

### PRECODD 2005 Rapport final

L'Ocalisation et QUAntification d'une pollution organique de Sol : Intégration géostatistique des données géophysiques et Pollut-Eval® sur site

LOQUAS

Coordinateur : Institut Français du Pétrole

Juillet 2009

Yves Benoit (IFP), Chantal de Fouquet Bruno Fricaudet (Arcadis), Claire Carpentier (ARCADIS) Jean-Christophe Gourry (BRGM), Nicolas Haudidier (Vinci technologies)

R2011-003-CFOU



# Compte-rendu de fin de projet

# Projet ANR-AAP 2005

# **LOQUAS**

### Programme PRECODD 2005

## Thème 2.2.1 "Techniques et méthodes de diagnostic"

A Idei	NTIFICATION	2
	UME CONSOLIDE PUBLIC	
B.1	Instructions pour le résumé consolidé public	2
B.2	Reconnaissance & caractérisation de sites industriels pollués	
	par des hydrocarbures	2
B.3	Résumé consolidé public en anglais	4
C MEM	10IRE SCIENTIFIQUE	5
C.1	Résumé du mémoire	. 11
C.2	Enjeux et problématique, état de l'art	. 11
C.3	Approche scientifique et technique	. 13
	Résultats obtenus	
	Exploitation des résultats	
	Discussion	
	Conclusions	
C.8	Références	. 14
D LIST	TE DES LIVRABLES	.14
E IMPA	ACT DU PROJET	.15
E.1	Indicateurs d'impact	. 15
E.2	Liste des publications et communications	. 16
E.3	Liste des éléments de valorisation	. 17
E.4	Bilan et suivi des personnels recrutés en CDD (hors	
	stagiaires)	. 18

#### **A** IDENTIFICATION

Acronyme du projet	LOQUAS
Titre du projet	LOcalisation et QUAntification d'une pollution organique de Sol : Intégration géostatistique des données géophysiques et Pollut-Eval® sur site
Coordinateur du projet	IFP
Période du projet	7 Décembre 2005 - 7 Juin 2009
Site web du projet, le cas échéant	http://irsun6/loquas/test/loquas/03_carac_geo.html

Rédacteur de ce rapport							
Civilité, prénom, nom	Yves Benoit						
Téléphone	01 47 52 69 82						
Adresse électronique	yves.benoit@ifp.fr						
Date de rédaction	30 juin 2009						

Si différent du rédacteur, indiquer un contact pour le projet						
Civilité, prénom, nom Chantal de Fouquet						
Téléphone	01 64 69 47 61					
Adresse électronique chantal.de_fouquet@ensmp.fr						

Liste des partenaires présents à la	BRGM / J.C. Gourry
fin du projet (société/organisme et	VINCI TECHNOLOGIES/ N. Haudidier
responsable scientifique)	ENSMP / C. De Fouquet
	ARCADIS ESG / C. Carpentier

#### **B** RESUME CONSOLIDE PUBLIC

#### **B.1** Instructions pour le resume consolide public

# **B.2** RECONNAISSANCE & CARACTERISATION DE SITES INDUSTRIELS POLLUES PAR DES HYDROCARBURES

Reconnaissance multi outils (géophysique, CPG et Pollut-Eval®) et caractérisation géostatistique de pollutions de sols par des hydrocarbures

Le projet LOQUAS se situe dans le contexte de l'évaluation des risques des sites pour lesquels une activité industrielle a potentiellement engendré une pollution des sols. L'évaluation des teneurs et de l'étendue de la pollution d'un sol constitue une étape critique, fortement contrainte (budget, délais, paternité) et entachée de nombreuses incertitudes. Ce projet vise à améliorer les techniques de localisation et de quantification des pollutions de sol par hydrocarbures afin d'optimiser leurs coûts d'investigation et d'en maîtriser les incertitudes. Le couplage de méthodes rapides d'échantillonnage sur site et de méthodes d'estimation géostatistiques a été évalué afin d'apporter des solutions aux bureaux d'études en charge des diagnostics et réhabilitations. Une méthodologie globale est proposée pour les projets ayant de forts enjeux financiers. Elle est constituée par une succession d'étapes dont les enjeux dépendent de l'objectif visé (achat de site, risques sanitaires).

