

LOQUAS : Combinaison des reconnaissances géophysiques et physico-chimiques pour l'estimation géostatistique de pollutions de sols par hydrocarbures

Yves Benoit⁽¹⁾, C. de Fouquet⁽²⁾, E. Polus-Lefebvre et C. Faucheux⁽²⁾, B. Fricaudet et C. Carpentier⁽³⁾, J.C. Gourry⁽⁴⁾, N.Haudidier⁽⁵⁾

(1) IFP, Département "Biotechnologie", 1-4, avenue Bois-Préau, 92852 Rueil-Malmaison Cedex

(2) MINES ParisTech, 35 Rue Saint-Honoré, 77305 Fontainebleau Cedex

(3) ARCADIS ESG Agence Paris 2, 9 Av. Réaumur 92354 Le Plessis Robinson Cedex

(4) BRGM, 3 avenue Claude Guillemin 45060 Orléans

(5) VINCI TECHNOLOGIES, Parc de l'Île 27B rue du Port 92022 Nanterre

1. Contexte du projet LOQUAS.

On estime en France actuellement à plusieurs dizaines de milliers le nombre de sites sur lesquels une activité industrielle a potentiellement engendré une pollution des sols. De nombreux acteurs publics ou privés sont ainsi confrontés au problème de la gestion d'anciens sites industriels. Les contaminations peuvent être accidentelles ou diffuses et sont souvent l'héritage d'activités industrielles arrêtées. Une connaissance aussi précise que possible de l'étendue et des caractéristiques des pollutions organiques présentes dans ces sols s'avère indispensable pour élaborer les projets de réhabilitation qui doivent faire face à de nombreuses contraintes politiques et budgétaires.

Créé fin 2003, le groupe de travail "GéoSiPol" associant des industriels, des bureaux d'études, des organismes de recherche et des institutionnels, a pour objet la diffusion des méthodes géostatistiques. Cette initiative souligne les difficultés rencontrées en pratique pour la mise en œuvre de méthodes rationnelles de reconnaissance et d'estimation.

Le projet LOQUAS, financé par l'ANR dans le cadre de PRECODD 2005, se focalise sur l'évaluation des pollutions organiques de sol, une des ressources naturelles identifiées comme prioritaires dans le plan d'action européen sur les technologies environnementales (ETAP). La méthodologie LOQUAS a été développée comme aide aux bureaux d'études; elle concerne la gestion des déblais excavés et des sols accessibles par terrassement. Elle est applicable pour toutes les pollutions organiques, résiduelles ou non, situées en zone insaturée. Le projet regroupe des industriels du secteur, ARCADIS ESG et VINCI TECHNOLOGIES, et des centres de recherches ou EPIC, ENSMP, BRGM et IFP.

L'approche envisagée est fondée sur l'utilisation de plusieurs méthodes physico-chimiques normalisées ou non qui ont été confrontées au travers de campagnes terrain afin de préparer un guide à l'attention des bureaux d'études. Le projet LOQUAS a permis de préciser le cadre et les limites de leur utilisation au sein d'une méthodologie globale faisant appel à différents outils complémentaires (chimiques, géophysiques, mesures de gaz des sols).

L'évaluation technico-économique vise à évaluer le coût des différentes phases de la méthodologie proposée.

2. Objectif du projet.

L'objectif initial du projet est le couplage de méthodes rapides d'échantillonnage sur site et de méthodes d'estimation appropriées afin d'améliorer la conduite des projets de réhabilitation. Il vise à améliorer les techniques de **localisation** et de **quantification** des polluants organiques dans un sol afin d'optimiser la connaissance de leur **extension** et de leur **hétérogénéité**, connaissances indispensables à l'optimisation des campagnes de diagnostic et de dépollution. En fonction des outils de diagnostic retenus, la méthodologie proposée dans le cadre du projet LOQUAS pourrait également trouver une application dans

le domaine des sédiments contaminés ou du tri des sables côtiers en cas de marées noires. Le système de diagnostic est construit autour de trois volets majeurs :

- une **méthodologie de diagnostic par méthodes géophysiques**,
- une **stratégie d'échantillonnage fondée sur une approche géostatistique**,
- une **stratégie d'analyse quantitative et qualifiante réalisée sur site à l'aide du Pollut Eval®** venant en complément d'approches chimiques normalisées (analyse chromatographique).

