
						Hydrasleeve (inst/éq)	22	13,5
							22,5	14
							23	14,5
							23,5	15
							24	15,5
							24,5	16
							25	16,5





## Campagne de prélèvement de septembre 2015

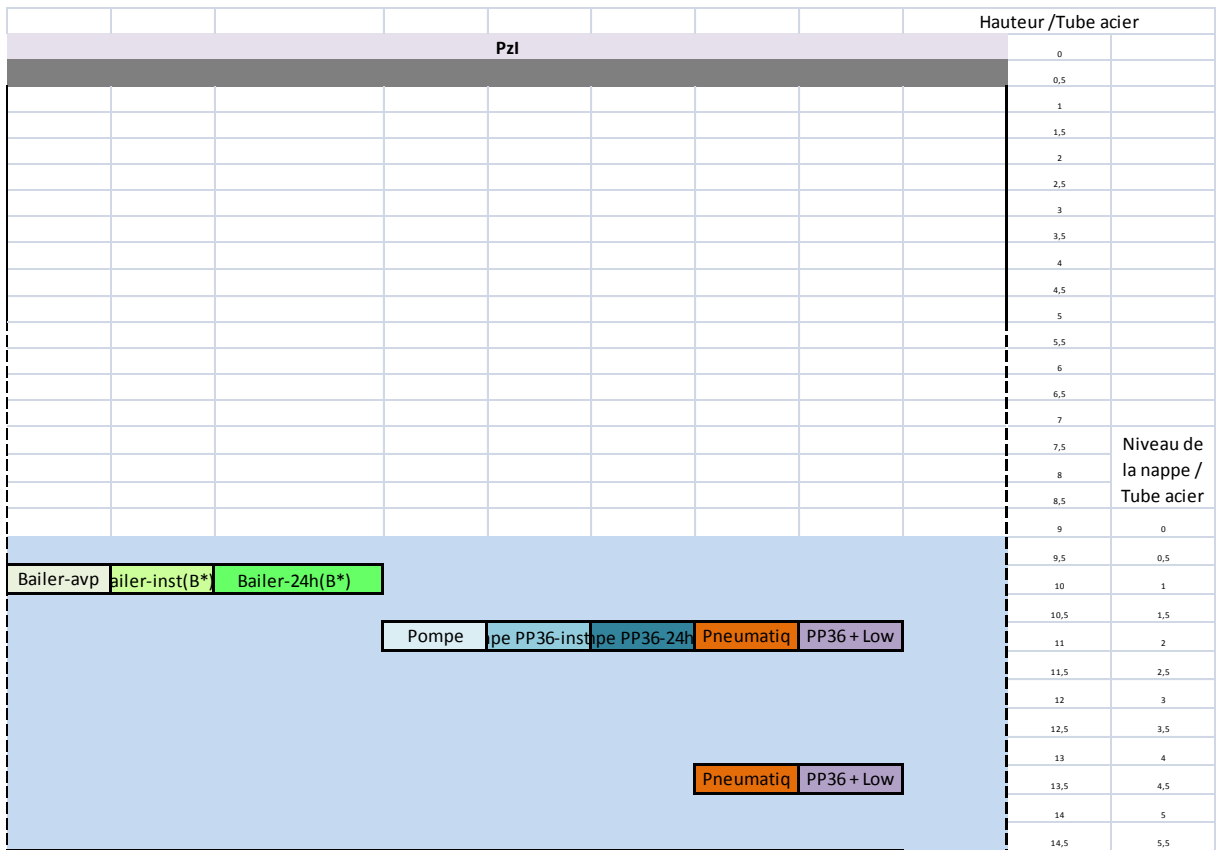
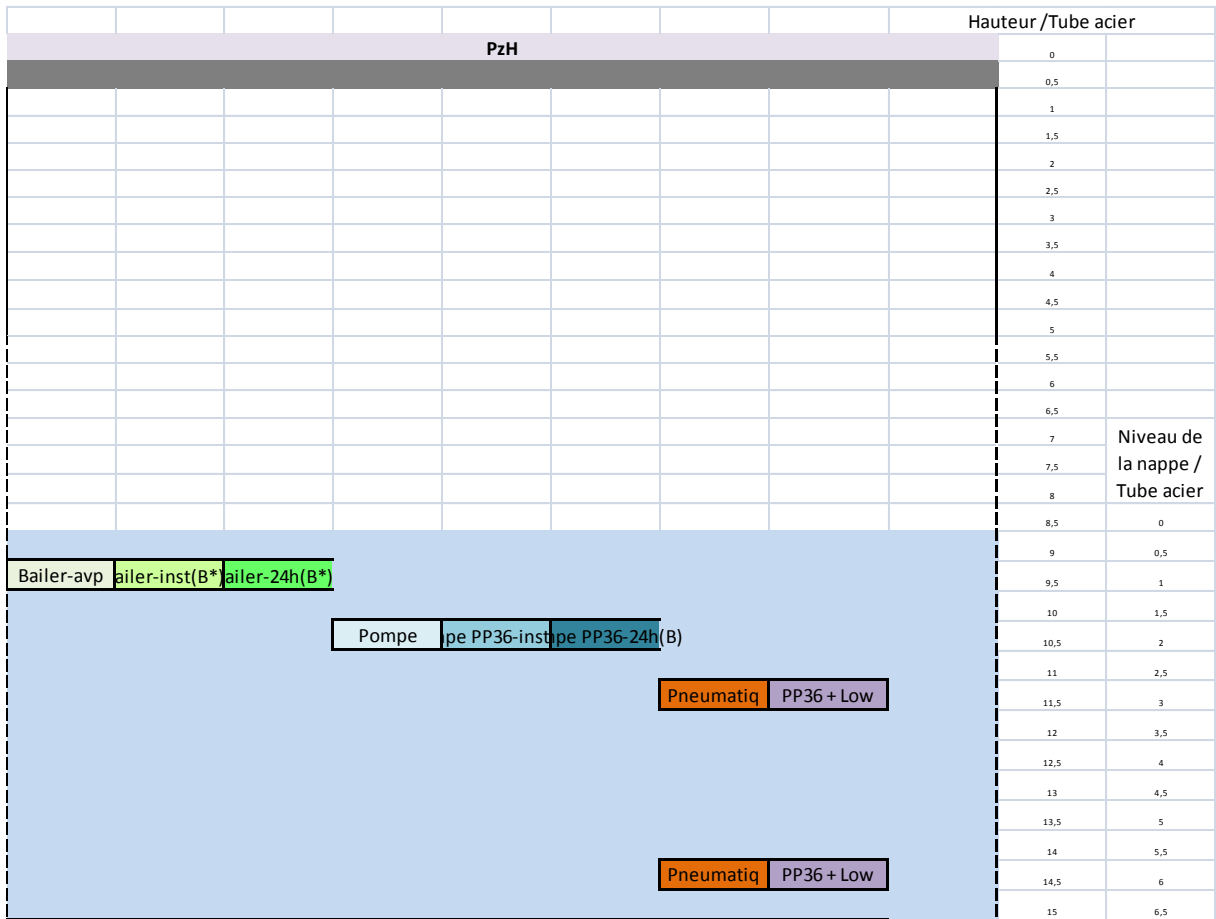
Hauteur /Tube acier			PzB	
<b>PzA</b>	0			0,5
	0,5			1
	1			1,5
	1,5			2
	2			2,5
	2,5			3
	3			3,5
	3,5			4
	4			4,5
	4,5			5
	5			5,5
	5,5			6
	6			6,5
	6,5			7
	7			7,5
	7,5	Niveau de la nappe / Tube acier		Niveau de la nappe / Tube acier
	8			
	8,5	0		8,5
	9	0,5		9
Packers	9,5	1		9,5
	10	1,5		10
	10,5	2		10,5
	11	2,5	Packers	11
	11,5	3		11,5
	12	3,5		12
	12,5	4		12,5
	13	4,5		13
	13,5	5		13,5
	14	5,5		14
	14,5	6		14,5
Packers	15	6,5		15
	15,5	7		15,5
	16	7,5	Packers	16
	16,5	8		16,5
	17	8,5		17
	17,5	9		17,5
	18	9,5		18
	18,5	10		18,5
Packers	19	10,5		19
	19,5	11		19,5
	20	11,5		20
	20,5	12		20,5
	21	12,5		21
	21,5	13		21,5
	22	13,5	Packers	22
	22,5	14		22,5
	23	14,5		23
	23,5	15		23,5
	24	15,5		24
	24,5	16		24,5
	25	16,5		25

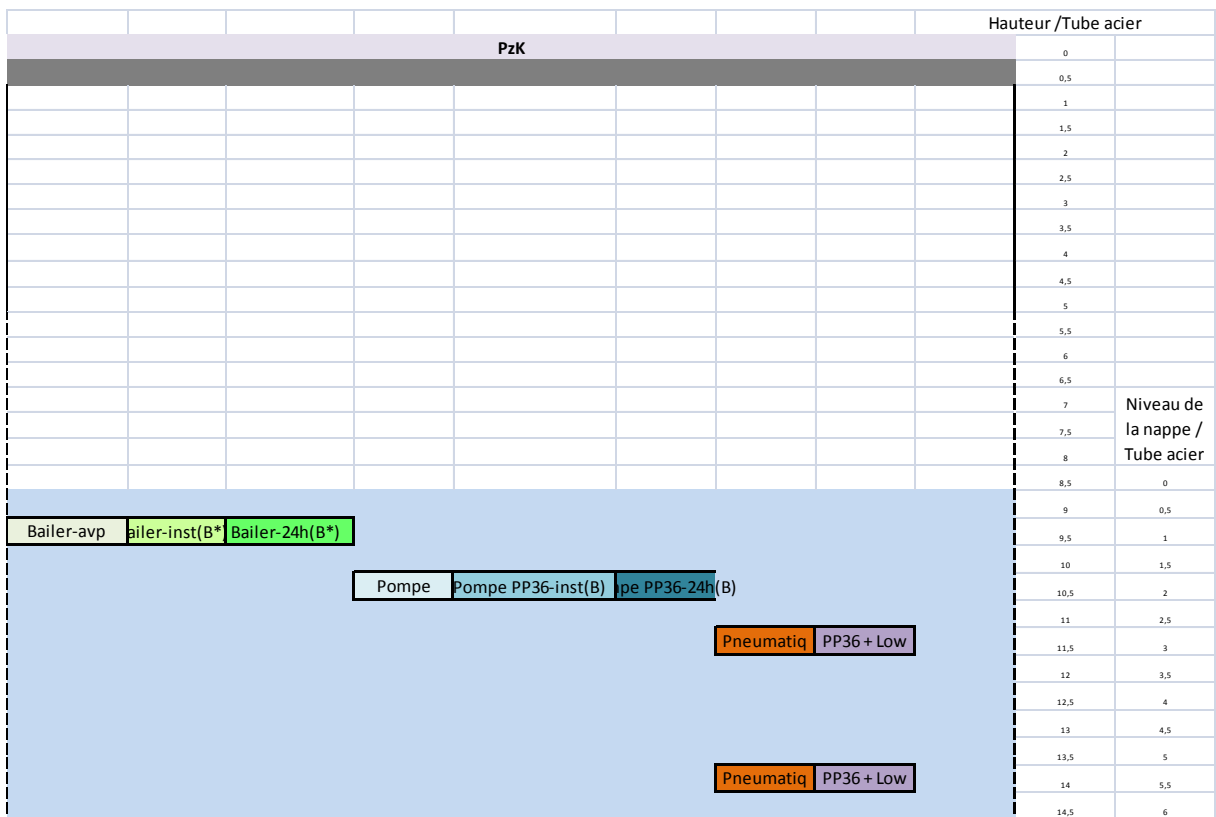
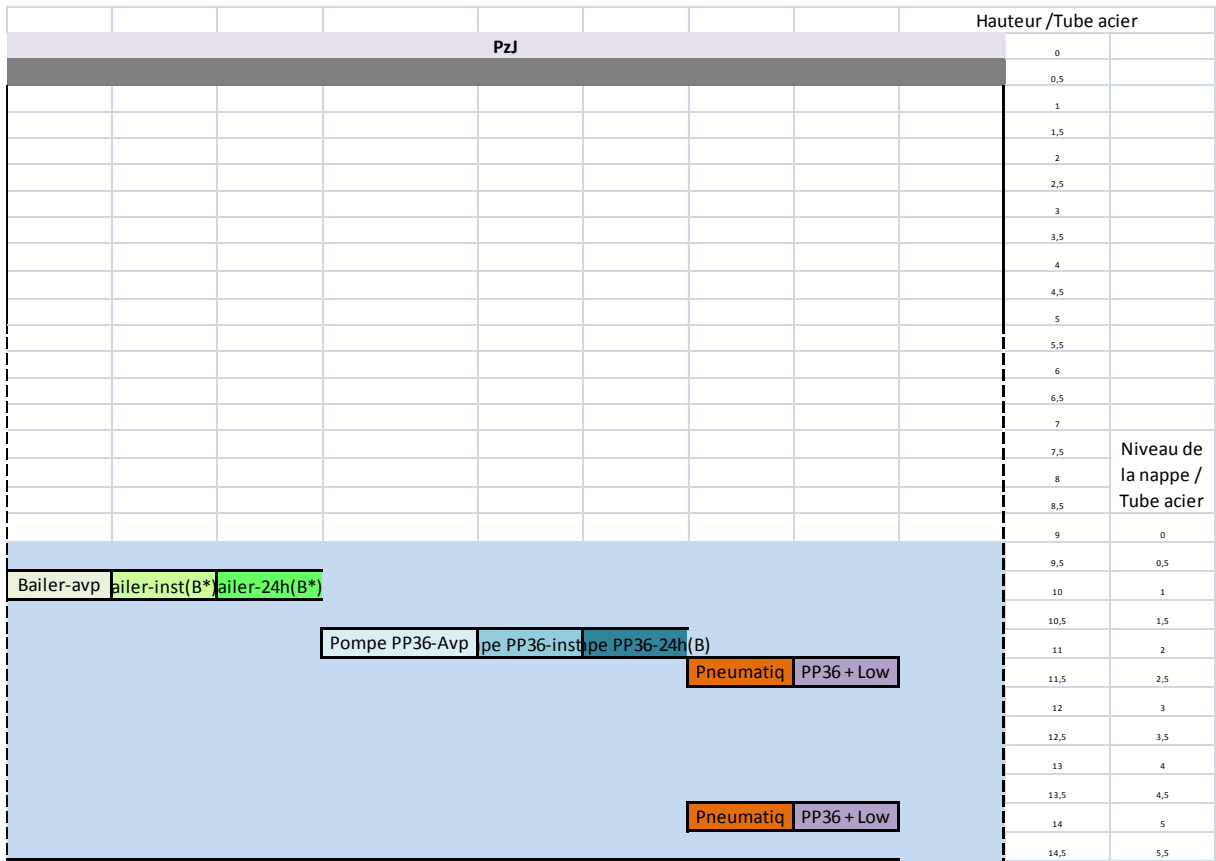


PzD			PzC		
	0,5			1	
	1			1,5	
	1,5			2	
	2			2,5	
	2,5			3	
	3			3,5	
	3,5			4	
	4			4,5	
	4,5			5	
	5			5,5	
	5,5			6	
	6			6,5	
	6,5	Niveau de la nappe / Tube acier		7	
	7			7,5	
	7,5			8	Niveau de la nappe / Tube acier
	8	0		8,5	
	8,5	0,5		9	0
Packers	9	1		9,5	0,5
	9,5	1,5		10	1
	10	2		10,5	1,5
	10,5	2,5	Packers	11	2
Packers	11	3		11,5	2,5
	11,5	3,5		12	3
	12	4		12,5	3,5
	12,5	4,5		13	4
	13	5		13,5	4,5
	13,5	5,5		14	5
	14	6		14,5	5,5
	14,5	6,5		15	6
	15	7		15,5	6,5
	15,5	7,5	Packers	16	7
	16	8		16,5	7,5
	16,5	8,5		17	8
	17	9		17,5	8,5
	17,5	9,5		18	9
	18	10		18,5	9,5
Packers	18,5	10,5		19	10
	19	11		19,5	10,5
	19,5	11,5		20	11
	20	12		20,5	11,5
	20,5	12,5	Packers	21	12
	21	13		21,5	12,5
	21,5	13,5		22	13
	22	14		22,5	13,5
	22,5	14,5		23	14
	23	15		23,5	14,5
	23,5	15,5		24	15
	24	16		24,5	15,5
	24,5	16,5		25	
	25	17			



Hauteur /Tube acier		
<b>PzG</b>	0	
	0,5	
	1	
	1,5	
	2	
	2,5	
	3	
	3,5	
	4	
	4,5	
	5	
	5,5	
	6	
	6,5	
	7	
	7,5	
	8	
	8,5	
	9	Niveau de la nappe / Tube acier
	9,5	
	10	
	10,5	0
	11	0,5
<b>Packers</b>	11,5	1
	12	1,5
<b>Packers</b>	12,5	2
	13	2,5
	13,5	3
	14	3,5
	14,5	4
	15	4,5
	15,5	5
<b>Packers</b>	16	5,5
	16,5	6
	17	6,5
	17,5	7
	18	7,5
	18,5	8
	19	8,5
	19,5	9





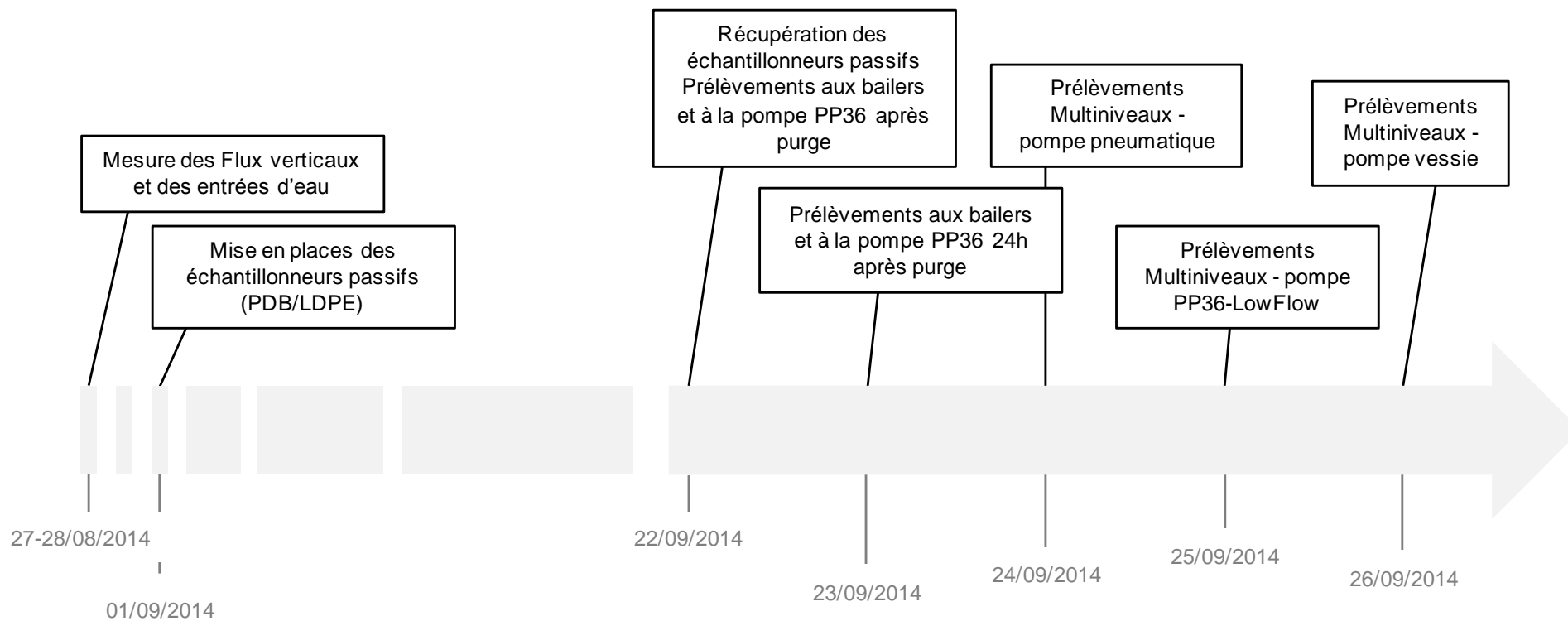


## **ANNEXE 2**

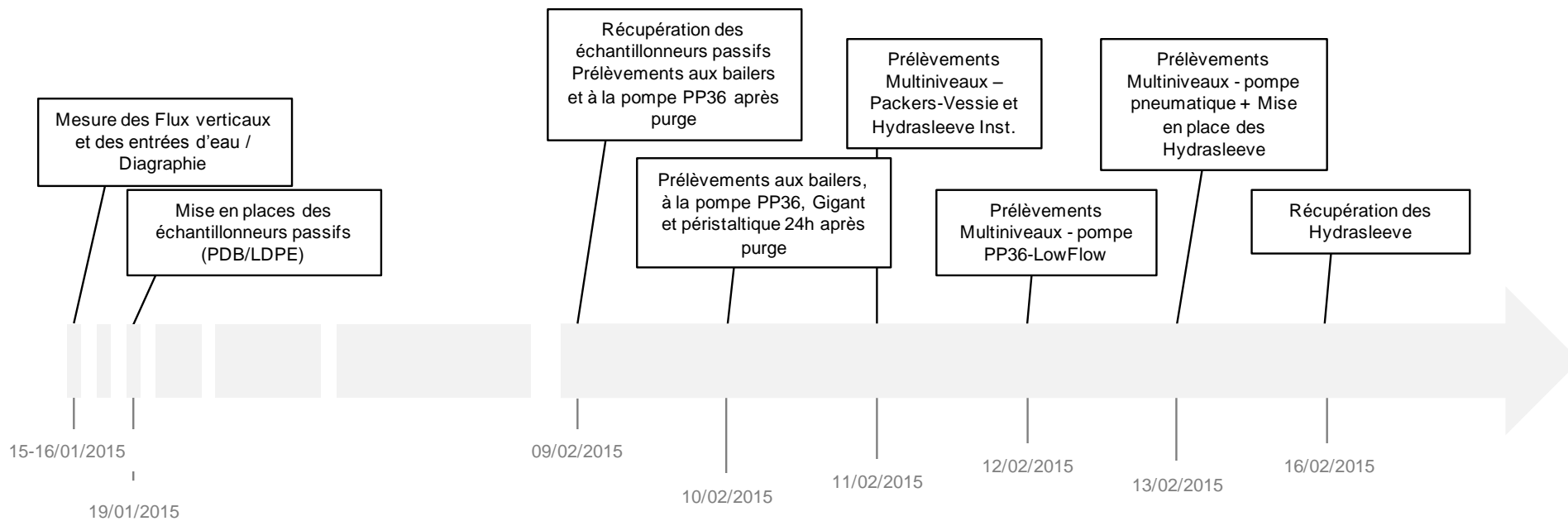
Chronologies des opérations réalisées aux différentes campagnes de prélèvement