Sur la base d'un maillage systématique, des méthodes physicochimiques (géophysique, Pollut-Eval®) viennent compléter les approches conventionnelles aujourd'hui utilisées par la profession (étude historique, Chromatographie).

# Exploitation de l'échantillonnage sur site et des mesures en laboratoire par l'analyse exploratoire et la modélisation géostatistique des données.

La couverture géophysique permet de localiser les principales zones polluées, mais il a été vérifié que les résultats varient suivant les modalités de sa mise en œuvre. Après définition de schémas d'échantillonnage exceptionnels à échelles emboîtées, les prélèvements ont été conditionnés avec ou sans homogénéisation préalable, puis mesurés conventionnellement ou par Pollut-Eval®. Valorisant les redondances, l'analyse exploratoire a permis une comparaison raisonnée des différentes mesures (répétition de mesures, comparaison entre appareils, influence de l'homogénéisation, détermination du nombre de mesures pour constituer une donnée). Pour valider l'évaluation des incertitudes de mesures, des expériences complémentaires d'extraction des hydrocarbures par différents solvants ont été effectuées en laboratoire.

Caractérisée et quantifiée grâce à l'analyse variographique, la variabilité spatiale des teneurs apparaît très importante dès l'échelle inframétrique. A l'échelle plurimétrique, la très faible corrélation spatiale rend imprécise la cartographie des teneurs. La carte d'incertitude associée confirme l'impossibilité d'un tri sélectif des sols à petite échelle pour les sites considérés.

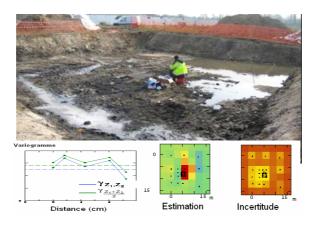
#### Résultats majeurs du projet

Les outils de mesure et les méthodologies développés viennent en appui aux approches conventionnelles de reconnaissance des sites. La métrologie des appareils a été qualifiée, certains équipements ont été améliorés (Pollut-Eval®), et d'autres créés (logiciel de visualisation). La valorisation des données permet de mieux maîtriser les coûts et la qualité du diagnostic. Une méthodologie globale intégrant la place et le rôle de ces différents outils constitue un guide de recommandations pour les bureaux d'études qui bénéficieront d'un réel transfert d'expertise et de technologie.

#### Production scientifique et brevets depuis le début du projet

Les résultats scientifiques du projet ont fait l'objet de présentations orales ou de posters à des colloques traitant de l'environnement ("Cross linked methodologies to assess the contamination extension of hydrocarbon polluted soil"à CONSOIL 2008 et séminaire PRECODD 2008 – "Combinaison des reconnaissances géophysiques et physicochimiques pour l'estimation géostatistique de pollutions de sols par hydrocarbures" aux 2nd Rencontres Nationales sur les sites et sols pollués 2009 complété d'un poster du BRGM sur les outils géophysiques). D'autres étaient destinées aux géostatisticiens ("Characterisation of a hydrocarbon polluted soil by an intensive multi-scale sampling" à GST 2008 et "Spatial variability of hydrocarbon polluted soils: main contributions of the LOQUAS project" à TIES 2009)

#### Illustration



Travaux d'échantillonnage et exploitation statistiques des données

#### Informations factuelles

Le projet LOQUAS associe recherche industrielle et recherche appliquée. D'un budget global de 1,57M€, ce projet d'une durée de 42 mois a démarré début 2005; il a été financé par l'ANR/PRECODD 2005 à hauteur de 0,785 M€. Coordonné par l'IFP, il a associé des industriels (ARCADIS ESG, VINCI TECHNOLOGIES) et des centres de recherche (BRGM, Ecole des Mines de Paris-ARMINES).