Ce projet a aussi pour objectif de proposer une meilleure gestion des ressources affectées au traitement des sites pollués. Ces ressources étant par essence limitées, il convient de développer et de favoriser l'utilisation de techniques analytiques permettant un diagnostic adapté aux objectifs (tri de terre, envoi en centre de traitement, évaluation des cubatures de sol à traiter) tout en minimisant les risques de laisser en place des sols pollués.

3. Les différents éléments de la méthodologie "LOQUAS"

Les 3 enjeux majeurs du projet étant de **localiser** et de **quantifier** les pollutions de sols tout en **maîtrisant leurs incertitudes**, plusieurs techniques de reconnaissance et/ou de quantification ont été testées successivement. Durant les 3 années du projet, 5 phases d'expérimentations ont permis d'évaluer l'intérêt et les limites ainsi que la complémentarité de chaque outil. Certaines opérations, telles que l'homogénéisation et la représentativité d'échantillonnage composite ont été ainsi évaluées. Au final, la structure itérative du projet a permis de proposer une méthodologie regroupant tout ou partie des outils décrits dans le chapitre suivant. Les perspectives sont nombreuses dans la mesure où les recommandations fixent un cadre et une succession logique d'opérations dans lesquels peuvent être insérés d'autres outils de reconnaissance ou d'analyse.

3.1 Méthodes physico-chimiques.

Mesure de gaz des sols

L'analyse de gaz est employée depuis de nombreuses années pour le monitoring de procédés de dépollution in situ ou pour le suivi de l'atténuation naturelle. Elle est aussi utilisée comme outil d'investigation et de diagnostic de sites pollués dans le cadre de contamination par des solvants chlorés ou par des BTEX. L'analyse directe des polluants dans la phase gaz peut être employée soit pour déterminer les pollutions résiduelles des sols et aquifères, soit pour suivre l'oxydation du polluant et sa dégradation dans le sol en mesurant le dioxyde de carbone émis. Sur le terrain, l'analyse des vapeurs d'hydrocarbures, du CO₂ et du CH₄ a été faite à l'aide d'un capteur infrarouge portable qui comporte des fenêtres d'analyse mesurant la concentration en CO₂ et en CH₄.

Les mesures sont faites in-situ et en continu à travers une canne de prélèvement (Ecoprobe 5) insérée dans un forage de 50 cm de profondeur et de 3 cm de diamètre. L'analyse des différents gaz est faite à un débit de 1 L/min après 20 s de stabilisation.

Méthode Pollut-Eval®

Le principe de la méthode Pollut-Eval® consiste à chauffer entre 50°C et 850°C un échantillon de 100 mg de sol contaminé afin de thermo-vaporiser les hydrocarbures les plus légers puis de pyrolyser les plus lourds. Une programmation de température prédéfinie libère les différentes coupes pétrolières présentes (essence, gazole). La quantification des hydrocarbures s'effectue à l'aide d'un détecteur à ionisation de flamme (FID) préalablement étalonné. Aucune phase de prétraitement n'est nécessaire.

Pour les opérations de diagnostics nécessitant une réactivité importante, un cycle à fort gradient a été développé et validé dans le cadre du projet LOQUAS. Ce cycle débute à 50°C afin de permettre la détection de coupes pétrolières légères et se termine à 650°C pour le craquage de fractions lourdes de types bitumes ou asphaltes.