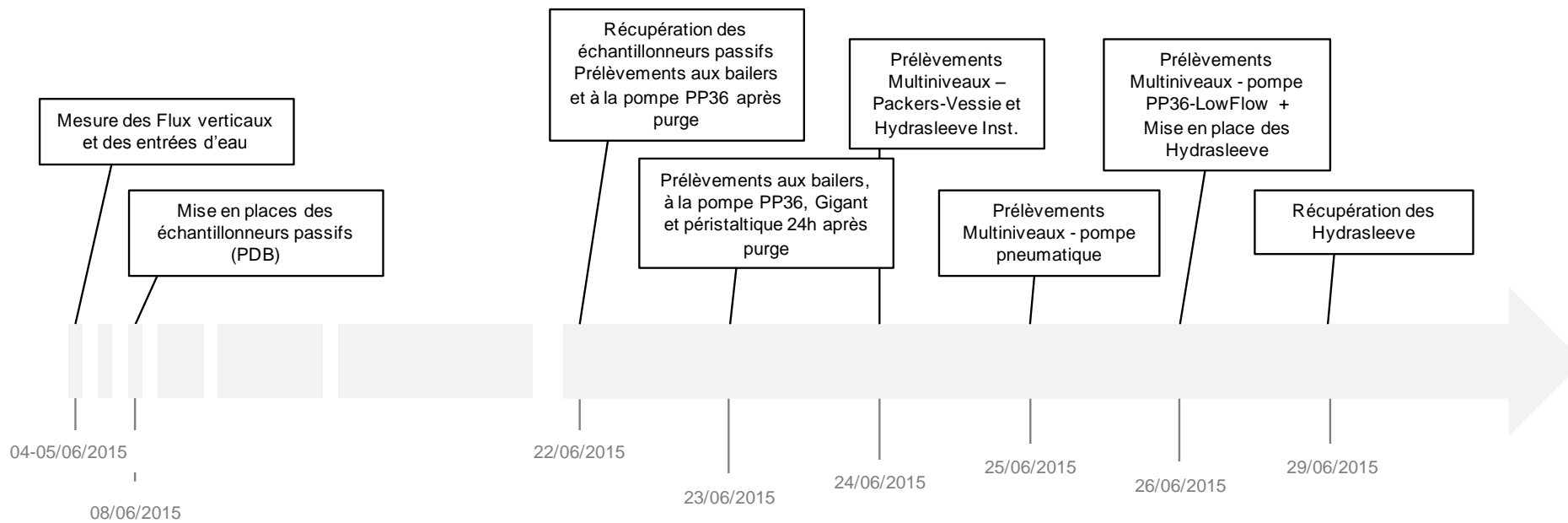




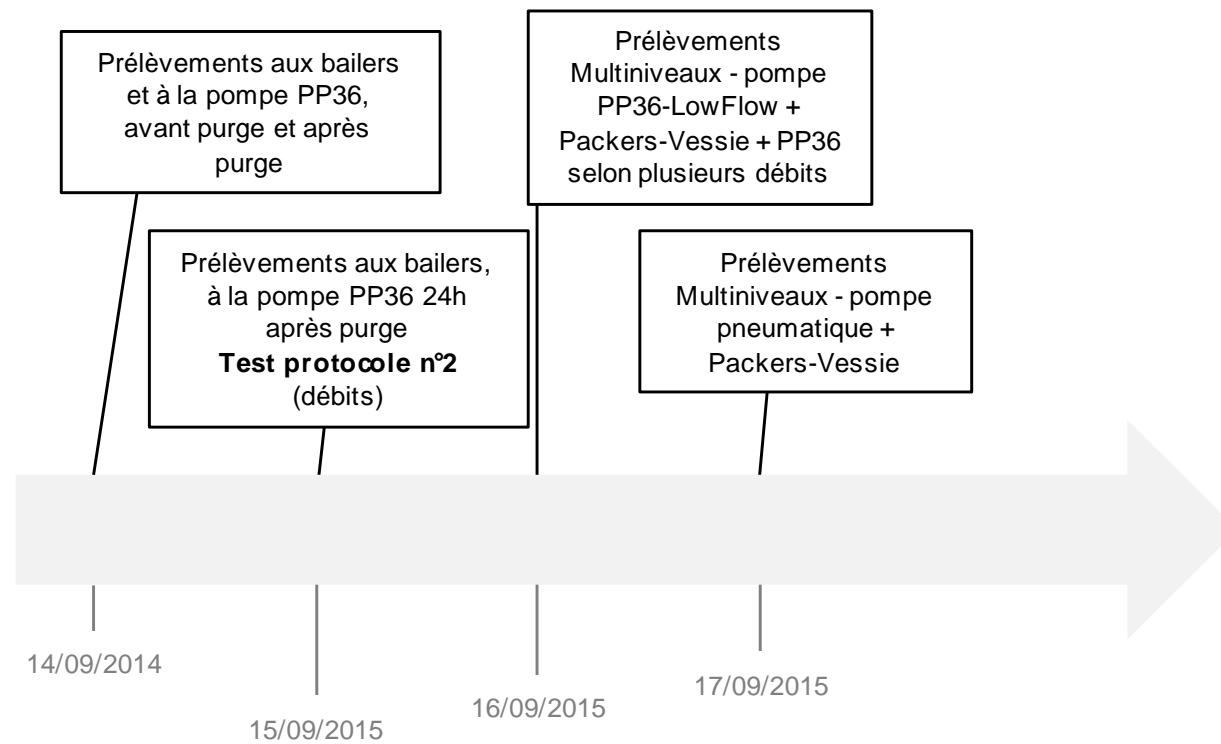
*Chronologie des actions menées lors de la campagne de prélèvement de septembre 2014*



*Chronologie des actions menées lors de la campagne de prélèvement de février 2015*



*Chronologie des actions menées lors de la campagne de prélèvement de juin 2015*



*Chronologie des actions menées lors de la campagne de prélèvement de septembre 2015*

## **ANNEXE 3**

Débits de purge et de prélèvement



**Campagne de prélèvement – Sept. 2014 – Débits de purge et de prélèvement au droit des différents ouvrages pour les différents outils testés**

Nom de l'ouvrage	Niveau de prélèvement	Débit de purge (L/min)	Débits de prélèvement (L/min)					
			Pompe PP36-Ap	Pompe PP36-Rpp	Pompe Gigant	Pompe Péristaltique	Pompe à vessie	Pompe PP36-LF
PzA	Niveau 1	8,40	1,80	1,80				
PzB	Niveau 1	8,40	1,80	1,80			0,25	0,60
	Niveau 2							
	Niveau 3							
PzC	Niveau 1	8,40	1,80	1,80			0,25	0,50
	Niveau 2							
	Niveau 3							
PzD	Niveau 1	8,40	1,80	1,80				
PzE	Niveau 1	8,40	1,80	1,80				
PzF	Niveau 1	8,40	1,80	1,80				
PzG	Niveau 1	8,40	1,80	1,80				
PzH	Niveau 1	8,40	1,80	1,80				0,50
	Niveau 2							0,50
PzJ	Niveau 1	8,40	1,80	1,80				0,50
	Niveau 2							0,50

**Campagne de prélèvement – Fév. 2015 - Débits de purge et de prélèvement au droit des différents ouvrages pour les différents outils testés**

Nom de l'ouvrage	Niveau de prélèvement	Débit de purge (L/min)	Débits de prélèvement (L/min)					
			Pompe PP36-Ap	Pompe PP36-Rpp	Pompe Gigant	Pompe Péristaltique	Pompe à vessie	Pompe PP36-LF
PzB	Niveau 1	8,20	2,00	1,50	3,00	0,20	0,25	0,50
	Niveau 2				3,00	0,20	0,25	0,50
	Niveau 3				3,00	0,20	0,25	0,50
	Niveau 4				3,00	0,20	0,25	0,60
PzC	Niveau 1	8,20	2,20	1,70	3,00	0,20	0,25	0,50
	Niveau 2				3,00	0,20	0,25	0,50
	Niveau 3				3,00	0,20	0,25	0,50
	Niveau 4				3,00	0,20	0,25	0,50
PzG	Niveau 1	8,40	2,00	1,80	3,00	0,20		0,50
	Niveau 2				3,00	0,20		0,50
	Niveau 3				3,00	0,20		0,50
	Niveau 4				3,00	0,20		0,60
PzH	Niveau 1	8,20	2,00	1,40	3,00	0,20		0,50
	Niveau 2				3,00	0,20		0,50
	Niveau 3				3,00	0,20		0,50
PzJ	Niveau 1	8,40	2,20	1,70	3,00	0,20		0,50
	Niveau 2				3,00	0,20		0,50
	Niveau 3				3,00	0,20		0,50

**Campagne de prélèvement – Juin 2015 - Débits de purge et de prélèvement au droit des différents ouvrages pour les différents outils testés**

Nom de l'ouvrage	Niveau de prélèvement	Débit de purge (L/min)	Débits de prélèvement (L/min)					
			Pompe PP36-Ap	Pompe PP36-Rpp	Pompe Gigant	Pompe Péristaltique	Pompe à vessie	Pompe PP36-LF
PzB	Niveau 1	7,20	2,20	1,80			0,25	0,50
	Niveau 2						0,25	0,50
	Niveau 3						0,25	0,50
PzC	Niveau 1	7,50	2,20	1,80			0,25	0,50
	Niveau 2						0,25	0,50
	Niveau 3						0,25	0,50
PzH	Niveau 1	7,20	2,00	1,80	3,00	0,20		0,50
	Niveau 2				3,00	0,20		0,50
Pzi	Niveau 1	8,00	2,20	1,80	3,00	0,20		0,50
	Niveau 2				3,00	0,20		0,50
Pzj	Niveau 1	7,20	2,20	1,80	3,00			0,50
	Niveau 2				3,00			0,50
Pzk	Niveau 1	7,40	2,20	1,80	3,00	0,20		0,50
	Niveau 2				3,00	0,20		0,50



Campagne de prélèvement – Sept. 2015 - Débits de purge et de prélèvement au droit des différents ouvrages pour les différents outils testés

Nom de l'ouvrage	Niveau de prélèvement	Débit de purge (L/min)	Débits de prélèvement (L/min)					
			Pompe PP36-Ap	Pompe PP36-Rpp	Pompe Gigant	Pompe Péristaltique	Pompe à vessie	Pompe PP36-LF
PzA	Niveau 1						0,25	
	Niveau 2						0,25	
	Niveau 3						0,25	
PzB	Niveau 1						0,25	
	Niveau 2						0,25	
	Niveau 3						0,25	
PzC	Niveau 1						0,25	
	Niveau 2						0,25	
	Niveau 3						0,25	
PzD	Niveau 1						0,25	
	Niveau 2						0,25	
	Niveau 3						0,25	
PzE	Niveau 1						0,25	
	Niveau 2						0,25	
	Niveau 3						0,25	
PzF	Niveau 1						0,25	
	Niveau 2						0,25	
	Niveau 3						0,25	
PzG	Niveau 1						0,25	
	Niveau 2						0,25	
	Niveau 3						0,25	
PzH	Niveau 1	7,50	2,00	2,00				0,50
	Niveau 2							0,50
PzI	Niveau 1	7,50	2,00	2,00				0,50
	Niveau 2							0,50
PzJ	Niveau 1	7,80	2,00	2,00				0,50
	Niveau 2							0,50
PzK	Niveau 1	8,00	2,00	2,00				0,50
	Niveau 2							0,50



## **ANNEXE 4**

Incertitudes sur les différents composés analysés selon le laboratoire AGROLAB  
Group – AL-WEST B.V.



Paramètre	Incertitude sur le résultat	Méthode d'analyse
<b>Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques</b>		
Naphtalène	±13%	méthode interne
Acénaphylène	±38%	méthode interne
Acénaphène	±17%	méthode interne
Fluorène	±11%	méthode interne
Phénanthrène	±10%	méthode interne
Anthracène	±14%	méthode interne
Fluoranthène	±10%	méthode interne
Pyrène	±12%	méthode interne
Benzo(a)anthracène	±10%	méthode interne
Chrysène	±13%	méthode interne
Benzo(b)fluoranthène	±18%	méthode interne
Benzo(k)fluoranthène	±23%	méthode interne
Benzo(a)pyrène	±22%	méthode interne
Dibenzo(ah)anthracène	±43%	méthode interne
Benzo(g,h,i)pérylène	±33%	méthode interne
Indéno(1,2,3-cd)pyrène	±26%	méthode interne
<b>BTEX</b>		
Benzène	±14%	EN-ISO 11423-1
Toluène	±10%	EN-ISO 11423-1
Ethylbenzène	±19%	EN-ISO 11423-1
m,p-Xylène	±18%	EN-ISO 11423-1
o-Xylène	±13%	EN-ISO 11423-1
<b>Hydrocarbures totaux &gt;C10-C40</b>		
Fraction C10-C12	±15%	EN-ISO 9377-2
Fraction C12-C16	±15%	EN-ISO 9377-2
Fraction C16-C20	±15%	EN-ISO 9377-2
Fraction C20-C24	±15%	EN-ISO 9377-2
Fraction C24-C28	±15%	EN-ISO 9377-2
Fraction C28-C32		EN-ISO 9377-2
Fraction C32-C36	±15%	EN-ISO 9377-2
Fraction C36-C40	±15%	EN-ISO 9377-2
<b>Hydrocarbures volatils &gt;C5-C10</b>		
Fraction C5-C6		ISO 11423-1
Hydrocarbures C6-C8	±20%	ISO 11423-1
Hydrocarbures C8-C10	±20%	ISO 11423-1



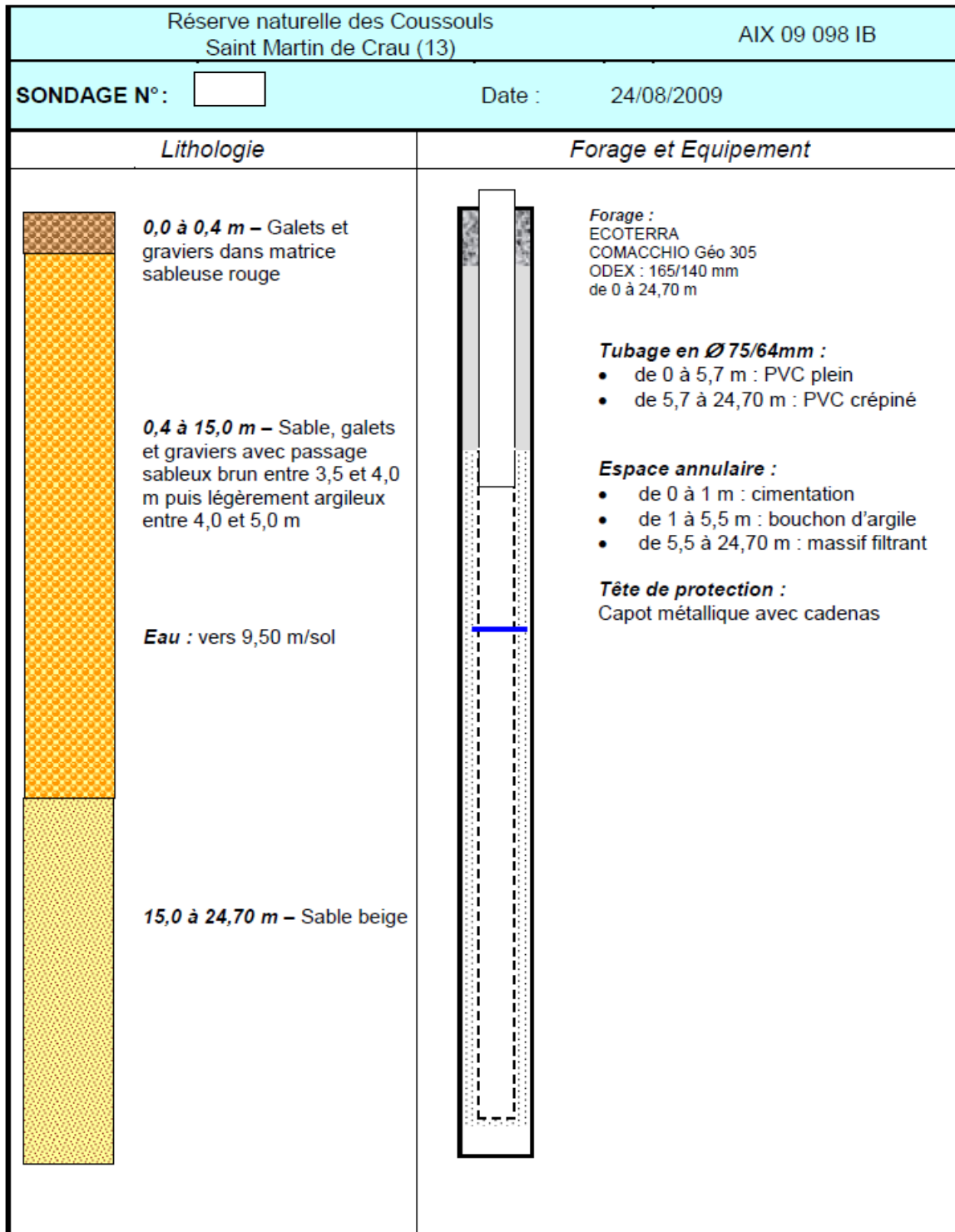
## **ANNEXE 5**

Coupes lithologiques des différents ouvrages utilisés pour les campagnes de prélèvement et pour la validation de la démarche