#### **B.3** RESUME CONSOLIDE PUBLIC EN ANGLAIS

# RECOGNITION AND CHARACTERIZATION OF INDUSTRIAL SITES POLLUTED BY HYDROCARBONS

Multi tools recognition (geophysics, CPG and Pollut-Eval ®) and geostatistical characterization of soil pollution by hydrocarbons

The LOQUAS project is part of the context of risk assessment for sites where industrial activity has potentially led to soil pollution. The evaluation of the level and the extent of the pollution of a soil is a critical step with high constraints (budget, deadline, paternity) and many uncertainties. This project aims to improve the techniques of localization and quantification of soil pollutions by hydrocarbons in order to optimize their investigation costs and control their uncertainties. The coupling of rapid on-site sampling methods and geostatistical estimation methods has been evaluated in order to provide solutions to engineering studies offices in charge of diagnoses and rehabilitations. A comprehensive methodology is proposed for projects with high financial stakes, consisting of a succession of steps which stakes depend on the objective (site purchase, health risks).

Based on a systematic grid, physicochemical methods (geophysics, Pollut-Eval ®) supplement the conventional approaches used today by the specialists of this field (historical study, chromatography).

# Exploitation of the on-site sampling and of laboratory measurements by exploratory analysis and geostatistical modelling of data

The geophysical coverage allows locating main polluted areas, but results vary according to the modalities of its implementation. After exceptional sampling schemes with nested scales have been designed, samples are packed with or without prior homogenization, then measured conventionally or by Pollut-Eval ®. By exploiting redundancies, the exploratory analysis allows a rational comparison of the different measures (repeated measures, comparison between apparels, influence of homogenization, determination of the number of steps to constitute a piece of data). To validate measurement uncertainties, additional laboratory experiments of hydrocarbons extraction by various solvents have been performed.

Characterized and quantified through the variographic analysis, the spatial variability of levels from the inframetric scale appears to be predominant. At metric and decametric scale, the spatial correlation is tenuous, making imprecise level mapping. The associated uncertainty map confirms the impossibility of a truly selective soil selection.

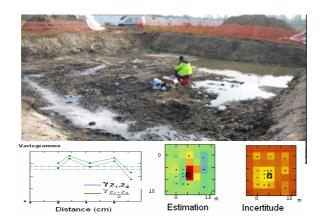
#### Major results of the project

These results relate to measurement tools and methodologies supporting conventional approaches of site recognition. The metrology of some apparels has been described, some equipments have been improved (Pollut-Eval ®), other ones have been created (visualization software). The best data exploitation leads to cost optimization and to a better controlled diagnosis. A comprehensive methodology taking into consideration the situation and the role of these various tools is a recommendation guide for engineering studies offices which will benefit a real expertise and technology transfer.

#### Scientific output and patents since the beginning of the project

The scientific results of the project have been circulated in several oral presentations or posters in the frame of conferences dealing with the environment ("Cross linked methodologies to assess the extension of hydrocarbon contamination polluted soil" to CONSOIL 2008 and PRECODD 2008 seminar; "Combination of geophysical and physicochemical recognitions for the geostatistical estimation of soil pollution by hydrocarbons" at the Second National Meetings on polluted sites and soils, 2009, completed by a poster of the BRGM on geophysical tools). Other presentations were specially made for geostatistical specialists ("Characterization of a hydrocarbon polluted soil by an intensive multi-scale sampling", GST 2008, and "Spatial variability of hydrocarbon polluted soils: main contributions of the LOQUAS project", TIES 2009).

#### Illustration



Sampling works and statistical exploitation of data

#### Factual information

The LOQUAS project is an industrial research project associated with applied research. With a total budget of 1.57 million euros, this 42-month project began early 2005 and has been funded by the ANR / PRECODD 2005 up to 0.785 million euros. Coordinated by the IFP, the project has combined industrial companies (ARCADIS, VINCI TECHNOLOGIES) and research departments (BRGM, Ecole des mines de Paris-ARMINES).

### C MEMOIRE SCIENTIFIQUE

#### Contexte du projet LOQUAS.

Actuellement le nombre de sites sur lesquels une activité industrielle a potentiellement engendré une pollution des sols est estimé pour la France à plusieurs dizaines de milliers. De nombreux acteurs publics ou privés sont ainsi confrontés au problème de la gestion d'anciens sites industriels. Accidentelles ou diffuses, les contaminations 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, soumis à de nombreuses contraintes politiques et budgétaires.