Ce cycle court correspond à un temps d'analyse total de 16 mn et permet d'avoir une fréquence de 2 analyses en moyenne par heure. L'intégralité du signal enregistré durant la phase de vaporisation puis de pyrolyse correspond aux hydrocarbures totaux détectés par

FID ; ce bilan a été comparé aux résultats de la méthode CPG. Ce signal global peut être divisé en différentes zones, correspondant chacune à des températures de vaporisation croissantes que l'on peut préalablement étalonner à l'aide d'hydrocarbures de masses connues. Ainsi, 3 zones appelées Q_0 , Q_1 et Q_2 permettent de scinder le signal global en:

- Hydrocarbures inférieurs à C_{10}
- Hydrocarbures compris entre C_{10} et C_{40}
- Hydrocarbures supérieurs à C_{40} .

Les techniques chromatographiques conventionnelles ne permettent pas de quantifier les hydrocarbures lourds de poids moléculaire supérieur à C_{40} , les résines et les asphaltènes. Ces familles de composés sont pyrolysées dans la méthode Pollut-Eval® en fin de cycle, ce qui permet de ne pas les corrélérer aux résultats des analyses chimiques.

Les coupes pétrolières issues du raffinage (essence, jet fuel, kérosène, gazole, fioul domestique) fréquemment rencontrées dans les sols pollués, sont vaporisées dans des zones bien distinctes. La distillation d'une coupe pétrolière dans une des trois zones devient un élément important du diagnostic et de la reconnaissance des polluants.

Méthode CPG

Le but de la chromatographie en phase gazeuse est de séparer les différents constituants d'un mélange afin de les identifier et/ou de les quantifier. Le mélange à analyser est injecté dans une colonne de séparation, vaporisé et séparé à travers la colonne séparative jusqu'à un détecteur préalablement étalonné.

A la sortie de la colonne, les composés séparés sont détectés par un détecteur à ionisation de flamme (FID). L'élution d'un composé se traduit par la variation d'un signal dont l'intégration dans le temps conduit à une surface proportionnelle à la quantité de produit détecté. En fonction des analyses de sols ou de lixiviats, le dosage des hydrocarbures a été effectué sur 3 appareils différents: un VARIAN 3800 ou un TRACETMGC 2000 Thermofinnigan équipés soit d'une injection "Split", soit d'un Combipal soit d'un injecteur "on column". Le choix de la colonne de séparation des hydrocarbures dépend de leur nature. Pour les composés les plus lourds, la séparation s'effectue sous hélium sur une colonne apolaire MXT de 6 m et pour les coupes plus légères, une colonne PONA de 50 m de longueur et d'un diamètre interne de 0,25 mm. L'épaisseur de film de la phase apolaire est de 0,1 μm et le volume injecté de 1 μL .

Une phase d'extraction des polluants présents dans les sols est effectuée avant analyse. On prélève directement sur site environ 20 g de l'échantillon primaire auxquels on ajoute un poids équivalent de solvant. Pour l'étude du potentiel de transfert à l'eau par lixiviation, le solvant est de l'eau. Pour le calcul de la concentration résiduelle en polluants dans les sols, le solvant utilisé est le dichlorométhane. Cette phase d'extraction conditionne la qualité du transfert des polluants de la matrice contaminée vers le solvant qui sera ensuite analysé par CPG. Pour certains sols, notamment les argiles, le contact sol/solvant est parfois très limité et les extractions sont incomplètes. Ce point est important dans la mesure où ce protocole est inclus dans la méthode normalisée dont les résultats seront ensuite comparés à ceux du Pollut-Eval® et aux productions de gaz détectées en différents points d'échantillonnage du site.

3.2 Méthodes géophysiques.

Encore mal maîtrisées par les professionnels en charge de la gestion des sites pollués, plusieurs méthodes géophysiques ont été testées durant le projet LOQUAS afin de rechercher la localisation des polluants. De par leur caractère extensif, ces méthodes viennent compléter les études historiques pour lesquelles des omissions de source de pollution sont toujours possibles.