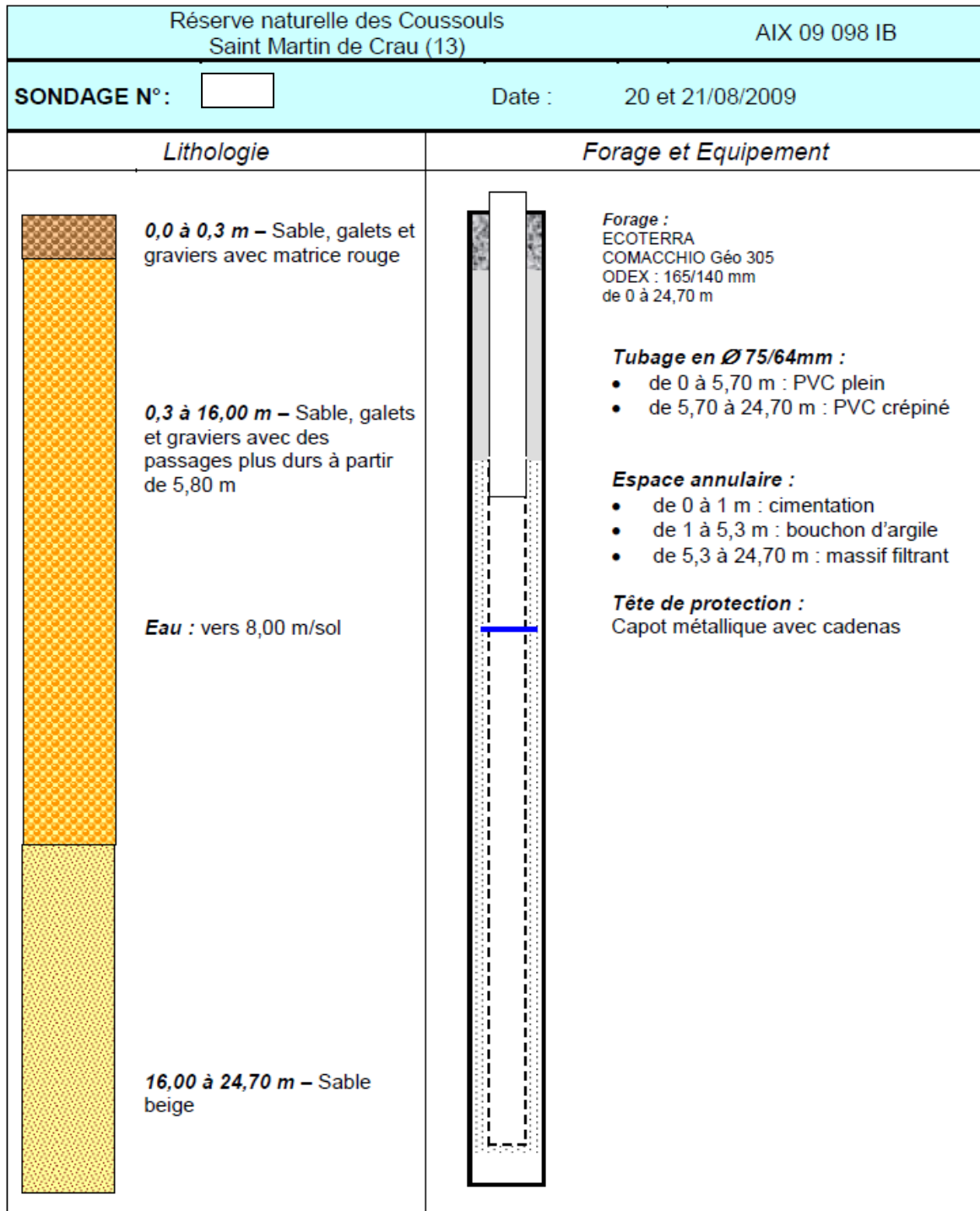




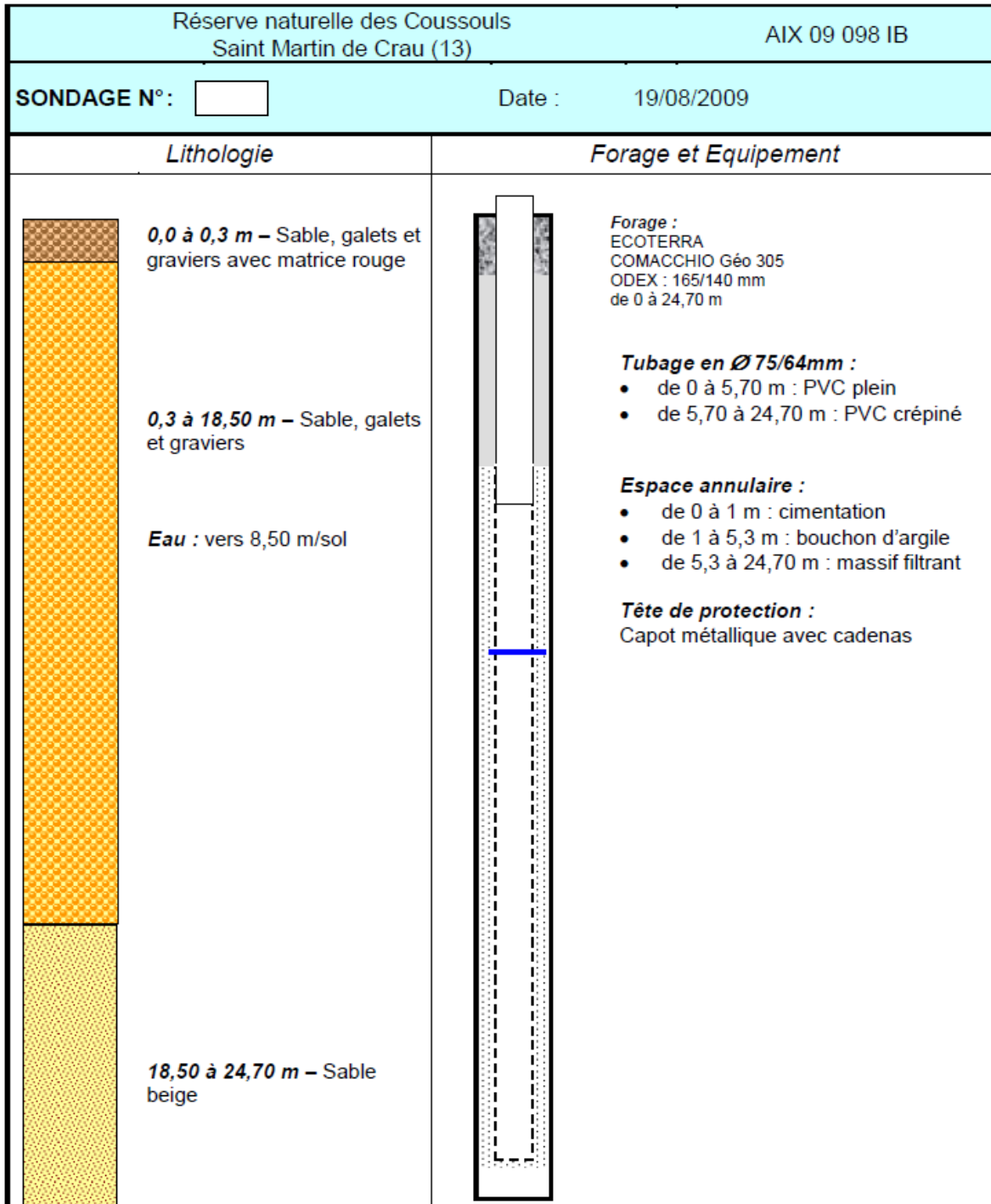
## Coupe lithologique du PzA



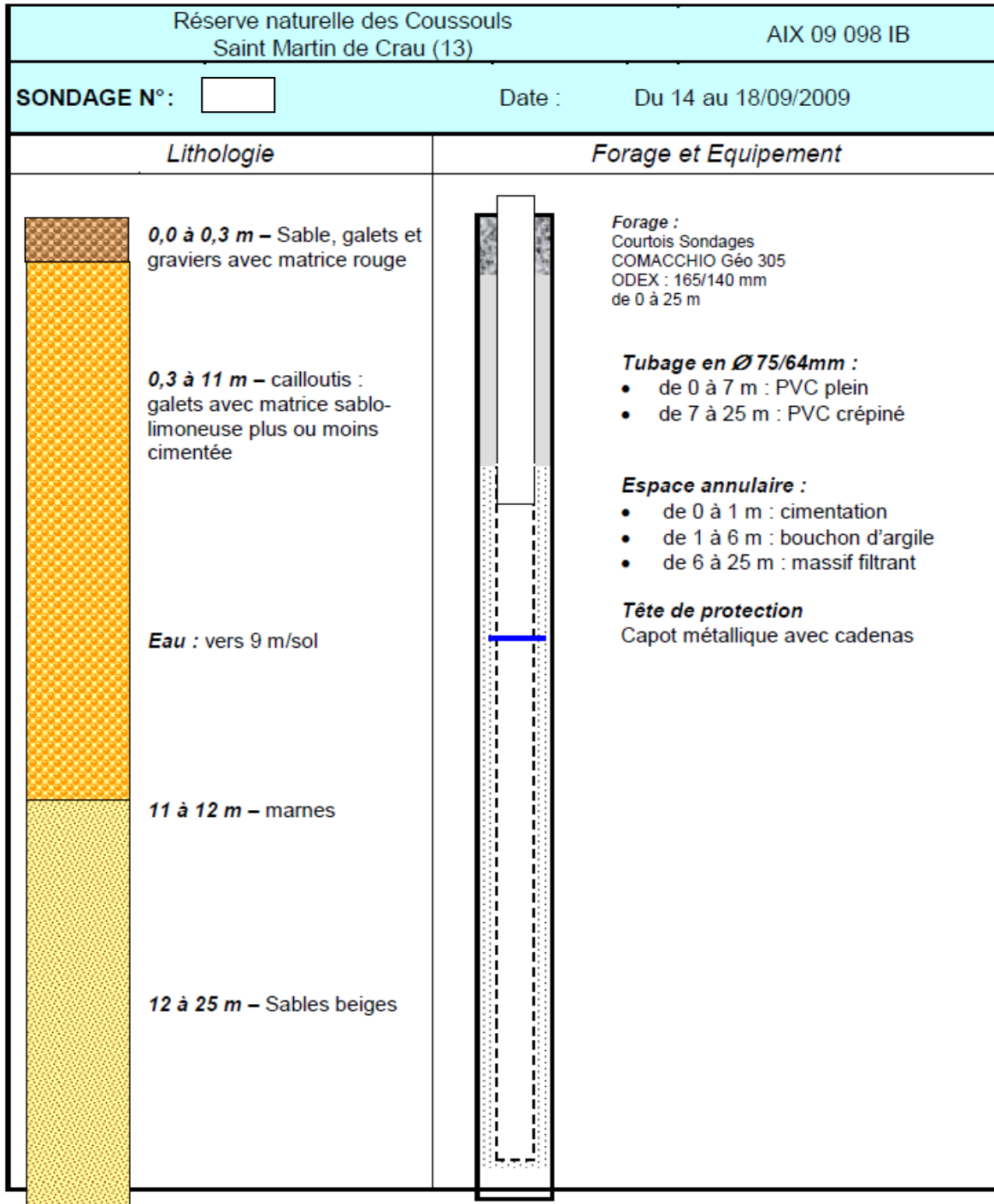
## Coupe lithologique du PzB



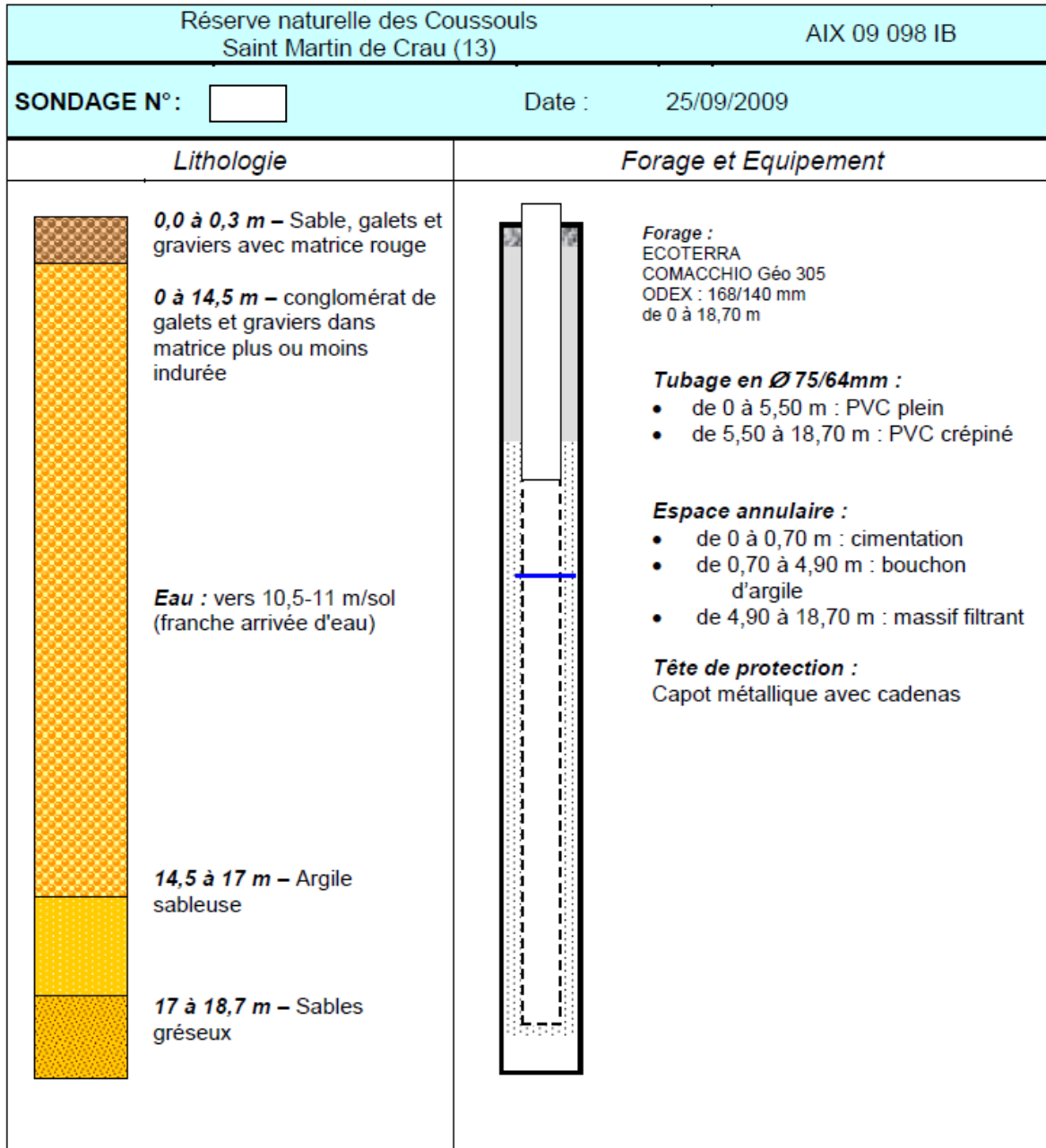
## Coupe lithologique du PzC



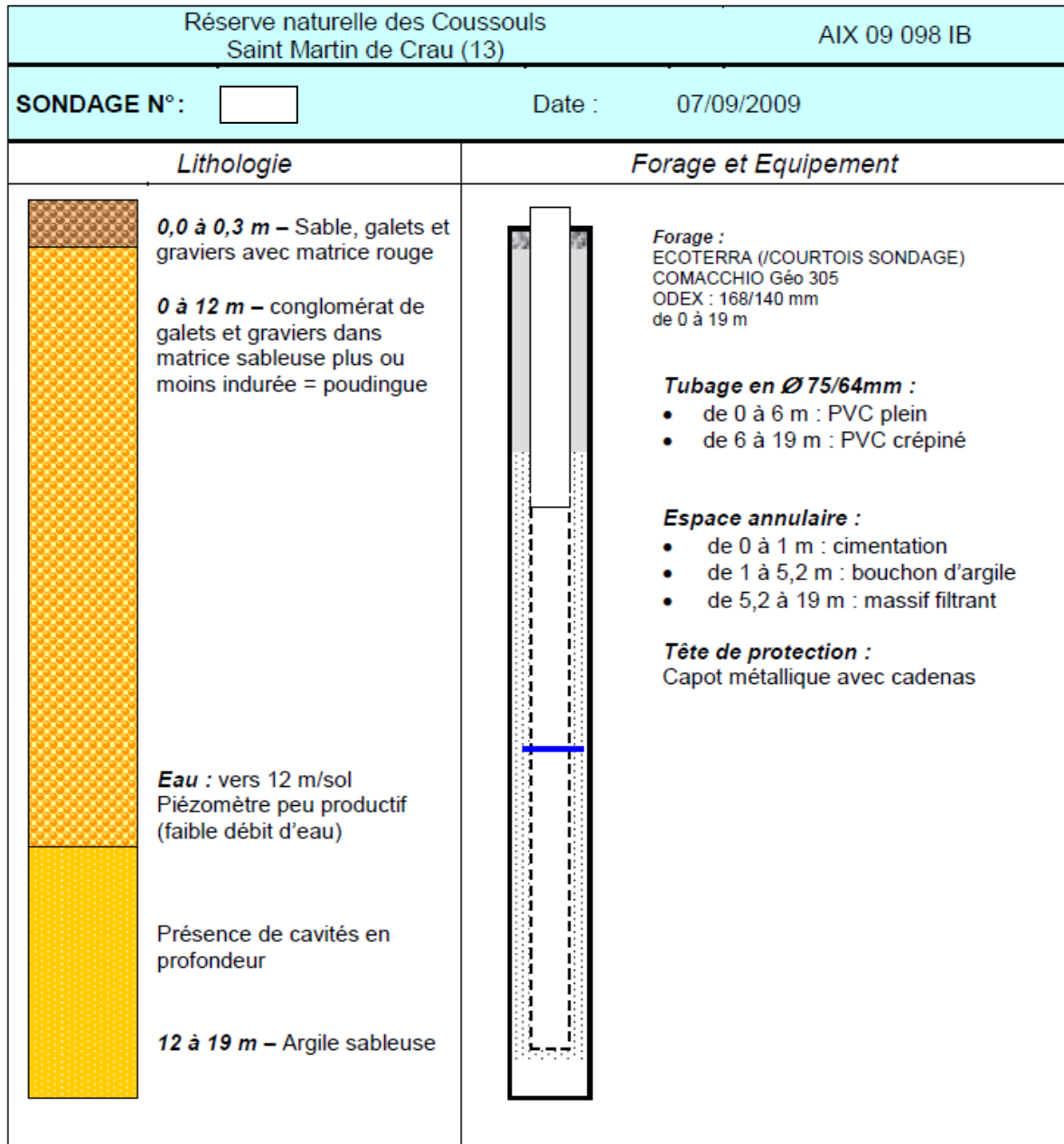
## Coupe lithologique du PzD



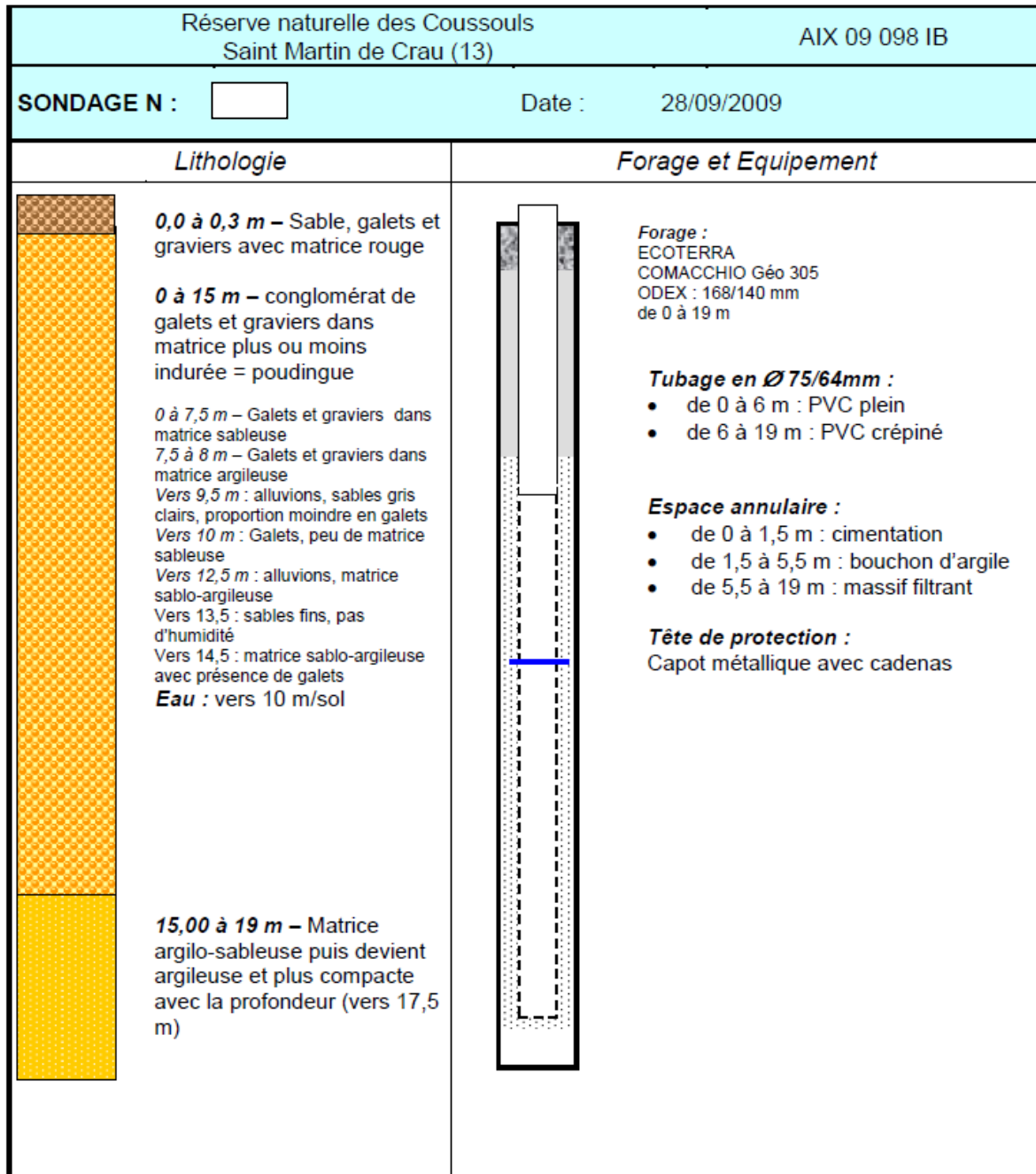
## Coupe lithologique du PzE



## Coupe lithologique du PzF

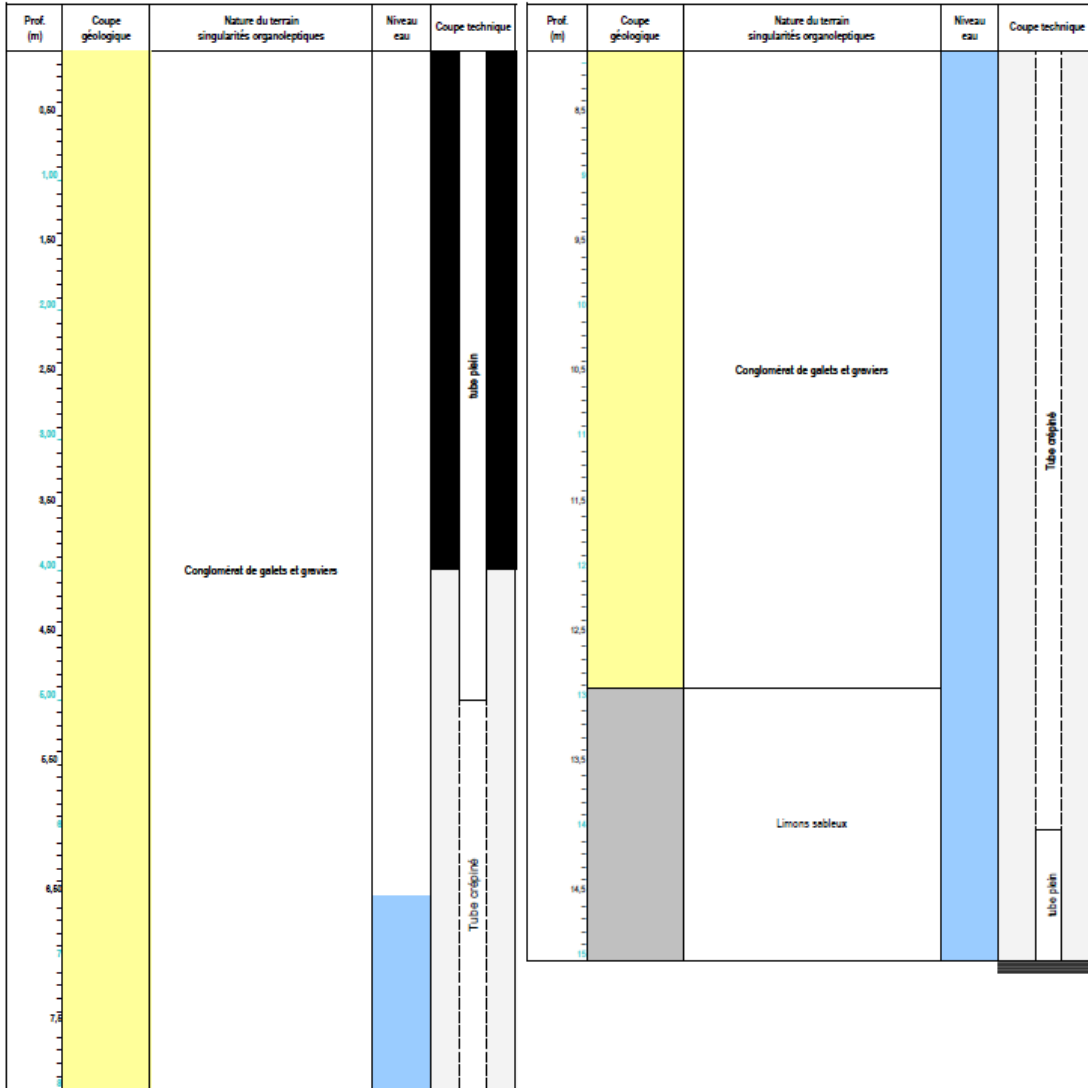


## Coupe lithologique du PzG



## Coupe lithologique du PzH

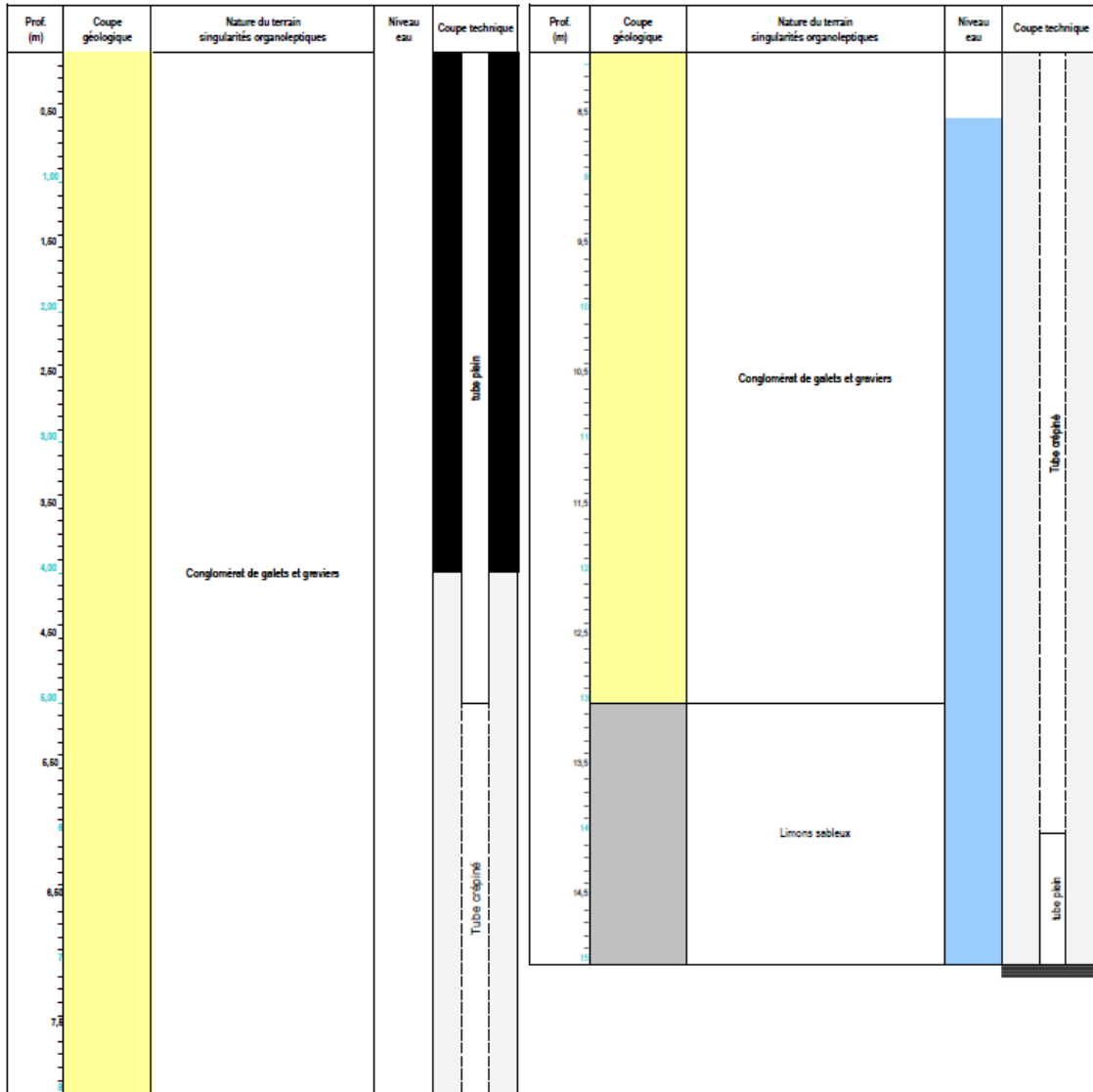
	Chantier n° 6378	Forage : Comacchio P900 - Odex diamètre: 220 mm	
	Date de forage: 12-févr.-10	Equipement : Tube PEHD diamètre: 160-180 mm	





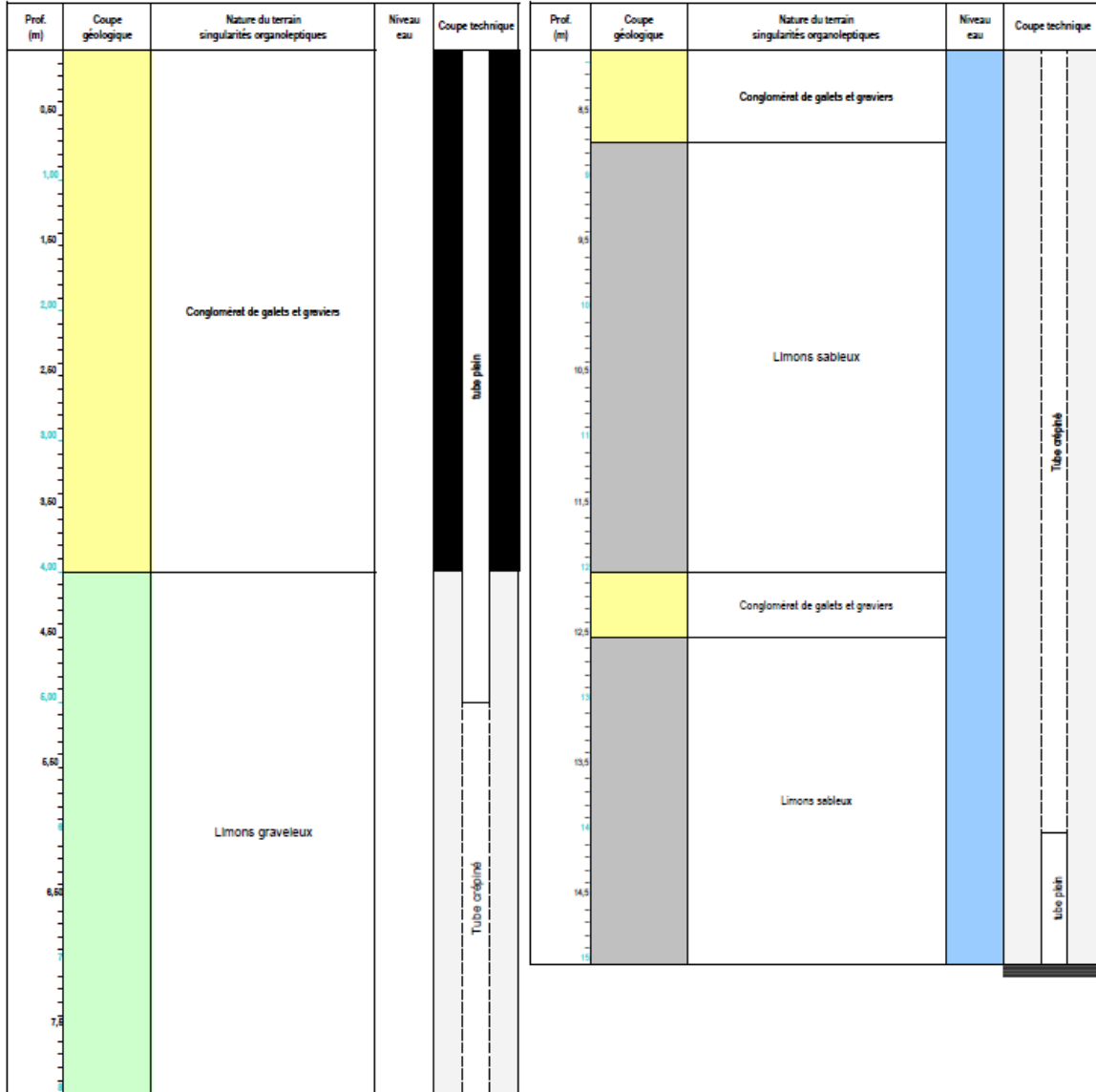
## Coupe lithologique du Pzi

	Chantier n° 6378	Forage : Comacchio P900 - Odex diamètre: 220 mm
	Date de forage: 12-févr.-10	Équipement : Tube PEHD diamètre: 160-180 mm



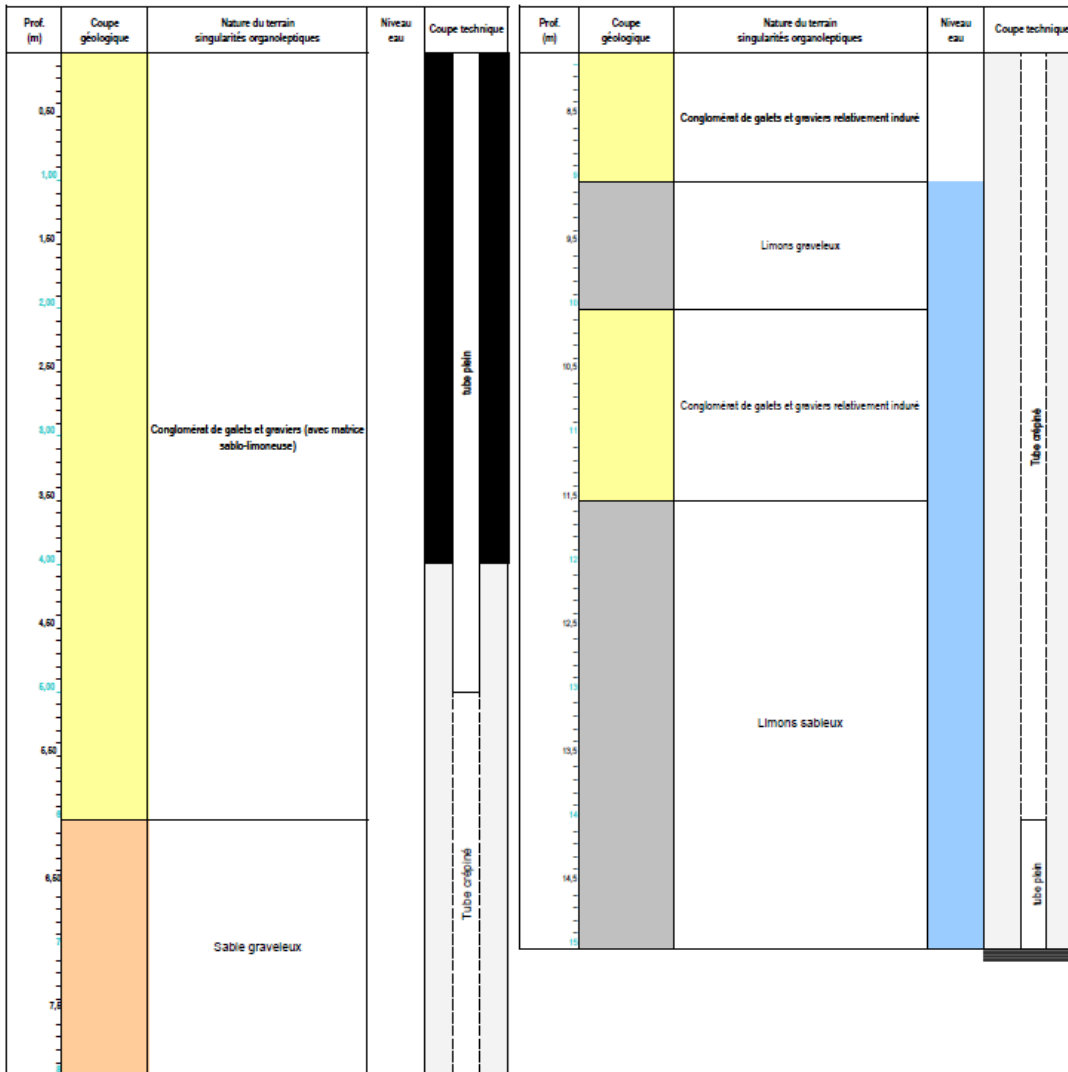
## Coupe lithologique du PzJ

	Chantier n° 6378	Forage : Comacchio P900 - Odex diamètre: 220 mm
	Date de forage: 16-févr.-10	Équipement : Tube PEHD diamètre: 160-180 mm

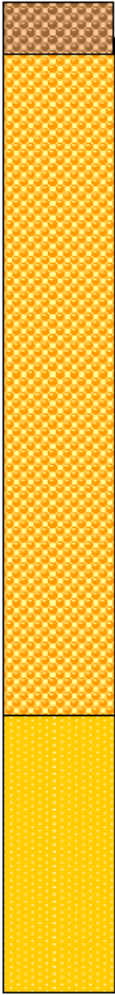
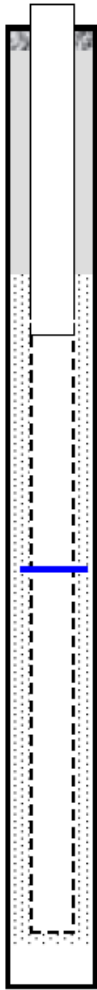


## Coupe lithologique du PzK

	<b>Chantier n°</b> 6378 <b>Date de forage:</b> 18-févr.-10	<b>Forage:</b> Comacchio P900 - Odex diamètre: 220 mm <b>Équipement:</b> Tube PEHD diamètre: 160-180 mm	
--	---	--	--

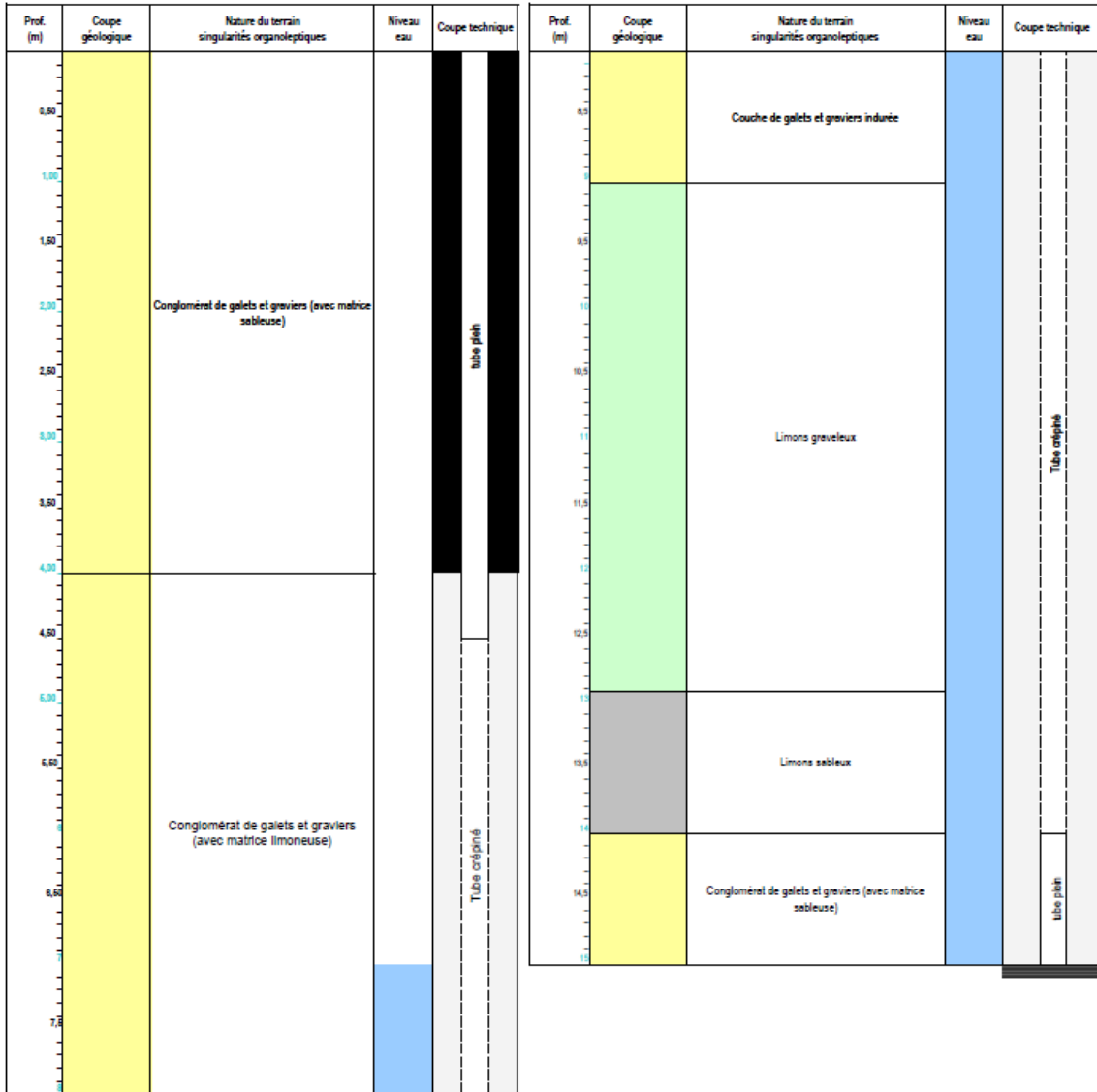