Le projet LOQUAS se focalise sur l'évaluation des pollutions organiques de sol afin d'aider les bureaux d'études dans la gestion des déblais excavés et des sols accessibles par terrassement. La méthodologie proposée est applicable pour toutes les pollutions organiques, résiduelles ou non, situées en zone insaturée. L'approche 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 professionnels. 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).

Une évaluation technico-économique d'un des sites a été faite afin d'évaluer le coût des différentes phases de la méthodologie proposée.

#### Objectifs 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. 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 l'approche géostatistique,
- une stratégie d'analyse quantitative et qualifiante réalisée sur site à l'aide du Pollut Eval® venant en complément d'approches chimiques conventionnelles (analyse chromatographique).

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, évaluation des risques sanitaires, cession de terrains) tout en minimisant les risques de non détection de zones polluées ou de mauvaise évaluation budgétaire des opérations de réhabilitation.

#### Les différents éléments de la méthodologie "LOQUAS"

Les trois 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 trois années du projet, cinq 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 examinées attentivement. 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.

#### 1. Méthodes physico-chimiques.

#### Mesure de gaz des sols

L'analyse de gaz est employée 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 pour déterminer les pollutions résiduelles des sols et aquifères, ou pour suivre l'oxydation du polluant et sa dégradation dans le sol en mesurant le CO2 émis. Sur le terrain, l'analyse des vapeurs d'hydrocarbures, du CO2 et du CH4 a été faite in-situ et en continu à l'aide d'un capteur infrarouge portable équipé des fenêtres d'analyse spécifiques de ces gaz.

#### Méthode Pollut-Eval®

Le principe de la méthode Pollut-Eval® consiste à chauffer un échantillon brut de 100 mg de sol contaminé afin de thermo-vaporiser puis de pyrolyser les différentes coupes pétrolières. 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 dure 16 mn; il débute à 50°C afin de permettre la détection de coupes pétrolières légères (essence, gazole) et se termine à 650°C pour le craquage de fractions lourdes de types bitumes ou asphaltes.

L'intégralité du signal FID correspond aux hydrocarbures totaux; ce bilan a été comparé aux résultats de la méthode CPG. Ce signal global peut être divisé en différentes zones Q0, Q1 et Q2 correspondant respectivement aux hydrocarbures inférieurs à C10, compris entre C10 et C40, et supérieurs à C40. La distillation d'une coupe pétrolière dans une des trois zones devient un élément important du diagnostic et de la reconnaissance des polluants.

Référence du formulaire : ANR-FORM-090601-01-01 6/18

#### Méthode CPG

La chromatographie en phase gazeuse sépare les différents constituants d'un mélange afin de les identifier et/ou de les quantifier. En fonction des analyses de sols ou de lixiviats, le dosage des hydrocarbures a été effectué sur 3 appareils équipés d'injecteur (Head Space, Split, on-colonne) et de détecteur adaptés (FID, Quadripôle). 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. 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 ou le cyclohexane. 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 ces résultats seront ensuite comparés à ceux du Pollut-Eval®.

Par ailleurs, les techniques chromatographiques ne permettent pas de quantifier les fractions lourdes de poids moléculaire supérieur à C40, de type résines et les asphaltènes.

#### 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 sont toujours possibles. La première est le potentiel spontané (PS) méthode géophysique passive, qui mesure le potentiel électrique naturel du sol suivant un maillage régulier. Dans le cas de diagnostics de pollution sur site, les plus intéressants sont les potentiels électrocinétiques et potentiels électrochimiques qui sont principalement liés à des réactions d'oxydoréduction. Elles conduisent à des contrastes 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 deux phénomènes indissociables, l'un d'origine hydrogéologique (écoulement des eaux), l'autre d'origine électrochimique (dégradation des polluants). 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 par « panneau électrique » ou tomographie électrique, qui consiste à mesurer résistivités et chargeabilités. L'ensemble des mesures permet de reconstruire la coupe géoélectrique verticale du sol. 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. Outils géostatistiques

Développée pour l'étude des phénomènes dits « régionalisés », la géostatistique repose sur le concept fondamental suivant : 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.