La première est le potentiel spontané (PS) méthode géophysique passive, ne nécessitant pas de source artificielle. On mesure le potentiel électrique à l'aide d'un voltmètre à haute impédance d'entrée entre deux électrodes dites impolarisables. L'une des électrodes est généralement fixe, et est considérée comme l'électrode de référence. La seconde électrode, dite mobile, est déplacée suivant une grille préétablie sur le terrain. On mesure ainsi le potentiel électrique naturel du sol suivant un maillage. L'origine de ces potentiels est très

variée et parfois encore inconnue. Dans le cas du diagnostic de pollution sur site les plus intéressants sont les potentiels électrocinétiques et potentiels électrochimiques. En particulier, les gradients de potentiel électrochimiques créent par couplage un gradient de potentiel électrique. Sur site pollué, les potentiels électrochimiques sont principalement liés à des réactions d'oxydoréduction qui conduisent à des contrastes liés aux réactions d'oxydation ou de réduction, créant ainsi des dipôles électriques dont on mesure le potentiel en surface. Ce potentiel est appelé « potentiel électro-redox ». Le potentiel PS mesuré en surface dans un environnement pollué est une somme de 2 phénomènes, l'un d'origine hydrogéologique (écoulement des eaux), l'autre d'origine électrochimique (dégradation des polluants) que l'on ne peut pas distinguer l'un de l'autre. Il est important de noter que ce n'est pas la présence de polluants que l'on mesure mais leur produit de dégradation.

Les méthodes électriques ont été aussi testées notamment la mesure de résistivité électrique. Son principe repose sur la mesure de la différence de potentiel entre 2 électrodes engendrée par une injection de courant sur 2 électrodes déportées. Les techniques d'acquisition en méthodes électriques sont nombreuses notamment la technique dite « panneau électrique » ou tomographie électrique, qui consiste à mesurer résistivités et chargeabilités pour des quadripôles constitués d'électrodes alignées. L'ensemble des mesures permet de reconstruire la coupe géoélectrique verticale du sol. Différentes configurations de quadripôles sont possibles ; nous citerons celles que nous avons utilisées : le dipôle-dipôle, le pôle-pôle et le gradient. Suivant la technique d'acquisition, on peut restituer des coupes verticales ou des représentations 3D de la résistivité en chaque point d'une maille (2D ou 3D suivant le cas) après inversion des résistivités apparentes mesurées. En contexte de sols pollués par des hydrocarbures, la résistivité des milieux affectés par la pollution est contrôlée par le degré de dégradation des hydrocarbures. Un hydrocarbure non dégradé est généralement très résistant. En revanche, les produits de dégradation (notamment les acides organiques) font chuter la résistivité par acidification du milieu et dissolution de minéraux. Il faut donc rester vigilant aux conditions géochimiques locales et à la présence d'une flore bactérienne.

3.3 Outils géostatistiques

Élaborée dans les années 1950 dans le contexte de l'estimation des ressources minières, la géostatistique permet d'étudier des phénomènes dits « régionalisés ». Le concept fondamental repose sur le fait que les teneurs en deux points peuvent être corrélées, la corrélation étant plus marquée lorsque les deux points sont rapprochés. Trois traitements de données ont été principalement étudiés dans LOQUAS : l'analyse exploratoire, l'analyse variographique et la modélisation par krigeage.

4. Résultats et discussion

Les résultats du projet résident à la fois dans des améliorations de matériel ou logiciel et dans la mise en place de méthodologies :

- **Conception d'un nouveau module de présentation graphique** des données du Pollut Eval terrain,
- **Amélioration des performances** de l'appareil (autonomie, portabilité, applications) grâce à un passeur réfrigéré régulé par effet Peltier,
- **Proposition d'une méthodologie de diagnostic** des sols basé sur différents outils incluant la gestion des incertitudes.