## Coupe lithologique du PzL

Réserve naturelle des Coussouls Saint Martin de Crau (13)		AIX 09 098 IB
SONDAGE N°: <input style="width: 80%;" type="text"/>	Date : 29/09/2009	
Lithologie	Forage et Equipement	
 <p><b>0,0 à 0,3 m</b> – Sable, galets et graviers avec matrice rouge</p> <p><b>0 à 13,5 m</b> – conglomérat de galets et graviers dans matrice plus ou moins indurée = poudingue</p> <p><b>0 à 10 m</b> – Galets et graviers dans matrice sableuse  <b>10 à 11,5 m</b> – Passée sableuse moins indurée  <b>11,5 à 13,5 m</b> – Galets et graviers dans matrice argileuse</p> <p><b>Eau</b> : vers 11,50 m/sol Débit plus important qu'en Pz11</p> <p><b>13,5 à 19 m</b> – Matrice limono-sableuse puis devient argileuse avec la profondeur (vers 16,5 m)</p>	 <p><b>Forage :</b>            ECOTERRA            COMACCHIO Géo 305            ODEX : 168/140 mm            de 0 à 19 m</p> <p><b>Tubage en Ø 75/64mm :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• de 0 à 6 m : PVC plein</li> <li>• de 6 à 19 m : PVC crépiné</li> </ul> <p><b>Espace annulaire :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• de 0 à 0,6 m : cimentation</li> <li>• de 0,6 à 5 m : bouchon d'argile</li> <li>• de 5 à 19 m : massif filtrant</li> </ul> <p><b>Tête de protection :</b>            Capot métallique avec cadenas</p>	

## Coupe lithologique du PzM

	Chantier n° 6378	Forage : Comacchio P900 - Odex diamètre: 220 mm	
	Date de forage: 23-févr.-10	Équipement : Tube PEHD diamètre: 160-180 mm	