Pour les sites 0 et 2, un schéma d'échantillonnage emboîté a tout d'abord été construit, permettant d'étudier la variabilité spatiale (variographie) à différentes échelles (cm à dam) tout en assurant des recalages possibles entre les différents maillages. La variabilité verticale a ensuite été investiguée, et comparée à la variabilité horizontale grâce à un maillage adéquat. Un nombre suffisant d'échantillons communs a été réservé pour la comparaison entre Pollut-Eval® et CPG, ainsi que pour l'étude de l'influence de l'homogénéisation. Les redondances de mesures ont été exploitées pour quantifier la variance d'erreur de mesure expérimentale.

Référence du formulaire : ANR-FORM-090601-01-01 7/18

Avec les outils interactifs de la statistique inférentielle (statistiques globales, histogrammes et nuages de corrélation liés entre eux et à la carte d'implantation, analyse factorielle multivariable), des questions très pratiques ont été examinées dans l'analyse exploratoire: corrélation entre mesures issues d'un même échantillon primaire, évolution des teneurs avec la profondeur, quantification de l'effet proportionnel (localement, la variabilité croît avec la teneur moyenne). Exploitant la reconnaissance à maille centimétrique, la technique du « rééchantillonnage statistique » a été utilisée pour définir le nombre de « points Pollut-Eval ®» pour constituer une donnée.

Exploitant les redondances de mesures, l'analyse variographique a permis d'abord de quantifier la variance d'erreur de mesure pour les différents sites. Les variogrammes expérimentaux calculés aux différentes échelles permettent d'explorer les anisotropies ainsi que la stationnarité. Leur modélisation conjointe nécessite un recalage, rendu possible grâce au schéma d'échantillonnage.

Enfin, le krigeage fournit des cartes de teneurs estimées, assorties de la précision.

#### 4. Résultats et discussion

Les résultats du projet résident dans des améliorations de matériel ou logiciel, dans les acquis de l'analyse multivariable et multiéchelle des différentes reconnaissances, et dans la mise en place de méthodologies :

- Conception d'un nouveau module de présentation graphique des données du Pollut Eval®,
- Amélioration des performances de l'appareil (autonomie, portabilité, applications) grâce à un passeur réfrigéré régulé par effet Peltier,
- Mise en évidence de la forte variabilité spatiale des teneurs, avec ses conséquences sur les incertitudes,
- Proposition d'une méthodologie de diagnostic des sols basée sur différents outils incluant la gestion des incertitudes.

L'intérêt de la méthodologie testée durant 4 campagnes 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 concernant l'échantillonnage et la maîtrise des incertitudes, a conduit le projet 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 de mesures organoleptiques a aussi été examinée 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 pour 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 abordé l'évaluation de l'intérêt technico-économique des solutions proposées.

La succession des opérations (parfois redondantes) 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 (en phase I et phase II)
- vi. Exploitation statistique et géostatistique des résultats et modélisation (en phase I et phase II)

Une fois les objectifs de l'investigation fixés (étape i), l'étude historique du site (étape ii) permet de collecter différentes informations et d'en faire la synthèse (identification des cibles potentielles et des activités industrielles passées). Ces opérations préalables conduisent à la préparation du chantier (étape iii) ainsi qu'au 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. L'exploitation des données qui suit les deux phases d'investigation (étape v) constitue l'étape vi ("analyse exploratoire" et "analyse géostatistique des données"), suivant un déroulement systématique.

L'analyse exploratoire des résultats de chaque technique d'investigation utilise les "outils classiques" de la statistique inférentielle qui doit être précédée d'une étude métrologique des appareils de mesure. L'analyse variographique permet ensuite d'étudier la distribution spatiale des polluants. Après modélisation et krigeage, des cartes de concentration en polluants sont associées aux calculs des incertitudes.