L'intérêt de la méthodologie testée durant les 4 campagnes successives réside dans la complémentarité et la succession d'outils de **localisation** (géophysique, mesure des gaz des sols) et de **quantification** des polluants (chimie conventionnelle, Pollut-Eval®, lixiviation). En toile de fond, la volonté d'apporter des réponses pratiques à la profession en ce qui concerne l'échantillonnage et la maîtrise des incertitudes, nous a conduit à évaluer l'intérêt, mais aussi les limites, de plusieurs méthodes. L'enchaînement de ces méthodes (voir logigramme ci-dessous) vient s'insérer dans les pratiques aujourd'hui mises en oeuvre par les bureaux d'études (étude historique, phase de diagnostic initial).

La complémentarité des outils terrain permet d'accéder à des données non accessibles par des méthodes conventionnelles de chimie (CPG). Des informations qualitatives issues de méthodes intégratrices telles que la géophysique viennent compléter les informations initiales de l'étude historique (localisation de structures enterrées et des zones sources de pollution). La prise en compte d'informations issues d'observations organoleptiques a été aussi étudiée dans le but d'adapter les schémas de reconnaissance à la variabilité du site.

L'autre objectif est de permettre une **meilleure gestion des ressources** affectées au traitement des sites, notamment d'évaluer au mieux les volumes de sol à traiter en optimisant leur sélection. L'idée n'est pas de "substituer" la méthode Pollut-Eval® aux méthodes normalisées mais de mieux sélectionner les échantillons devant être analysés par ces approches conventionnelles coûteuses et peu réactives. A ce titre, le projet a tenté d'évaluer l'intérêt technico-économique des solutions proposées

Des approches similaires, fondées sur l'exploitation géostatistique de données *terrain*, ont été récemment proposées par d'autres équipes de recherche. L'objectif est identique à celui du projet LOQUAS, même si les données sont issues d'autres équipements analytiques : **Optimiser le tri des terres** suite aux campagnes de diagnostic par la création de cartes de concentrations associées à des incertitudes. Le but est d'optimiser le nombre de points de contrôle ainsi que leur localisation. L'approche peut être résumée par le schéma suivant.



La succession des opérations est constituée par les étapes suivantes :

- i. Définition des objectifs de l'investigation (scientifiques, légaux ou économiques)
- ii. Etude historique du site
- iii. Préparation du chantier
- iv. Choix des techniques d'investigation
- v. Campagne d'investigation sur site
- vi. Exploitation statistique et géostatistique des résultats et modélisation
- vii. Décisions concernant la stratégie d'échantillonnage

Une fois les objectifs de l'investigation fixés (**étape i**), l'étude historique du site est entreprise (**étape ii**) par le Bureau d'études afin de collecter et de faire la synthèse de l'ensemble des

informations disponibles avant toute opération "*terrain*" (identification des cibles potentielles et des activités industrielles passées). Ces opérations préalables conduisent à préparer le chantier (**étape iii**) ainsi qu'aux choix des outils d'investigations en fonction des polluants suspectés et de la lithologie (**étape iv**). Les objectifs de l'investigation et les résultats de l'étude historique (taille du site, lithologie) conditionnent l'étape iii notamment en ce qui concerne le choix du "motif" et du maillage de l'échantillonnage.

Les opérations qui suivent l'investigation (**étape v**) peuvent être scindées en **4 étapes répétitives** qui constituent **l'étape vi** ("exploitation statistique et géostatistique des données").

L'analyse exploratoire des données "terrain" collectées à partir de chaque outil ou technique d'investigation. Elle fait appel à des "outils" classiques" de statistiques :

- Statistiques élémentaires (valeurs moyennes, variances)
- Etude graphique des nuages de corrélation et des histogrammes (répartition, fréquence et moyenne par classe, médianes, etc...)
- Nuages de corrélation, régressions empiriques
- Afin d'être parfaitement maîtrisée, cette analyse exploratoire doit être précédée par une étude métrologique des outils analytiques utilisés (fidélité, justesse, répétabilité).