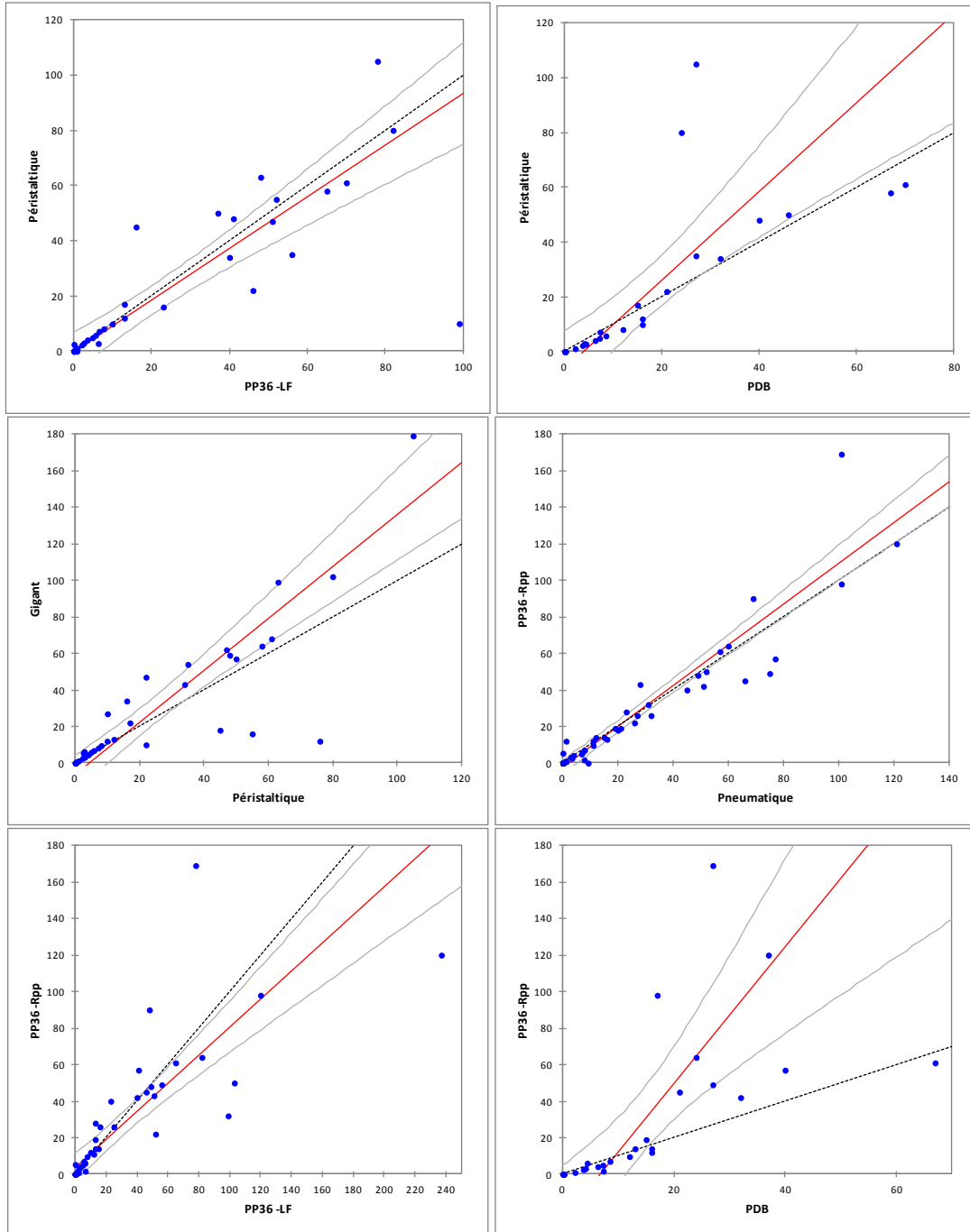
## **ANNEXE 6**

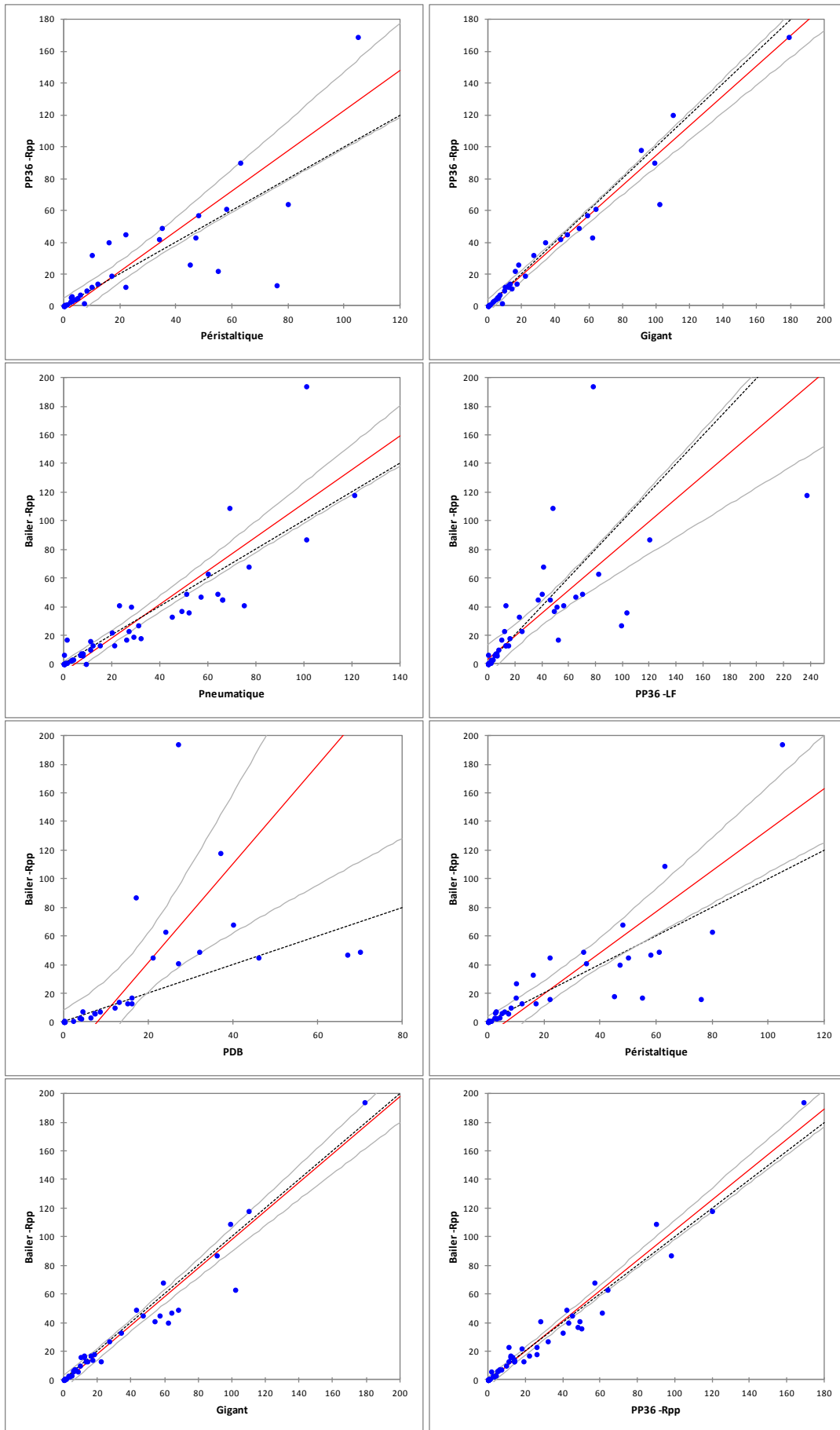
Droites de corrélation obtenues à partir de XLStat

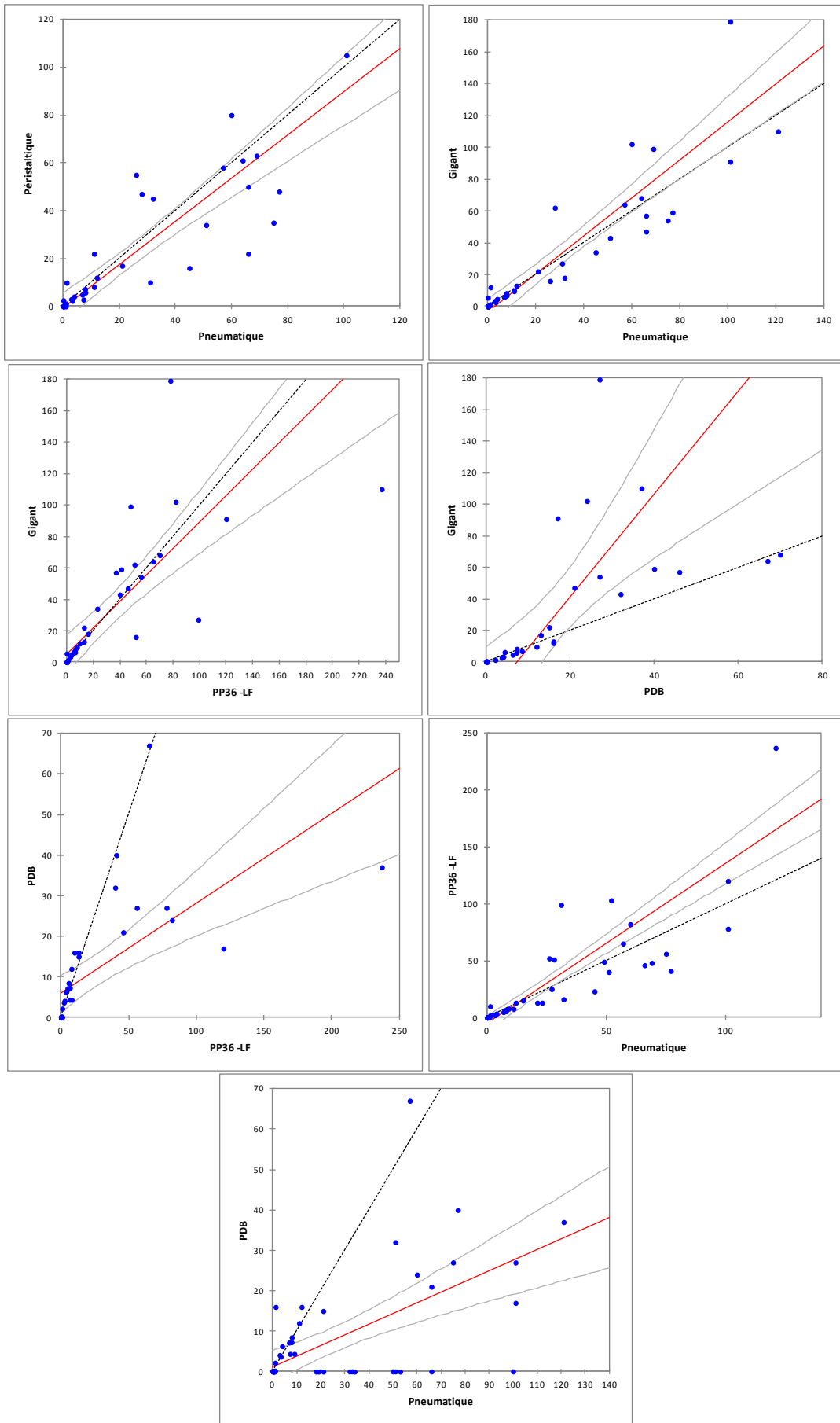




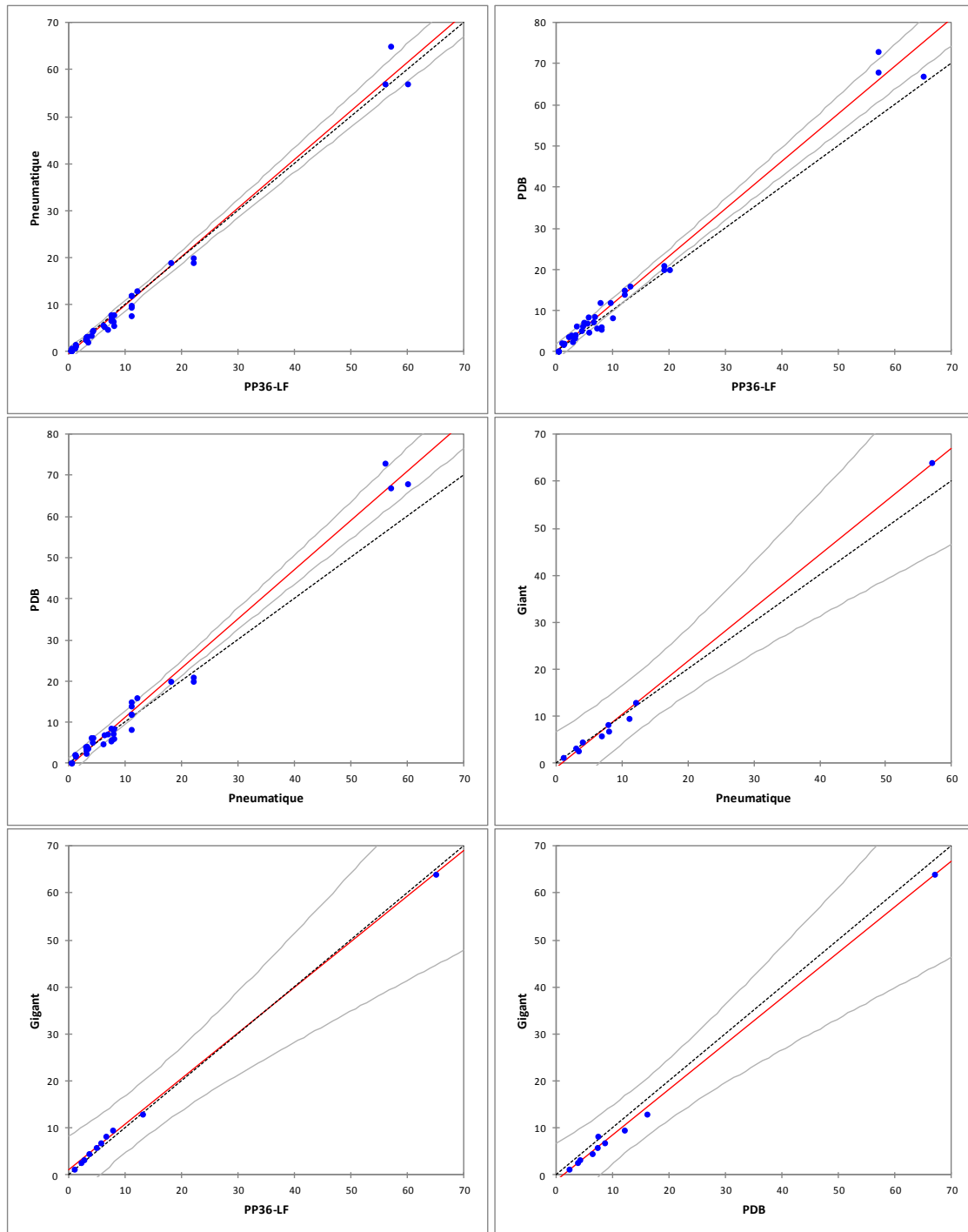
Régressions entre les différents outils de prélèvement testés – Comparaison 2 à 2  
 des outils pour l'ensemble des familles de composés analysées (**BTEX,  
 Hydrocarbures volatils, HAP, Hydrocarbures Totaux**) – Mononiveau –  
 Concentrations en  $\mu\text{g/L}$

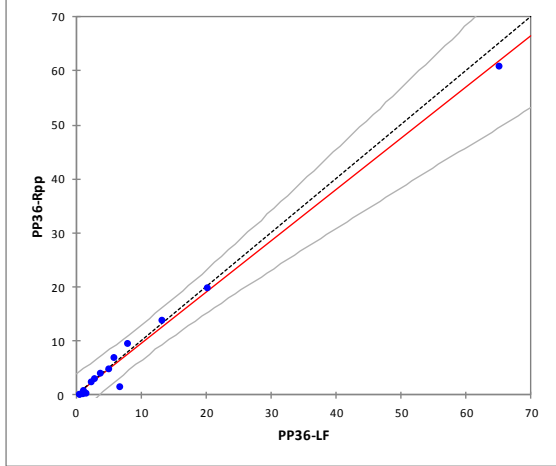
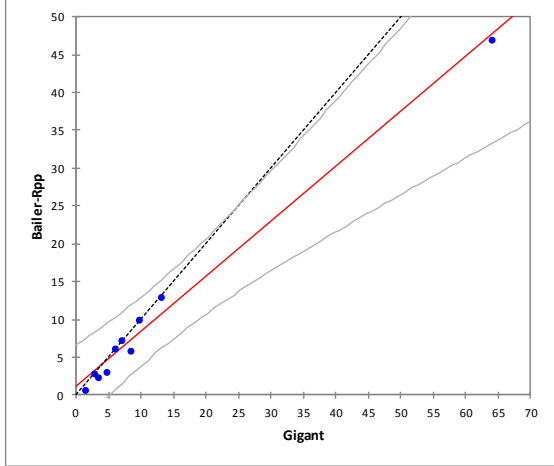
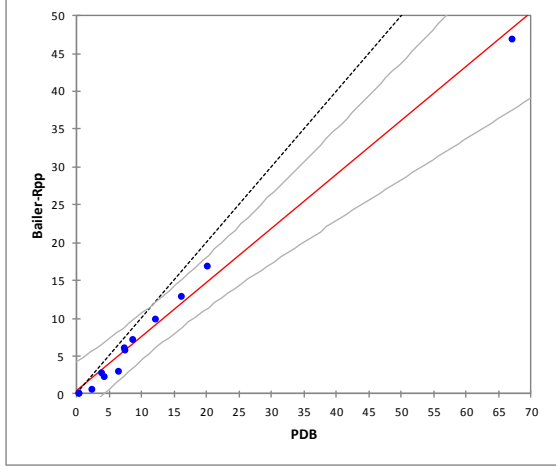
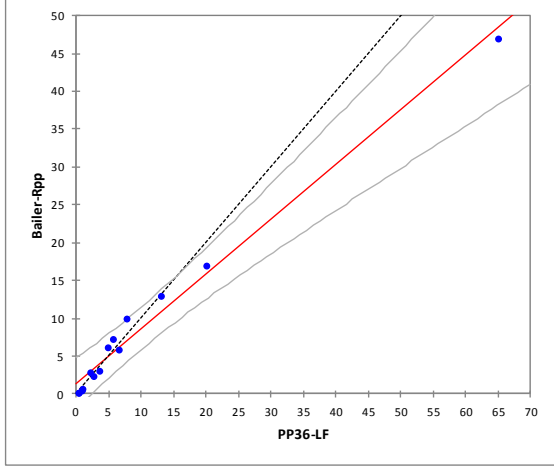
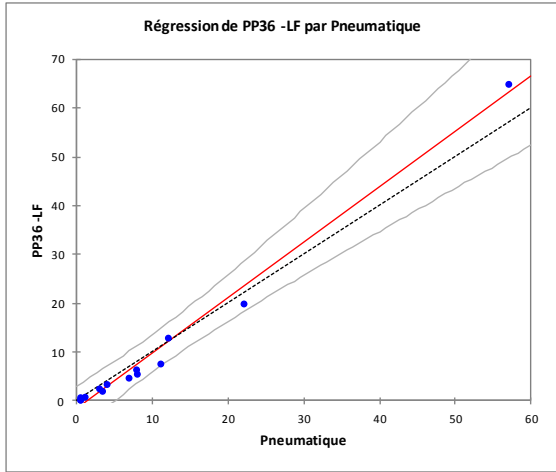
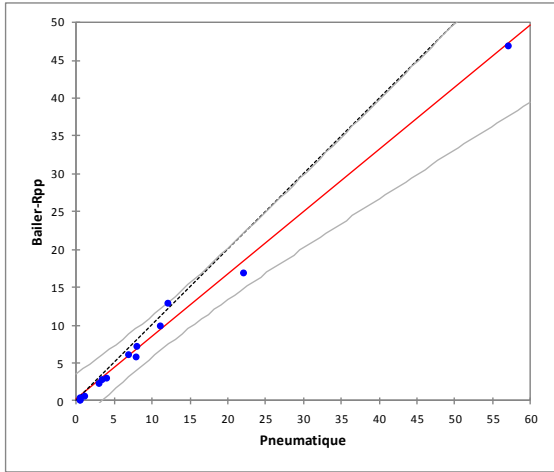


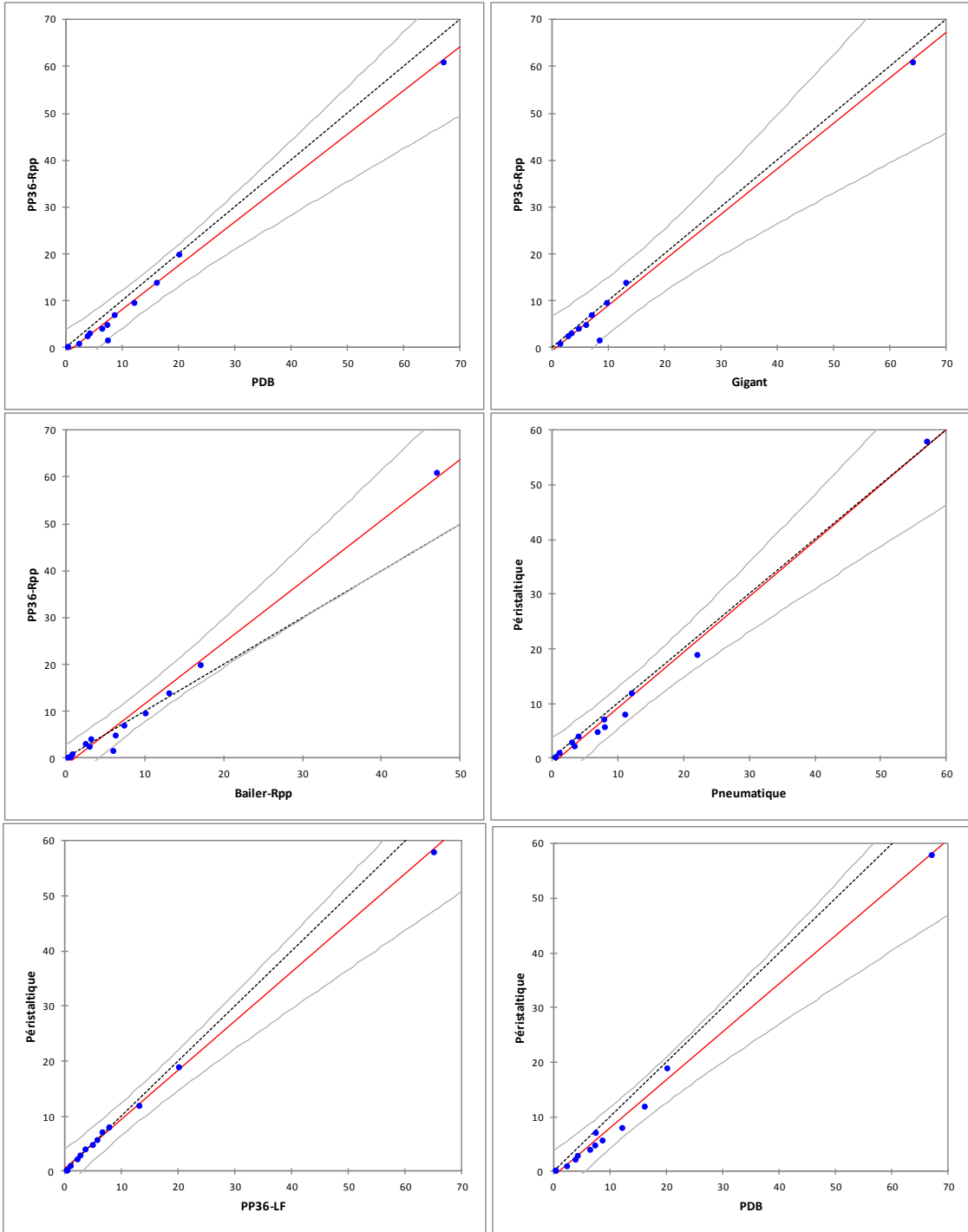


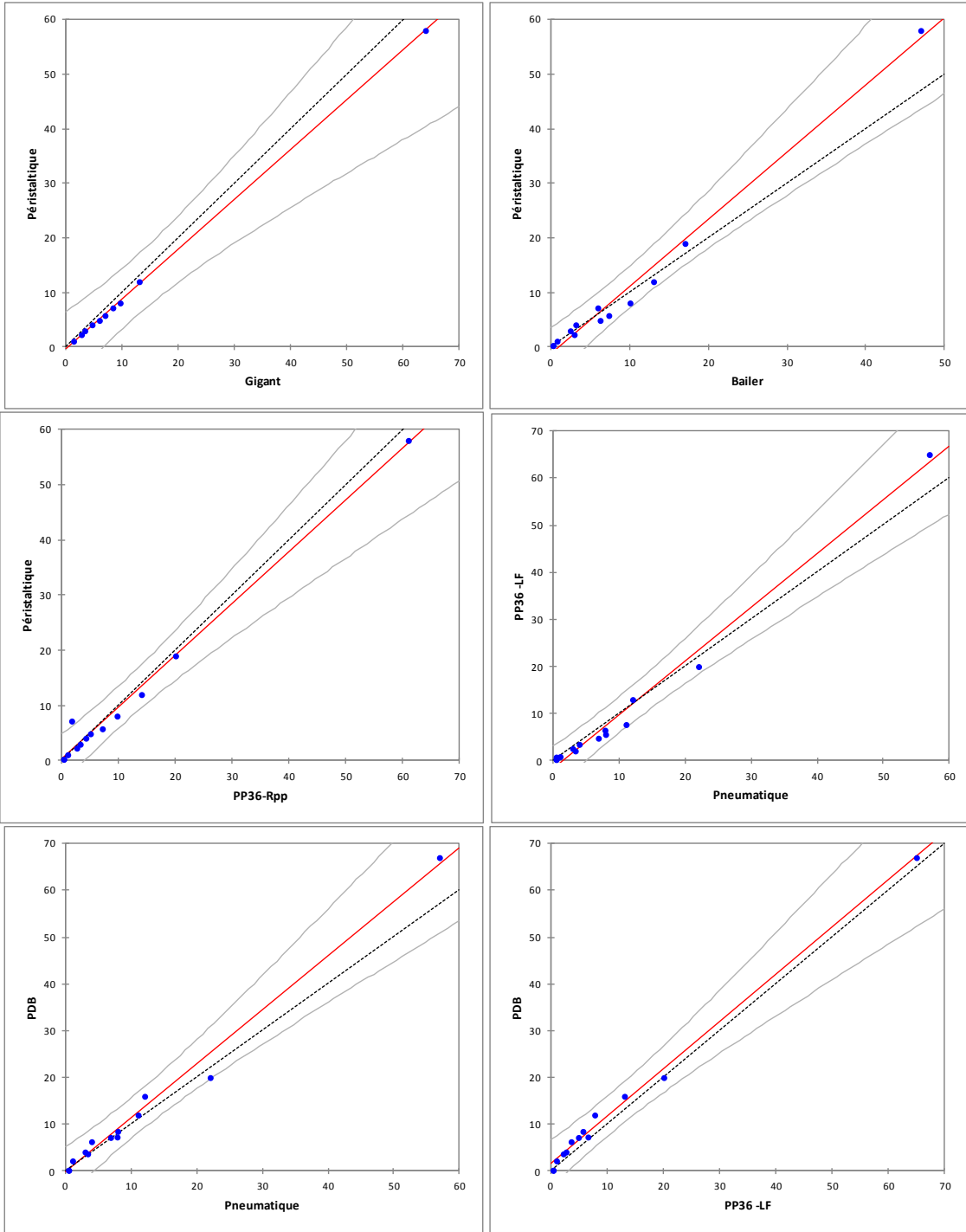


Régressions entre les différents outils de prélèvement testés – Comparaison 2 à 2 des outils pour les **BTEX** – Mononiveau – Concentrations en  $\mu\text{g/L}$