Dans l'approche du projet LOQUAS, la géophysique se veut une méthode exploratoire utilisée à 2 niveaux. Immédiatement après l'étude historique, elle vise à établir un zonage du secteur d'étude en différenciant les zones anomaliques du contexte général. A cette étape, elle permet donc d'optimiser le positionnement des sondages. Mise en oeuvre avant la reconnaissance systématique, elle permet ensuite 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. 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 anomalique 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. Les résultats sont 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. 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. Les investigations peuvent descendre jusqu'à 80 m de profondeur en fonction de la sensibilité des méthodes et peuvent être mis en oeuvre sur sols ou dans des piézomètres.

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 portable a été fiabilisé et sécurisé. Son utilisation, réservée à l'examen des zones insaturées, est désormais ouverte aux polluants les plus lourds comme aux 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 utilisés.

Les réponses du Pollut-Eval® peuvent conduire à des "faux positifs" (mesures supérieures au seuil, alors que la CPG donne une valeur inférieure) mais c'est aussi le cas de la méthode CPG de référence (pour deux mesures sur un même prélèvement, l'une est supérieure au seuil et l'autre inférieure). Les résultats d'analyses chromatographiques redondantes réalisées sur échantillons homogénéisés se sont révélés mal corrélés. 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 de l'incertitude sont la variabilité spatiale résiduelle à petite échelle et l'incidence des protocoles de prétraitement des 2 méthodes. 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. La normalisation offre une garantie de reconnaissance par tous les acteurs mais n'assure pas une quantification sans incertitude.

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), pour lequel le bruit "analytique" perturbe la qualité du diagnostic (faible sélectivité) pour des concentrations proches du seuil critique de décision (500 mg/kg). Utilisé pour le tri de terre, il est néanmoins possible de délimiter 3 zones autour et de part et d'autre de 500 mg/kg 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.

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 ont conduit le projet à conclure

Référence du formulaire : ANR-FORM-090601-01-01 9/18

que cet outil de diagnostic était peu pertinent s'il est utilisé seul et que son usage 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'échantillons tout en réduisant aussi le niveau d'incertitude, ne sont pas concluantes. Un plus grand volume de prélèvement élémentaire homogénéisé n'améliore pas la représentativité du prélèvement. Un maillage régulier, resserré autour des zones anomaliques 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 montré 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. 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 des variogrammes.
- 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. L'estimation géostatistique fournit une mesure de l'incertitude liée à cette estimation, ce qui permet d'examiner la possibilité ou non d'une délimitation précise des zones à dépolluer.

Sur les sites, différentes analyses exploratoires et études géostatistiques ont été menées afin d'évaluer la représentativité de différents schémas ou motifs d'échantillonnage, étudier la variabilité spatiale des polluants à différentes échelles, et 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 aussi permis d'évaluer le "coût" des informations fournies par les différentes 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'étude historique. 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., Faucheux C., 2009 : Traitements et incertitudes du diagnostic de pollution par méthodes géophysiques, Rencontres Ademe 2009

#### Mémoire scientifique confidentiel : oui/ non

#### **C.1** RESUME DU MEMOIRE

Reconnaissance multi outils (géophysique, CPG et Pollut-Eval®) et caractérisation géostatistique de pollutions de sols par des hydrocarbures

Le projet LOQUAS se situe dans le contexte de l'évaluation des risques des sites pour lesquels une activité industrielle a potentiellement engendré une pollution des sols. L'évaluation des teneurs et de l'étendue de la pollution d'un sol constitue une étape critique, fortement contrainte (budget, délais, paternité) et entachée de nombreuses incertitudes. Ce projet vise à améliorer les techniques de localisation et de quantification des pollutions de sol par hydrocarbures afin d'optimiser leurs coûts d'investigation et d'en maîtriser les incertitudes. Le couplage de méthodes rapides d'échantillonnage sur site et de méthodes d'estimation géostatistiques a été évalué afin d'apporter des solutions aux bureaux d'études en charge des diagnostics et réhabilitations. Une méthodologie globale est proposée pour les projets ayant de forts enjeux financiers. Elle est constituée par une succession d'étapes dont les enjeux dépendent de l'objectif visé (achat de site, risques sanitaires).