L'analyse variographique

- Calculs des variogrammes expérimentaux mono variables ou bivariés
- Etude de la distribution spatiale des polluants (anisotropie, corrélation spatiale)

La modélisation

- Modèle variographique
- Choix de la dimension des blocs en accord avec la portée et la maille de reconnaissance
- Krigeage
- Élaboration des cartes de concentration en polluants et calcul des incertitudes associées (déviations standard et erreurs d'estimation)

Dans l'approche du projet LOQUAS, la **géophysique** se veut une méthode exploratoire. L'utilisation de la géophysique se situe à 2 niveaux : immédiatement après l'étude historique en tenant compte des indices de pollution connus dans des forages ou des fosses. Elle vise à établir un zonage du secteur d'étude en différenciant les zones anomales du contexte général. A cette étape, elle permet donc d'optimiser le positionnement des sondages. Mise en oeuvre avant la reconnaissance systématique, elle permet d'interpoler les données analytiques et géologiques de différents sondages. En contexte de sols pollués par hydrocarbures, les conditions de dégradation vont conditionner la réponse géophysique, tant pour la mesure de potentiel spontané (directement proportionnel aux gradients de potentiel redox), que pour la résistivité qui peut être affectée par l'acidification et l'ionisation du milieu. Alors que la méthode du potentiel spontané ne peut détecter la présence de pollution que si un processus de dégradation est actif, la résistivité électrique permet aussi bien une détection des hydrocarbures non dégradés résistants que dégradés conducteurs. Dans les 2 cas, la résistivité du sol pollué sera dite anomale par rapport au contexte général du site. Les travaux de LOQUAS ont montré qu'il n'est pas possible de quantifier la pollution par la résistivité électrique : il n'y a pas de corrélation entre concentration en hydrocarbures et résistivité. On ne peut donc pas établir de seuil de sensibilité, mais les résultats du projet LOQUAS montrent que toutes les pollutions supérieures à 500 mg/kg d'hydrocarbures ont été détectées.

Les méthodes électriques et de potentiel spontané sont non-destructives et permettent une reconnaissance à grand rendement sur le terrain (suivant la taille de maille, jusqu'à 1 hectare par jour). Les résultats peuvent être restitués en 2D ou 3D suivant le mode d'acquisition. La dimension de la maille de mesures va fixer la résolution et donc la taille minimale des spots de pollution. La détection de sources de pollution dispersées demandera une maille plus fine que pour un panache sur la nappe phréatique (Gourry et al, 2009,). A ce stade du diagnostic, on peut déjà proposer un cubage des terres polluées, qui devra être validé par la phase d'analyses. Ainsi les résultats de la campagne géophysique vont orienter la phase de

reconnaissance par sondages ou fosses avec prélèvements et analyses. Les méthodes électriques peuvent être mises en œuvre à la surface du sol ou dans des piézomètres. Le nombre et la position des sondages pourront être optimisés afin de ne pas oublier une pollution ponctuelle qui pourrait être ratée par un maillage de sondage régulier.

Concernant **les outils de quantification physico-chimiques**, l'intérêt du Pollut-Eval® réside dans son utilisation en temps réel sur site même si son utilisation reste consommatrice de temps. L'appareil a été fiabilisé et sécurisé et son utilisation est désormais ouverte aux polluants les plus légers suite à l'addition d'un refroidissement par effet Peltier, et à sa qualification par des coupes essences. Les essais d'inter comparaison sur plusieurs sites ont montré la cohérence des réponses des 2 appareils.