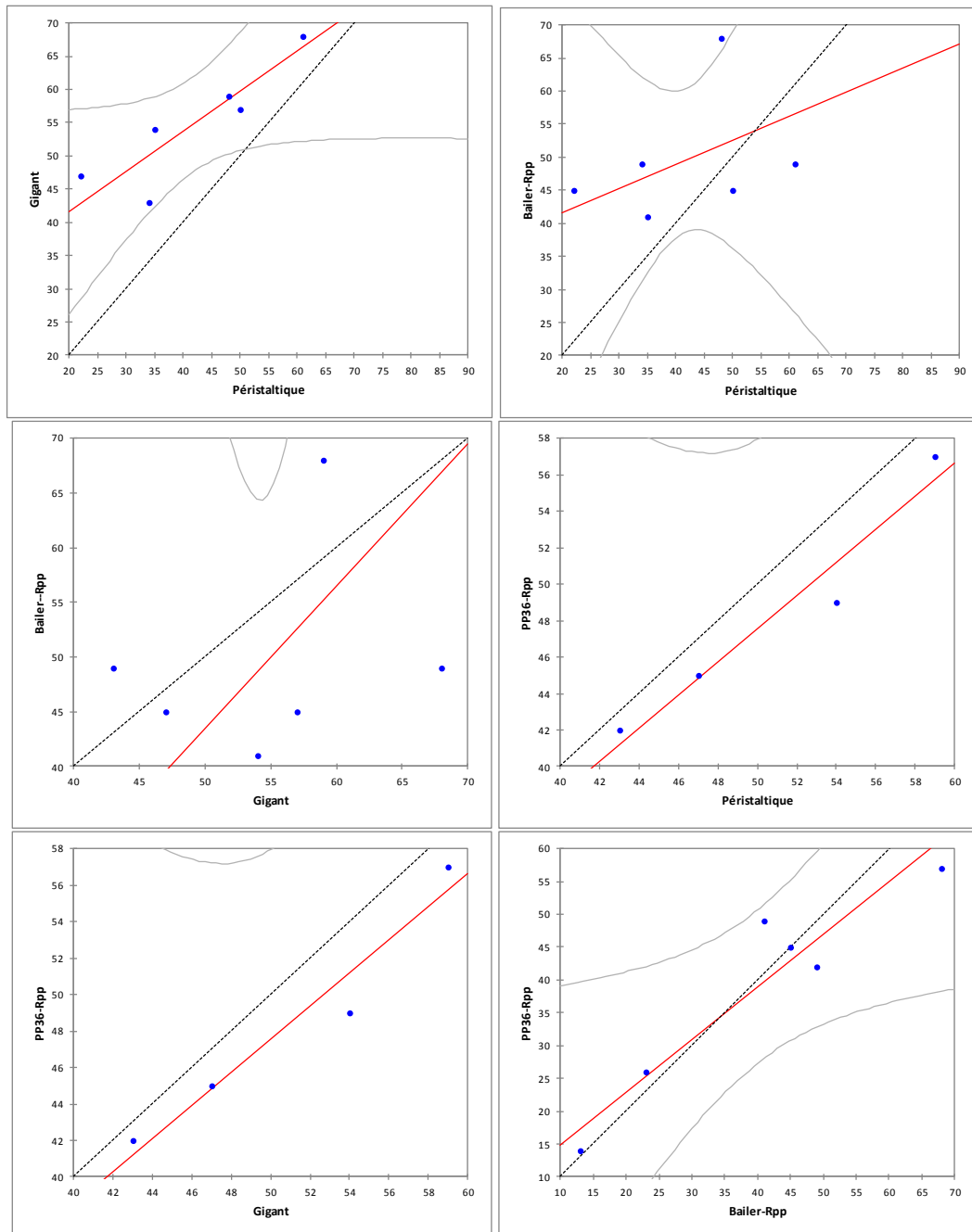




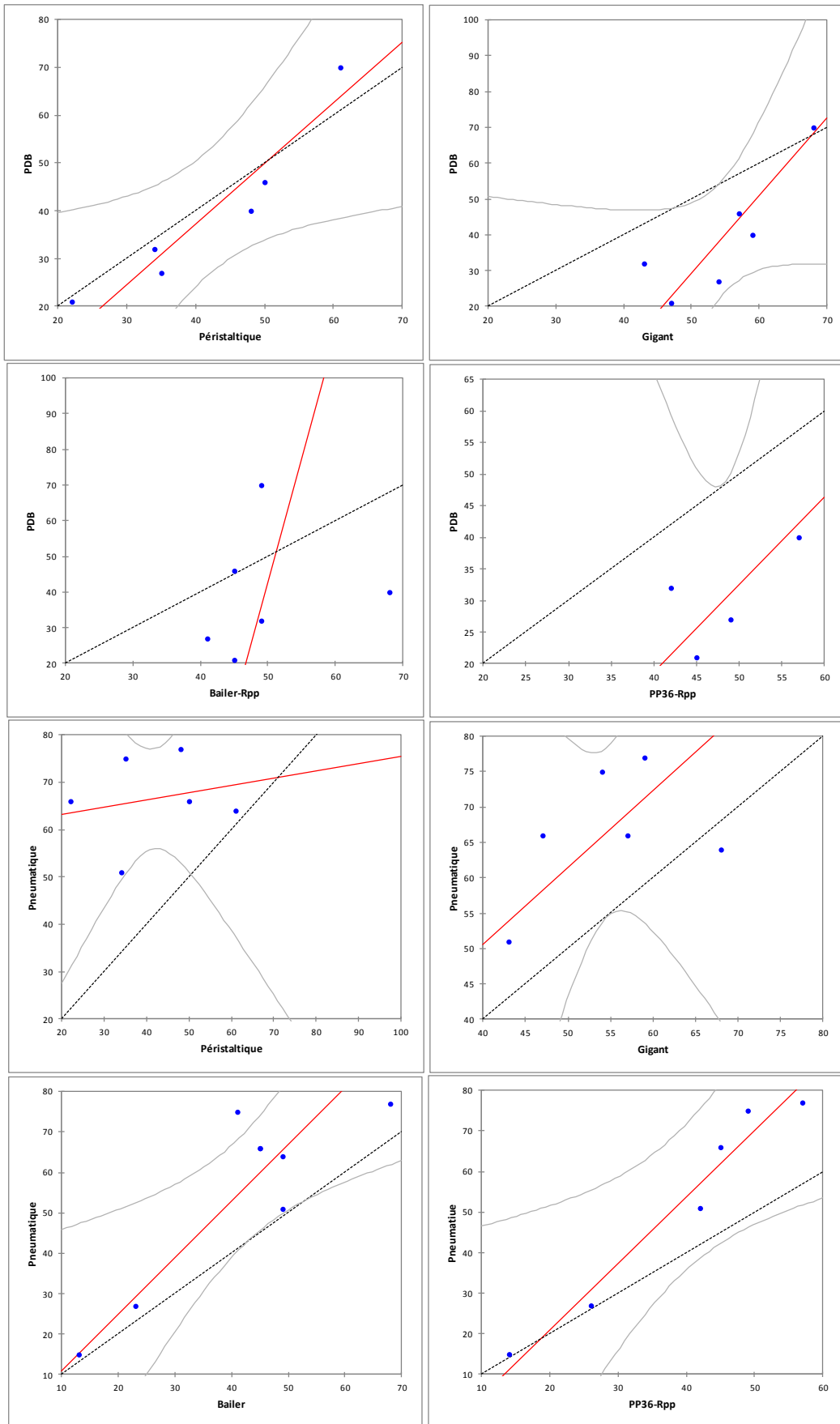


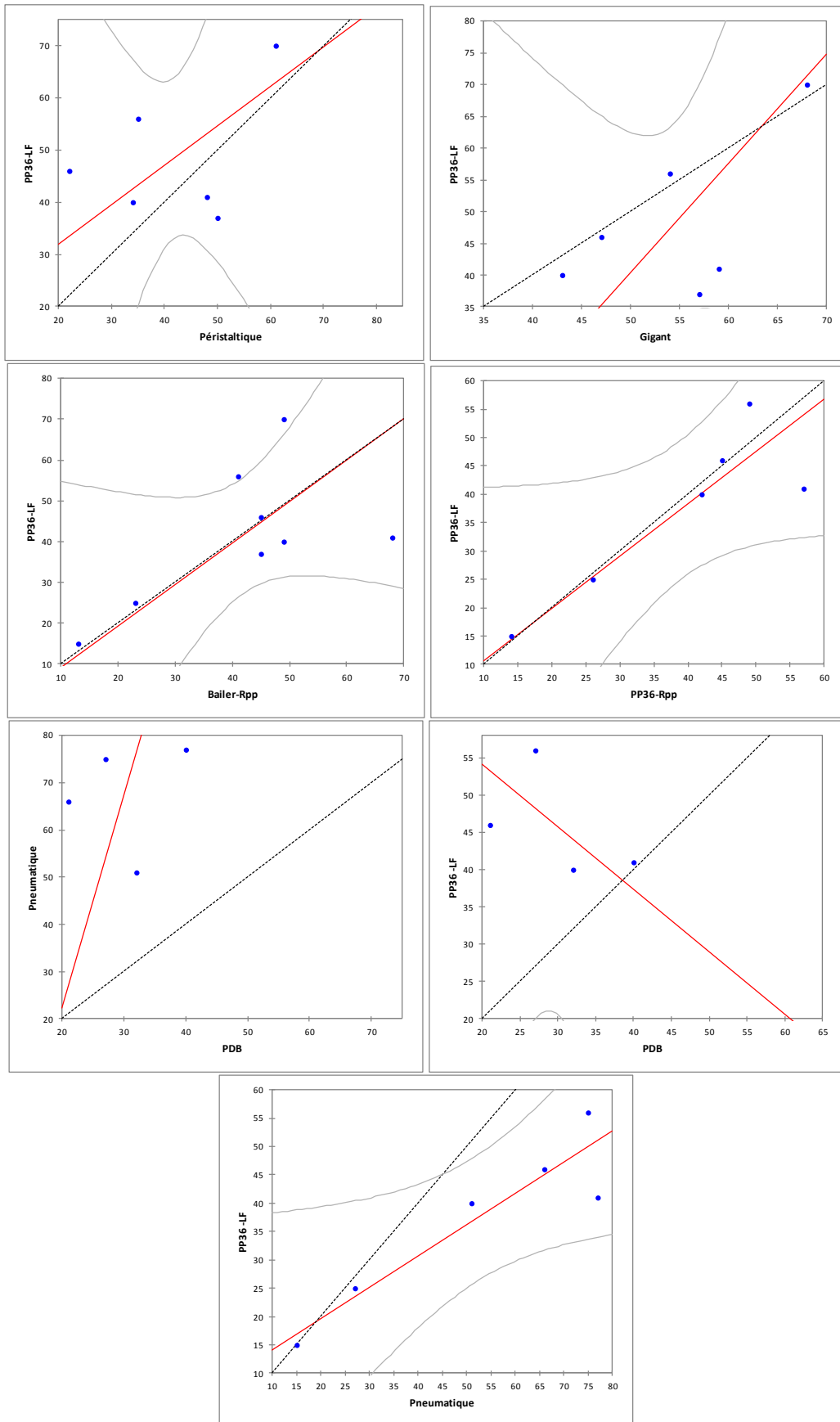


Régressions entre les différents outils de prélèvement testés – Comparaison 2 à 2 des outils pour les **Hydrocarbures volatils** – Mononiveau – Concentrations en µg/L

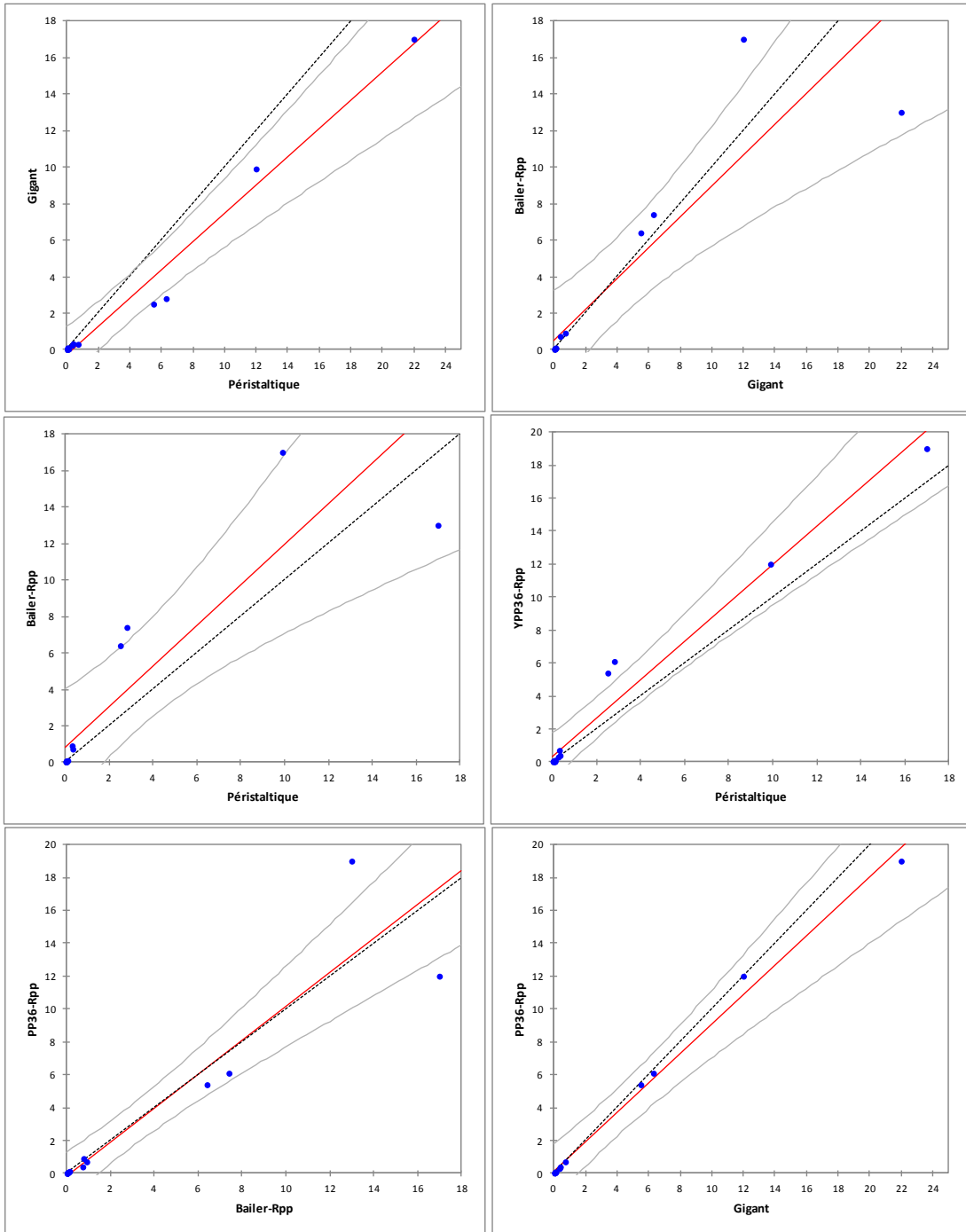


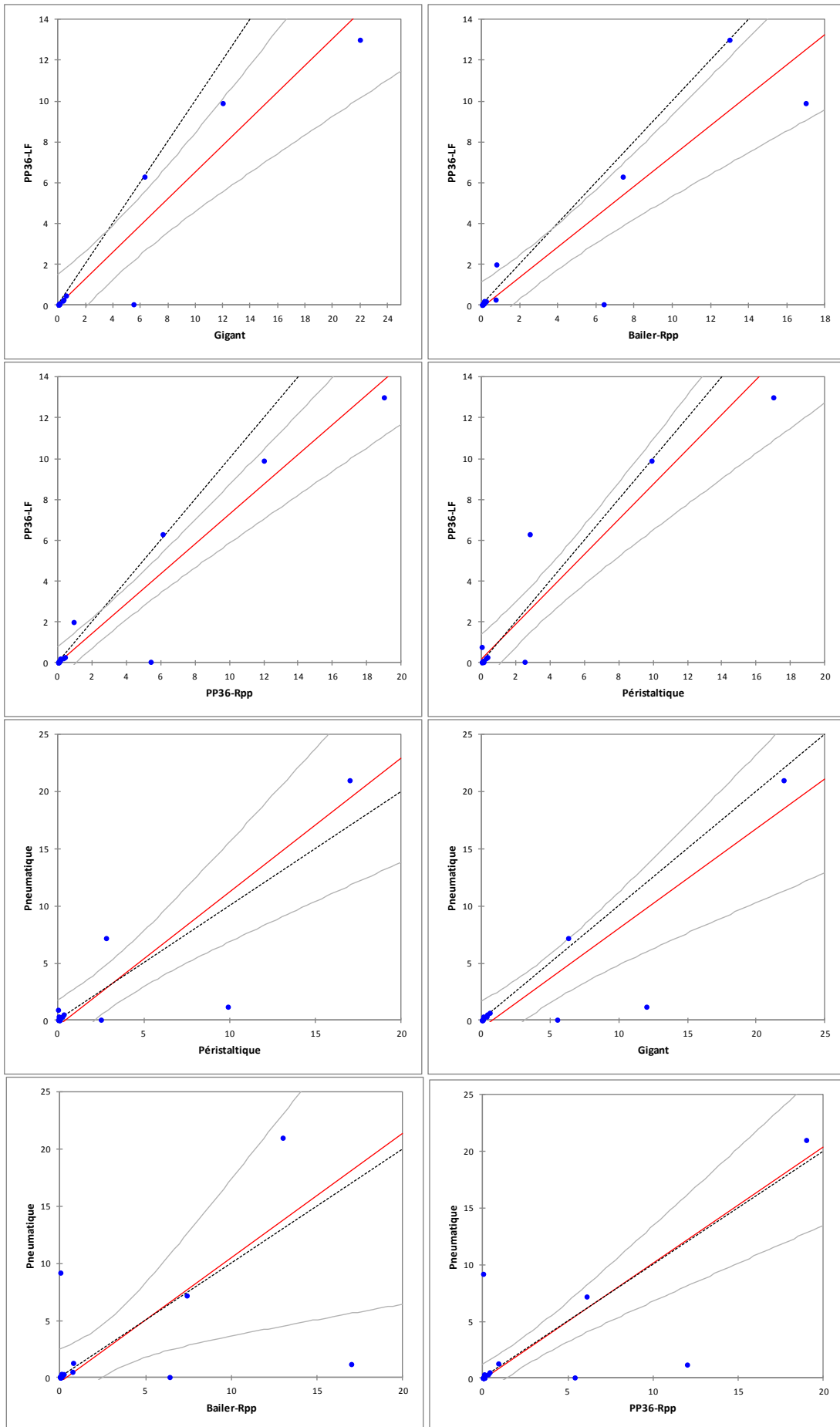


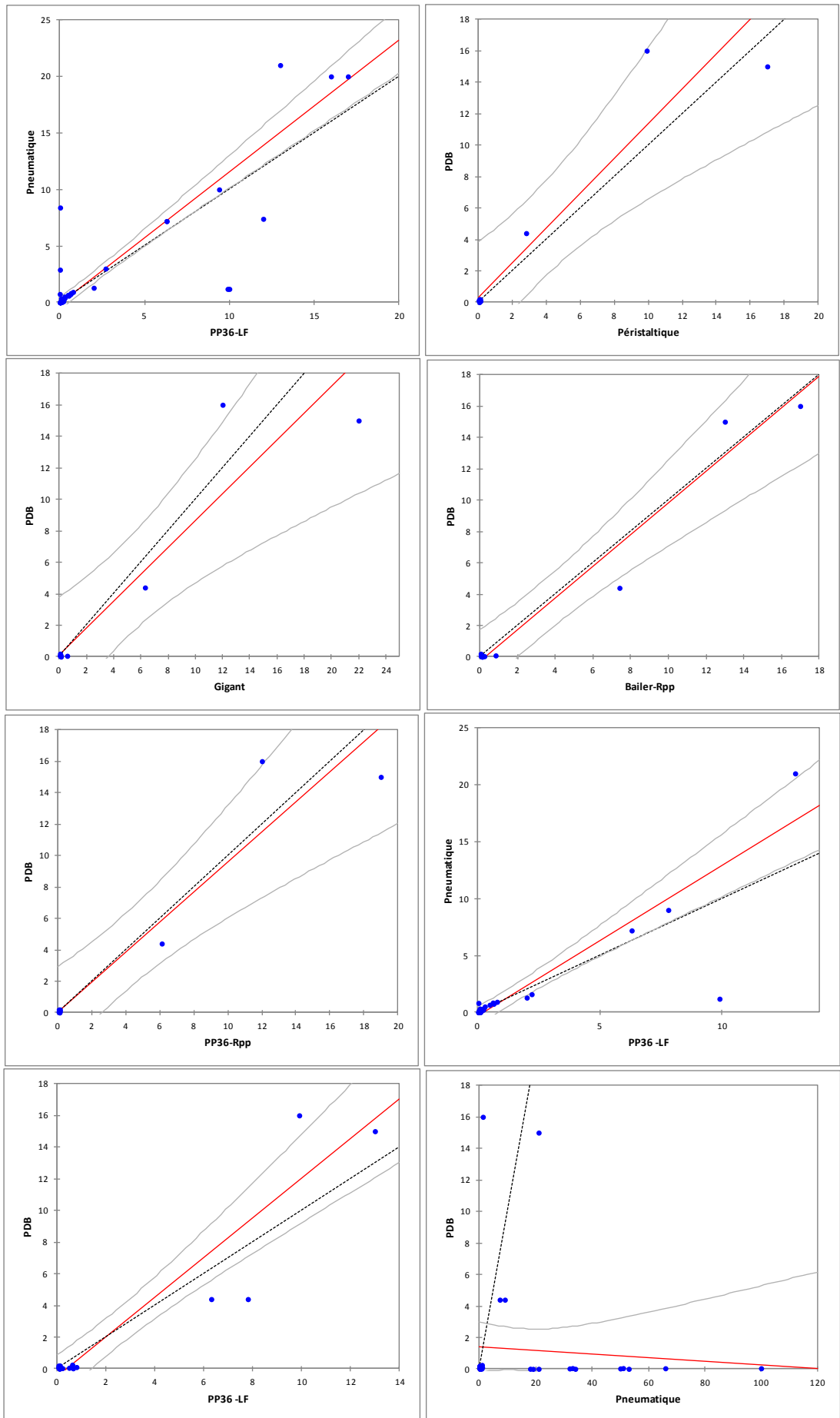




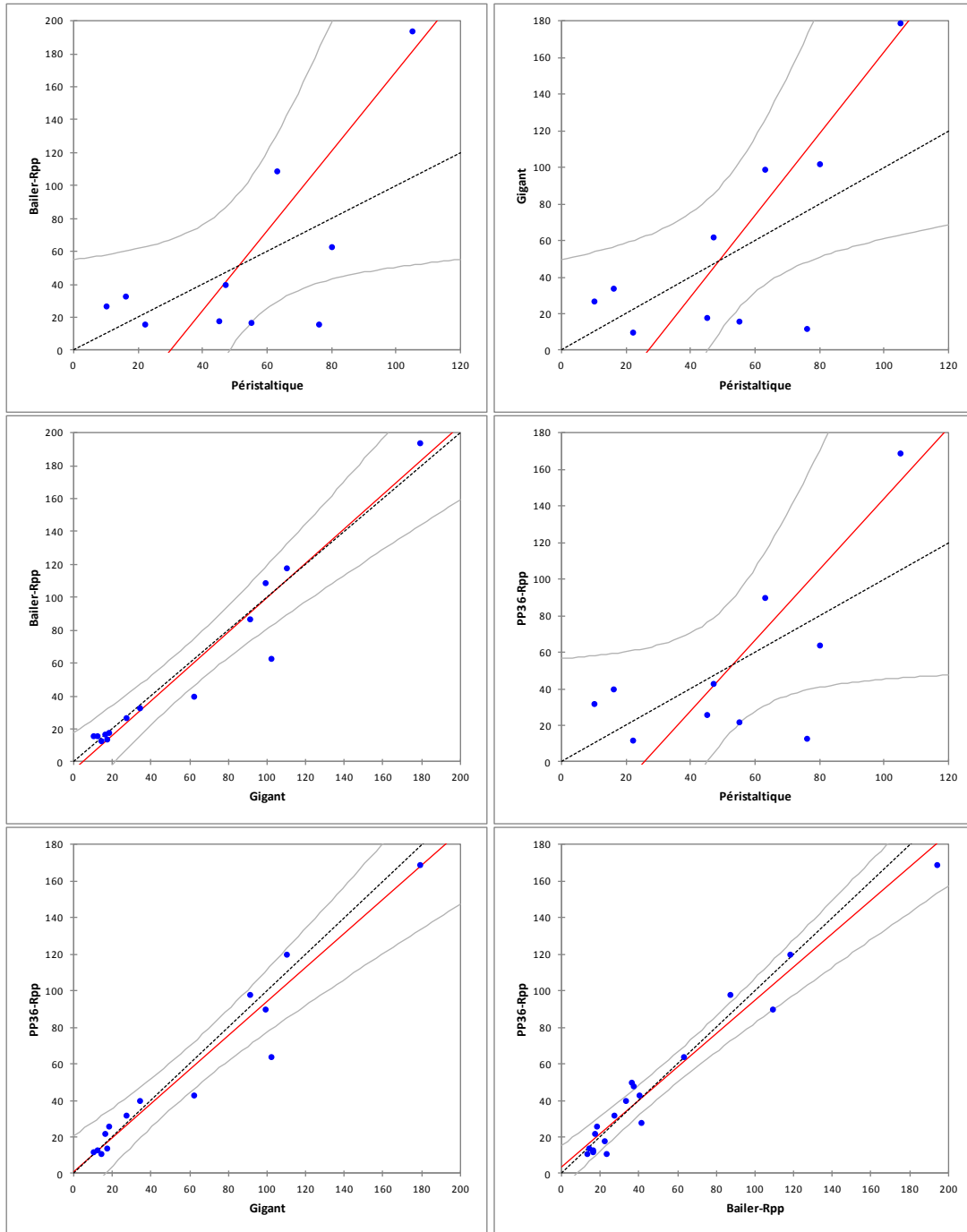
Régressions entre les différents outils de prélèvement testés – Comparaison 2 à 2 des outils pour les **HAP** – Mononiveau – Concentrations en  $\mu\text{g/L}$

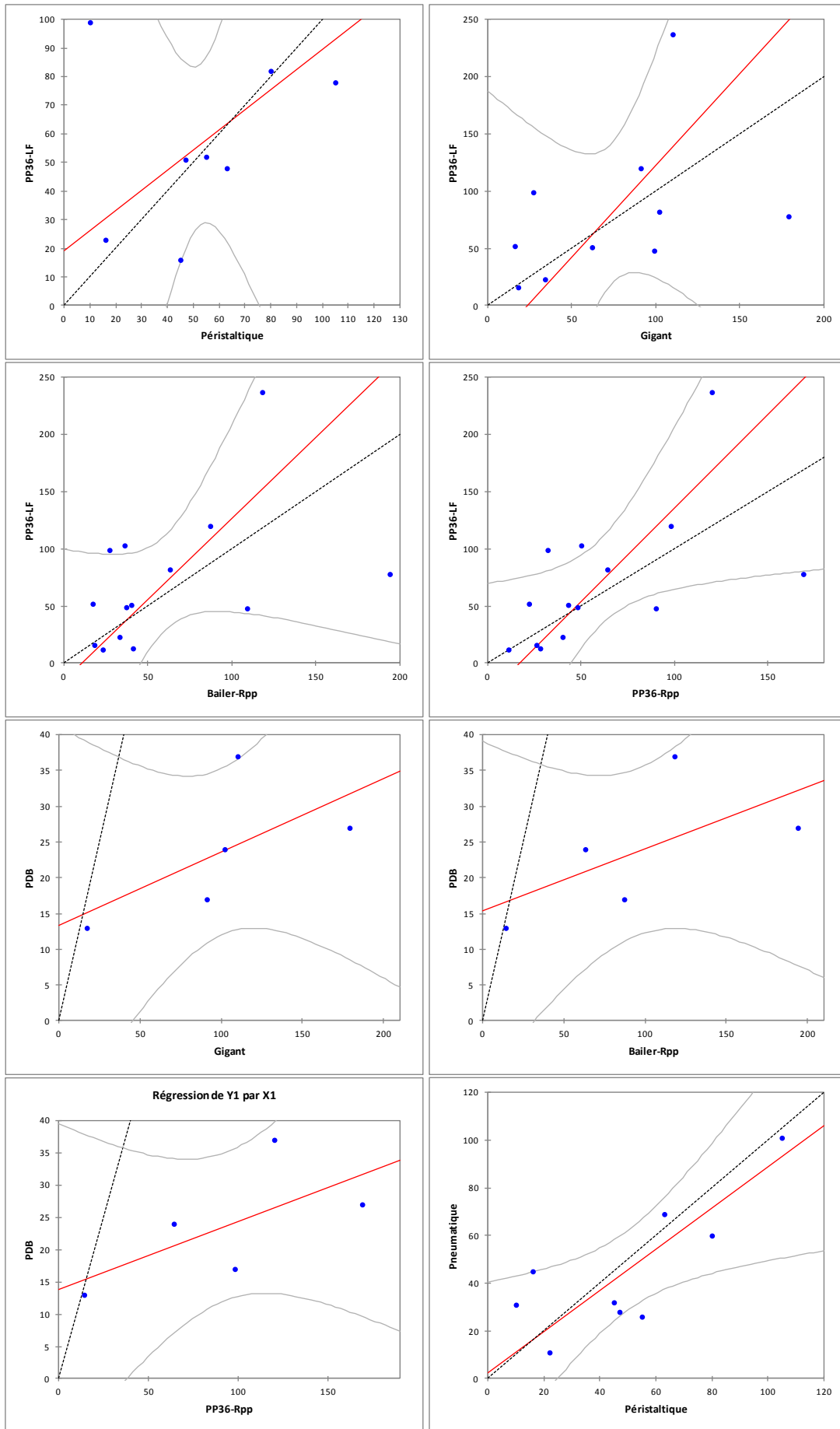


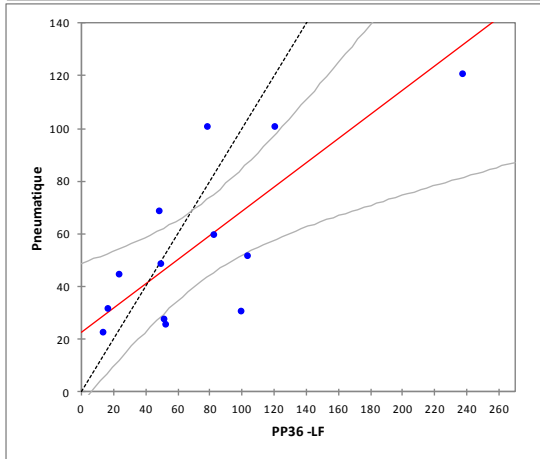
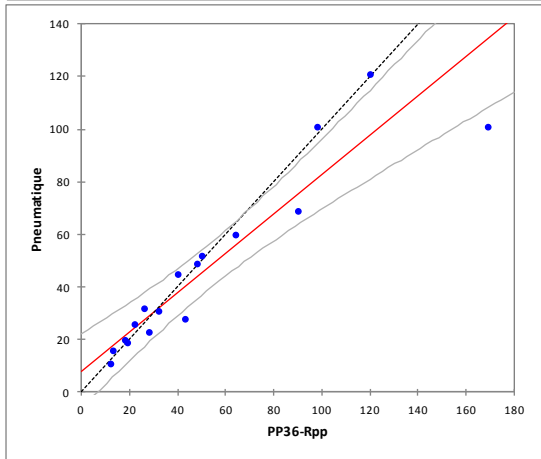
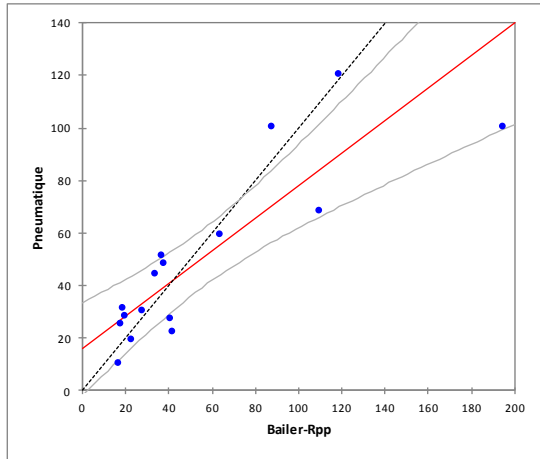
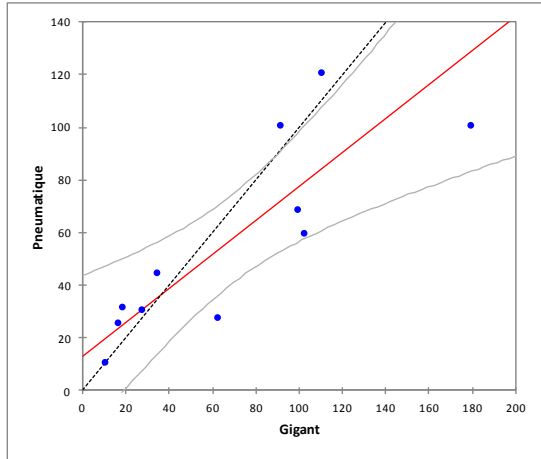




Régressions entre les différents outils de prélèvement testés – Comparaison 2 à 2 des outils pour les **Hydrocarbures Totaux** – Mononiveau – Concentrations en  $\mu\text{g/L}$

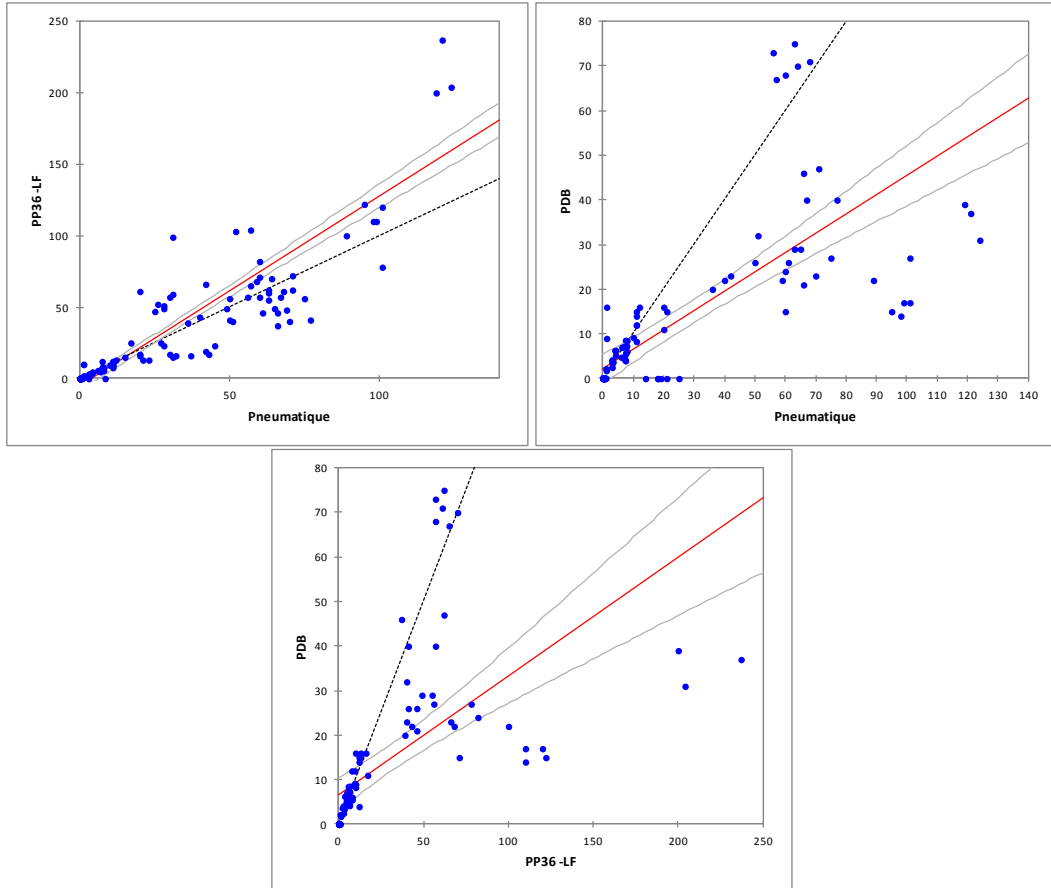




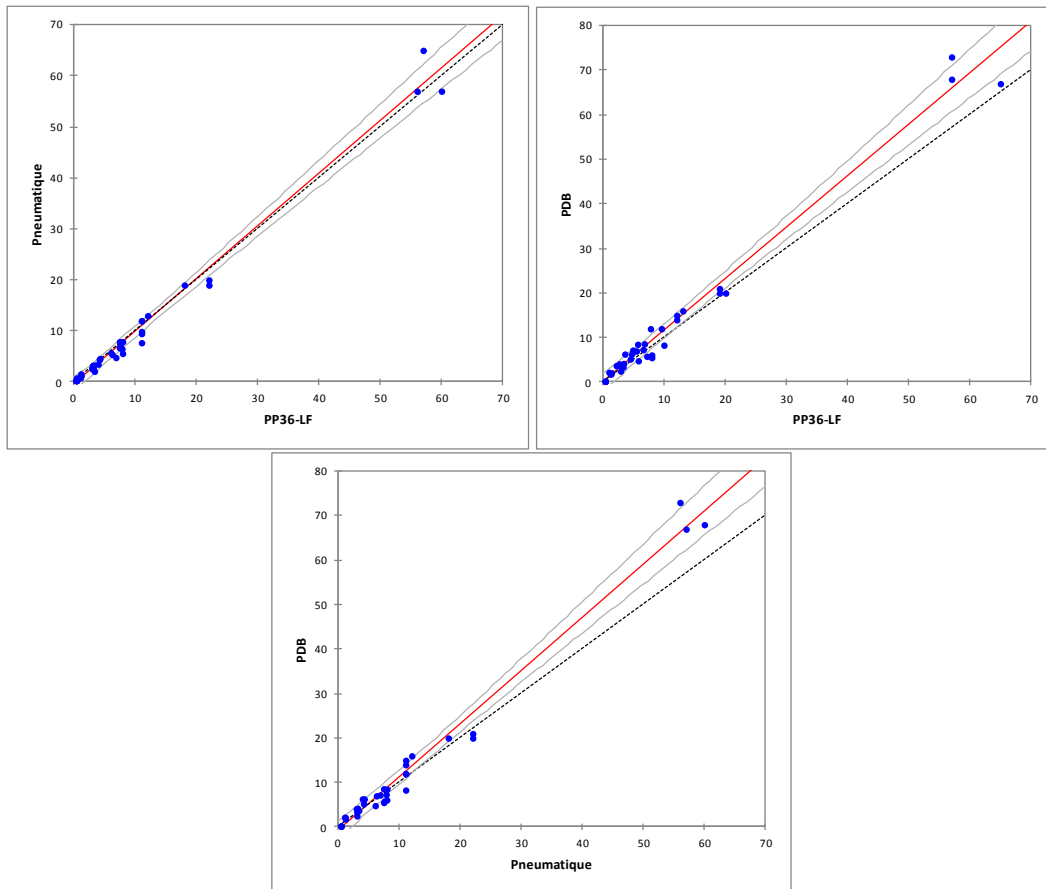




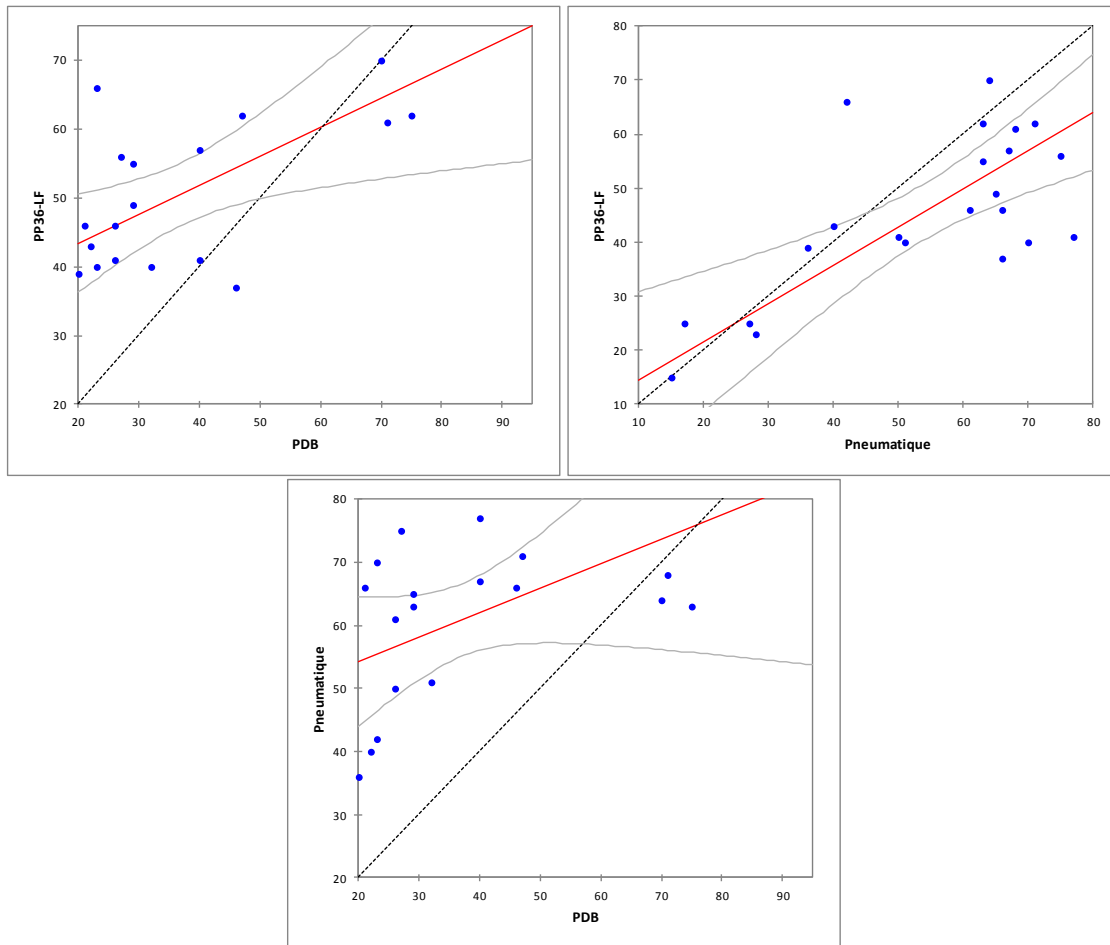
Régressions entre les différents outils de prélèvement testés – Comparaison 2 à 2  
des outils pour l'ensemble des familles de composés analysées (**BTEX,  
Hydrocarbures volatils, HAP, Hydrocarbures Totaux**) – Multiniveau –  
Concentrations en µg/L