Les réponses du Pollut-Eval® peuvent conduire à des "faux positifs" mais c'est aussi le cas de la méthode de référence. Que ce soit sur échantillons ponctuels ou composites, les réponses quantitatives du Pollut-Eval® sont mal corrélées à celles de la CPG alors que les informations qualitatives issues des 2 analyseurs conduisent au même diagnostic. La métrologie des 2 techniques étant maîtrisée, différentes hypothèses ont été avancées pour expliquer la cause de ces incertitudes; deux des composantes majeures sont la variabilité spatiale résiduelle à petite échelle et l'incidence des protocoles de prétraitement de la méthode de référence. Les étapes d'extraction de la CPG ont été régulièrement prises en défaut pour des sols fortement humides et argileux (apolarité et accessibilité des solvants). Dans ces conditions, les taux de recouvrement sont systématiquement faibles et les bilans obtenus par CPG sous évalués, conduisant à des corrélations où le Pollut-Eval apparaît souvent "conservateur". Sur plusieurs sites, l'écart type des mesures Pollut-Eval® est cohérent et se situe vers 190 mg/kg alors que celui de la CPG est de 80 mg/kg. Un des atouts de la méthode de référence reste sa sensibilité (LQ proche de 10 mg/kg) comparée à celle du Pollut-Eval® (340 mg/kg) qui est bruitée et proche du seuil critique de décision. Ce bruit "analytique" perturbe la qualité du diagnostic (faible sélectivité) pour des concentrations proches du seuil critique de décision (500 mg/kg : critères de définition d'un déchet inerte établi dans l'arrêté du 6 mars 2006)

Utilisé pour le tri de terre, il est néanmoins possible de délimiter 3 zones afin de gérer l'envoi des sols en centre de traitement ou leur maintien en fonds de fouille. Le coût induit par son achat et son fonctionnement réserve son utilisation à des diagnostics de grande ampleur avec des enjeux financiers élevés.

Les résultats obtenus par CPG sur plusieurs sites conduisent aussi à de faibles répétabilité et à de fortes incertitudes. La normalisation offre une garantie de reconnaissance par tous les acteurs mais n'assure pas une quantification sans incertitude.

La mesure de gaz des sols a été aussi évaluée. La répétabilité des mesures de CO₂ reste difficile à obtenir. Sur des maillages imbriqués, des différences de variances et de concentrations moyennes ont été observées. La pollution ne se présente pas sous la forme d'un panache (par diffusion ou convection)

Ces résultats nous ont conduit à conclure que cet outil de diagnostic était peu pertinent s'il est utilisé seul et que son usage (et donc son évaluation) doit être couplé à des mesures complémentaires de type perméabilité et porosité du sol.

Au **niveau méthodologique**, les études relatives à l'homogénéisation n'ont pas conduit aux résultats attendus; les opérations d'homogénéisation, dont le but principal, était de réduire le nombre d'échantillon tout en réduisant le niveau d'incertitude, ne sont pas concluantes. L'incertitude sur la concentration moyenne d'un échantillon homogénéisé obtenue par analyse de 3 points n'est pas plus faible que celle obtenue par analyse de 4 points ponctuels non homogénéisés. Un plus grand volume de prélèvement élémentaire homogénéisé n'améliore pas la représentativité du prélèvement. Un maillage régulier, resserré autour des zones anomales détectées par la géophysique sera recommandé dans le guide méthodologique final. Son côté systématique permet de préciser la moyenne ou les autres résumés statistiques, d'étudier les corrélations spatiales des concentrations à des échelles inaccessibles tout en évitant les difficultés d'une reconnaissance préférentielle. Son utilisation a aussi permis de vérifier l'intérêt des reconnaissances en profondeur lors des phases préliminaires de diagnostic. La représentativité de l'échantillonnage effectué par les bureaux d'études reste aujourd'hui un point majeur à améliorer.