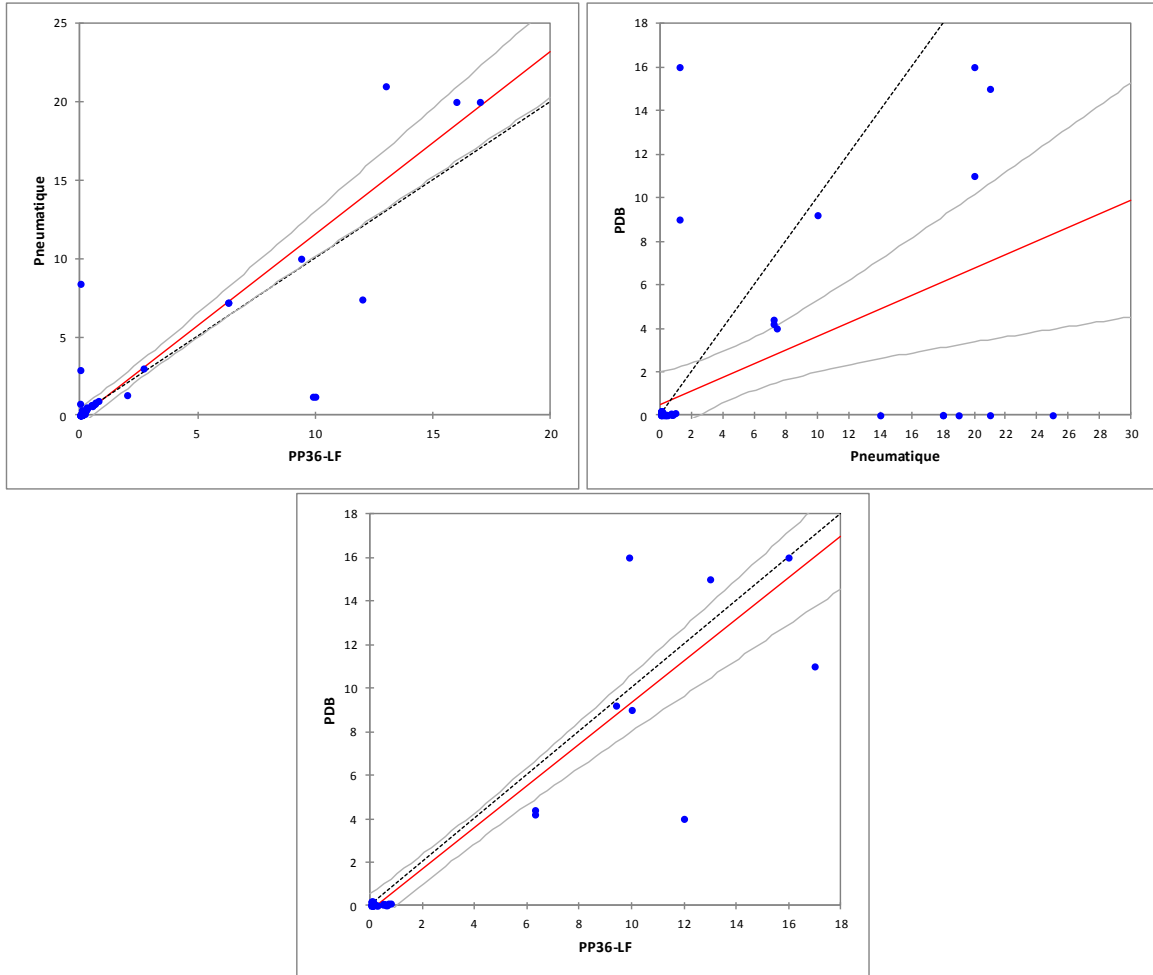
Régressions entre les différents outils de prélèvement testés – Comparaison 2 à 2 des outils pour les **BTEX** – Multiniveau – Concentrations en  $\mu\text{g/L}$



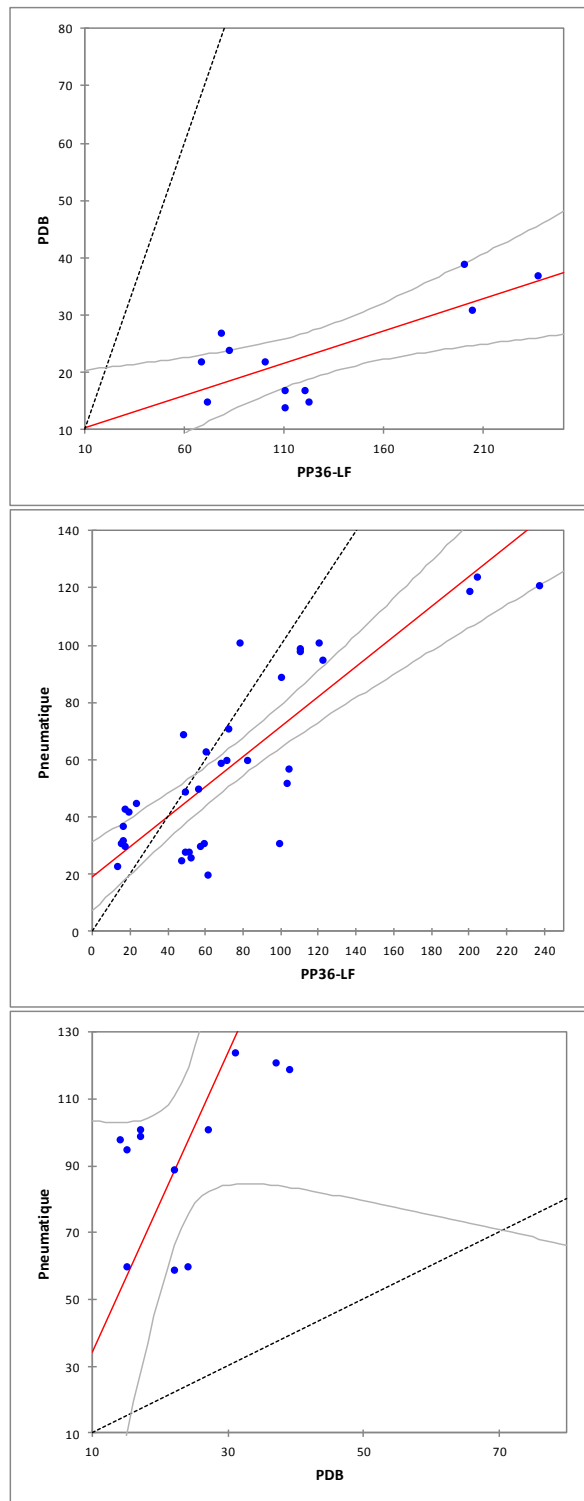
Régressions entre les différents outils de prélèvement testés – Comparaison 2 à 2 des outils pour les **Hydrocarbures volatils** – Multiniveau – Concentrations en  $\mu\text{g/L}$



Régressions entre les différents outils de prélèvement testés – Comparaison 2 à 2  
des outils pour l'ensemble des familles de composés analysés (BTEX,  
Hydrocarbures volatils, HAP, Hydrocarbures Totaux) – Multiniveau –  
Concentrations en µg/L



Régressions entre les différents outils de prélèvement testés – Comparaison 2 à 2  
des outils pour les **Hydrocarbures Totaux** – Multiniveau – Concentrations en  $\mu\text{g/L}$





## **ANNEXE 7**

Utilisation des membranes LDPE – Fonctionnement et validation





Les échantillonneurs de type LDPE fonctionnent soit selon un « régime cinétique », soit selon un « régime d'équilibre » comme illustré ci-dessous. Le calcul de la concentration en composés dans les eaux (souterraines / interstitielles / de surface) peut soit être approchée dans la phase linéaire ( $R_s$ , Eq. 1) soit à l'équilibre ( $K_{mb-eau}$ , Eq. 3).

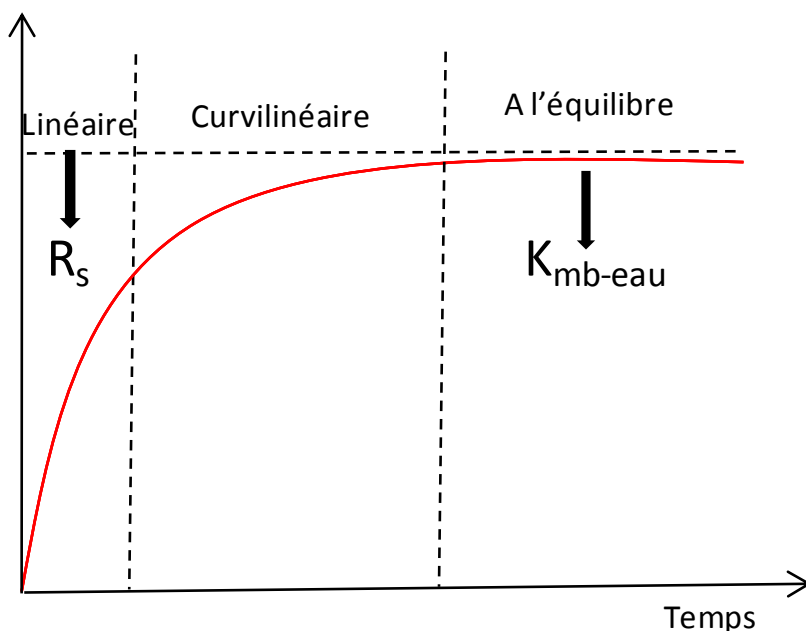


Figure A : Modèle de variation de la quantité sorbée en COH dans les LDPE en fonction du temps

### Calcul de la concentration selon le modèle de répartition linéaire

Afin d'interpréter les résultats des LDPE, le taux d'échantillonnage de l'analyte recherché et la durée d'échantillonnage doivent être connus (généralement déterminé en laboratoire). Cependant, le taux d'échantillonnage varie avec le débit / la turbulence, la température et la présence ou non d'un biofilm (accumulation indésirable de micro-organismes) à la surface de la membrane. Ainsi, pour connaître la variation de ce taux d'échantillonnage induite par ces paramètres, une calibration *in situ* par des PRC (Performance Reference Compound) est généralement réalisée. Les PRC servent de contrôle qualité et fournissent des informations sur les échanges entre la membrane et le milieu. Les PRC sont des composés qui ne sont pas présents à l'état naturel et qui présentent des propriétés et des structures similaires aux composés étudiés (Booij *et al.*, 1998). Ces composés sont introduits sur l'échantillonneur passif avant exposition et diffusent de la membrane vers le milieu. Les échanges entre la membrane et la solution sont considérés comme isotropiques : la diffusion des PRC vers le milieu est représentative de la diffusion des contaminants présents du milieu vers la membrane (Huckins *et al.*, 2006). Ainsi pendant l'exposition, un pourcentage de chaque PRC est désorbé de façon similaire à l'adsorption des contaminants. De retour au laboratoire, la détermination des pertes en PRC fournit un facteur

d'ajustement à l'exposition afin de corriger le taux d'échantillonnage comme présenté par l'équation 1.

$$R_{s, corrected} = R_{slab} * \frac{k_{e,PRCinsitu}}{K_{e,PRClab}} \quad \text{Eq. 1}$$

Avec  $R_{s,corrected}$  et  $R_{slab}$ , respectivement le taux d'échantillonnage corrigé et déterminé en laboratoire, et  $K_{e,PRC,insitu}$  et  $K_{e,PRClab}$ , respectivement les taux de désorption des PRC obtenus sur site et en laboratoire. A partir de la connaissance de ce taux d'échantillonnage il est ainsi possible de calculer la concentration en composés dissous dans le milieu selon l'équation 2.

$$C_{Media} = \frac{C_{LDPE}}{R_s \times t} \quad \text{Eq. 2}$$

Avec  $C_{Media}$  la concentration du milieu,  $C_{LDPE}$  la concentration sur la membrane LDPE,  $R_s$  le taux d'échantillonnage et  $t$  la durée d'exposition. Dans le cas de la présente étude, nous avons déterminé les concentrations en composés dans le milieu souterrain à partir du modèle de répartition à l'équilibre comme présenté ci-après.

### **Calcul de la concentration selon le modèle de répartition à l'équilibre**

Il est également possible de déterminer la concentration en contaminant dans le milieu lorsque l'équilibre thermodynamique est atteint. En d'autres termes, les flux de contaminant adsorbés et désorbés sur l'échantillonneur passif sont considérés comme identiques. La concentration en composés dans le milieu peut ainsi être calculée à partir de l'équation suivante :

$$K_{mb-eau} = \frac{C_{mb}^{eq}}{C_{eau}^{eq}} \quad \text{Eq. 3}$$

Avec  $K_{mb-eau}$  le coefficient de partage des concentrations à l'équilibre entre la membrane et l'eau,  $C_{mb}^{eq}$  (ng/g de LDPE) et  $C_{eau}^{eq}$  (ng/L), respectivement la concentration du contaminant dans la membrane et dans l'environnement aqueux à l'équilibre.

L'équilibre thermodynamique entre la membrane et le milieu eau varie selon les conditions hydrodynamiques du milieu, des composés, de la charge ionique de la solution, etc... Typiquement, les droites de désorption des PRC (composés présents sur la membrane avant l'exposition) permettent de statuer sur l'atteinte de l'équilibre par les différents composés.

L'utilisation de PRC permet de quantifier très convenablement les échanges entre les différents milieux (membrane/eau souterraine). De façon générale, les PRC utilisés pour quantifier les concentrations en HAP sont des HAP deutérés. Au

regard des difficultés analytiques (essais en laboratoire, introduction des PRC sur les membranes, coût analytique associé), l'utilisation de PRC pour estimer l'équilibre entre le support passif et le milieu aqueux n'a pas été retenue.

Il est également possible de déterminer si l'équilibre est atteint entre les composés sorbés sur la membrane et le milieu aqueux lorsque la concentration en composé (ug par kg de membrane) est identique pour des membranes de LDPE de tailles différentes (Smedes *et al.*, 2013). Ainsi l'utilisation de plusieurs membranes de différentes géométries et dans des conditions d'exposition similaires permettent de s'affranchir de l'utilisation de PRC.

### **Préparation des membranes LDPE et quantification**

Des membranes de 10, 15 et 20 cm de long et 2,5 cm de large ont été découpées à partir d'un rouleau de tube en polyéthylène basse densité (Brenwood Plastic). Les membranes ont ensuite été lavées dans deux bains successifs de cyclohexane pendant 24 heures, puis dans un troisième bain de méthanol pendant 12h afin d'éliminer toute trace de monomère qui pourrait interférer ultérieurement dans l'analyse. Des blancs de manipulation ont été réalisés des membranes lavées. La verrerie utilisée dans les essais a préalablement été calcinée par passage au four à 450°C.

Les membranes LDPE ont été utilisées lors des campagnes de septembre 2014 et de février 2015 (Annexe 2). Les membranes ont été laissées dans les ouvrages 22 jours pour les deux campagnes de prélèvements (septembre 2014 et février 2015). Les membranes ont été séchées puis stockées en chambre froide jusqu'à leur extraction. Chaque membrane a ensuite été extraite avec deux bains consécutifs de cyclohexane pendant 20 h et 8 h, respectivement. La quantification des composés a été réalisée par UPLC Altus 30 (Perkin Elmer) réalisées au Laboratoire de Chimie de l'Environnement de l'université Aix-Marseille.

Les  $K_{mb-eau}$  ont été calculés à partir de Smedes *et al.* (2009). Ces auteurs ont établi plusieurs relations entre le log  $K_{LDPE}$ , le log  $K_{ow}$  et la masse molaire (MW). Dans le cadre de notre étude, les coefficients de partage  $K_{LDPE}$  seront calculés à partir des MW pour les HAP.

### **Validation de la démarche**

La possibilité d'estimer la concentration dans les différents ouvrages à partir de l'équation 3 repose sur l'atteinte de l'équilibre (échanges constant entre le support passif et le milieu aqueux). La Figure B présente les concentrations obtenues entre les trois membranes de tailles différentes pour différents composés et différents ouvrages investigués.

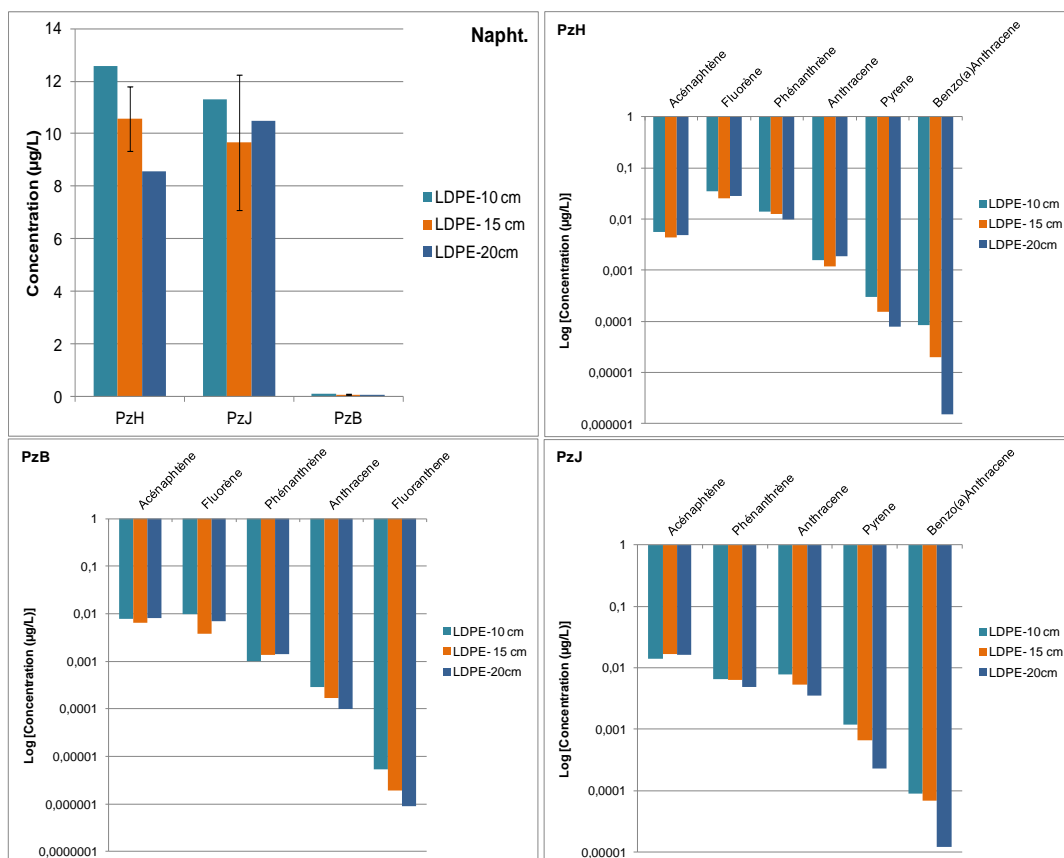


Figure B : Concentration en HAP dans les différents ouvrages investigués selon les différentes géométries des membranes LDPE

Au regard des graphiques présentés dans la Figure B, les concentrations obtenues sur les membranes pour des longueurs différentes, peuvent être considérées comme similaires (variation <5% entre membrane) pour les composés suivants :

- Naphtalène (100% des cas) ;
- Acénaphthène (100% des cas) ;
- Fluorène (100% des cas) ;
- Phénanthrène (100% des cas) ;
- Anthracène (33% des cas).

Pour les 4 premiers composés, les concentrations obtenues sur les membranes de 10 cm, de 15 cm et de 20 cm présentent des valeurs similaires ce qui permet d'affirmer que les échantillonneurs passifs sont à l'équilibre pour ces substances. Pour l'anthracène, les concentrations sur les membranes diminuent avec la longueur de celle-ci au droit des ouvrages PzB et PzJ. Ces tendances sont également observables pour les composés de plus hauts poids moléculaires (pyrène, fluoranthène, benzo[a]anthracène). La diminution des concentrations selon la taille croissante des membranes met en évidence un « non équilibre » entre les eaux souterraines et l'échantillonneur passif. Ainsi, au vu des résultats, seuls les concentrations obtenues pour le naphtalène, l'acénaphthène, le fluorène et le phénanthrène pourront être utilisés. Les concentrations obtenues pour les composés de poids moléculaires sous-estiment les concentrations du milieu.

### **Références de l'Annexe 7 :**

Booij, K., Sleiderink, H.M., Smedes, F., 1998. Calibrating the uptake kinetics of semipermeable membrane devices using exposure standards. *Environmental Toxicology and Chemistry* 17.

Huckins, J.N., Petty, J.D., Booij, K., 2006. *Monitors of Organic Chemicals in the Environment*. Springer, New York.

Smedes, F., Geertsma, R.W., van der Zande, T., 2009. Polymer-water partition coefficients of hydrophobic compounds for passive sampling: application of cosolvent models for validation. *Environmental Science and Technology* 43, 7047-7054.

Smedes, F., Alexander van Vliet, L., Booij, K., 2013. Multi-Ratio Equilibrium Passive Sampling Method to Estimate Accessible and Pore Water Concentrations of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons and Polychlorinated Biphenyls in Sediment. *Environmental Science and Technology* 47, 510-517.







**INERIS**

*maîtriser le risque |  
pour un développement durable*

**Institut national de l'environnement industriel et des risques**

Parc Technologique Alata  
BP 2 - 60550 Verneuil-en-Halatte

Tél. : +33 (0)3 44 55 66 77 - Fax : +33 (0)3 44 55 66 99

**E-mail** : [ineris@ineris.fr](mailto:ineris@ineris.fr) - **Internet** : <http://www.ineris.fr>