Concernant les approches statistiques, l'analyse exploratoire nous a permis de comprendre et de visualiser comment la pollution s'organisait sur les sites : implantation des différents niveaux de teneur, régularité ou contrastes des valeurs en des points d'échantillonnage voisins, variation des teneurs avec la profondeur ou avec les types de sols. L'analyse exploratoire prépare ainsi l'étape de cartographie.

Concernant les traitements géostatistiques, deux volets ont été étudiés:

- La première étape de l'estimation a consisté à identifier et à quantifier la structure spatiale du phénomène. La variabilité spatiale des teneurs a été étudiée puis modélisée à l'aide de variogrammes qui permettent d'examiner la possibilité ou non d'une délimitation précise des zones à dépolluer. L'estimation géostatistique fournit une mesure de l'incertitude de cette estimation.
- Pour estimer la teneur en polluants en un point ou en un "bloc" à partir des observations, il a été fait appel au krigeage qui est construit par minimisation de la variance de l'erreur d'estimation.

Les analyses géostatistiques du projet LOQUAS ont été menées à l'aide du logiciel Isatis® qui permet d'analyser des données en deux ou trois dimensions et de réaliser des estimations linéaires ou non linéaires.

Tout au long du projet différentes approches géostatistiques et analyses exploratoires ont été mises en oeuvre pour évaluer la représentativité de différents schémas ou motifs d'échantillonnage, pour étudier la variabilité spatiale des polluants à différentes échelles, et pour comparer entre elles différentes techniques de localisation ou de quantification. Ces outils ont aussi permis à ARCADIS d'évaluer l'intérêt et les limites des opérations d'homogénéisation sur site. Ces approches ont permis d'optimiser le "coût" des informations obtenues suite aux travaux d'investigations et d'éviter certaines erreurs d'interprétation. L'évaluation des volumes de terre à traiter par rapport à un seuil critique est améliorée car enrichie d'une évaluation incertitude (meilleure quantification du risque d'erreur de destination sur une maille).

Les traitements de données se sont révélés riches en informations parfois disponibles mais peu exploitées par les bureaux d'études, notamment l'analyse exploratoire qui pourrait être conduite en complément de l'interprétation classique. Par son approche critique des erreurs d'évaluation, la géostatistique apporte des réponses à la profession par une meilleure maîtrise des risques d'erreur de diagnostic. Bien que difficilement automatisable, les analyses variographiques suivies de modélisations et de krigeage par blocs ont permis l'élaboration de cartes de concentrations en polluants qui pourraient apporter aux opérateurs des éléments fiables de décision pour les tris de terre. Associé à des incertitudes de mesure, l'ensemble de ces estimations apporte des éléments quantitatifs pour les étapes de diagnostic et de réhabilitation. L'investissement nécessaire à l'achat de ces outils, la technicité demandée pour leur utilisation et l'interprétation de leurs données ne sont pas sans incidence sur le coût des opérations. Pour ces raisons, la méthodologie proposée doit être recommandée principalement pour des projets à enjeux financiers élevés.

5. Références

- Naudet, V., Revil, A., Rizzo, E., Bottero, J.Y. and Begassat, P., 2004, "*Groundwater redox conditions and conductivity in a contaminant plume from geoelectrical investigations*", Hydrology and Earth System Sciences, 8(1), 8-22.
- Atekwana E.A., Atekwana W.A., Rowe R.S., Werkema D.D. and F.D. Legall, 2004, "*The relationship of total dissolved solids measurements to bulk electrical conductivity in an aquifer contaminated with hydrocarbon*", J. Appl. Geophys., 56, 281-294.
- Sauck, W.A., 2000, "*A model for the resistivity structure of LNAPL plumes and their environs in sandy sediments*", *Journal of Applied Geophysics* 44, 151-165.
- Gourry J.C., Benoit Y., Fricaudet B., Carpentier C., De Fouquet C., Fauchoux C., 2009 : *Traitements et incertitudes du diagnostic de pollution par méthodes géophysiques*, Rencontres Ademe 2009