Sur la base d'un maillage systématique, des méthodes physicochimiques (géophysique, Pollut-Eval®) viennent compléter les approches conventionnelles aujourd'hui utilisées par la profession (étude historique, Chromatographie). La couverture géophysique permet de localiser les principales zones polluées, mais les résultats varient suivant les modalités de sa mise en œuvre. Après définition de schémas d'échantillonnage exceptionnels à échelles emboîtées, les prélèvements ont été conditionnés avec ou sans homogénéisation préalable, puis mesurés conventionnellement ou par Pollut-Eval®. Valorisant les redondances, l'analyse exploratoire a permis une comparaison raisonnée des différentes mesures (répétition de mesures, comparaison entre appareils, influence de l'homogénéisation, détermination du nombre de mesures pour constituer une « donnée »). Pour valider les incertitudes de mesures, des expériences complémentaires d'extraction des hydrocarbures par différents solvants ont été effectuées en laboratoire.

Caractérisée et quantifiée par l'analyse variographique, la variabilité spatiale des teneurs apparaît très importante dès l'échelle inframétrique. A l'échelle métrique à décamétrique, la corrélation spatiale est alors ténue rendant imprécise la cartographie des teneurs. La carte d'incertitude associée confirme l'impossibilité d'un tri des sols à cette échelle.

Les avancées concernent des outils de mesure et des méthodologies venant en appui aux approches conventionnelles de reconnaissance des sites. La métrologie des appareils a été qualifiée, certains équipements ont été améliorés (Pollut-Eval®), d'autres ont été créés (logiciel visualisation). La meilleure exploitation des données conduit à une optimisation des coûts et à un diagnostic mieux maîtrisé. Une méthodologie globale précisant le rôle de ces différents outils constitue un guide de recommandations pour les bureaux d'études qui bénéficieront d'un réel transfert d'expertise et de technologie.

Les résultats scientifiques ont été présentés (communication ou poster) à des colloques traitant de l'environnement ("Cross linked methodologies to assess the contamination extension of hydrocarbon polluted soil"à CONSOIL 2008 et séminaire PRECODD 2008 — "Combinaison des reconnaissances géophysiques et physico-chimiques pour l'estimation géostatistique de pollutions de sols par hydrocarbures" aux 2nd Rencontres Nationales sur les sites et sols pollués 2009 complété d'un poster du BRGM sur les outils géophysiques). D'autres étaient destinées aux géostatisticiens ("Characterisation of a hydrocarbon polluted soil by an intensive multi-scale sampling" à GST 2008 et "Spatial variability of hydrocarbon polluted soils: main contributions of the LOQUAS project" à TIES 2009)

#### C.2 ENJEUX ET PROBLEMATIQUE, ETAT DE L'ART

Ce projet vise à améliorer les techniques de localisation et de quantification des pollutions organiques dans un sol afin d'optimiser les coûts d'investigations. Les contaminations visées peuvent avoir des origines accidentelles (transports terrestres par oléoducs ou par citernes mobiles) ou être des héritages de l'histoire industrielle de notre société (en

particulier les anciens sites industriels, les centres de stockages, mais aussi les sites de production...). Ce système de diagnostic trouve ses applications dans la gestion des terres et des déblais contaminés accessibles par terrassement, ainsi que dans les domaines des sédiments contaminés et tris des sables côtiers en cas de marées noires.

L'état de l'art a été réalisé au début du projet par les différents partenaires afin de cerner avec précision les objectifs à poursuivre. Les plus importants concernent l'évolution des outils (Pollut-Eval), la création du logiciel de visualisation comme outil d'aide à la décision, la qualification des mesures géophysiques, la comparaison des analyses entre elles et le besoin d'une méthodologie globale orientée vers une meilleure maîtrise des incertitudes lors des phases de reconnaissance et de tri de terres.

En résumé, ce projet a permis de développer et de valider une méthodologie de diagnostic des sols pollués qui conduit à une meilleure gestion des ressources et qui comprend trois volets :

- une méthodologie de diagnostic par méthodes géophysiques,
- une stratégie d'échantillonnage basée sur une approche géostatistique,
- et une stratégie d'analyse quantitative et qualifiante réalisée sur site à l'aide du Pollut Eval®.

L'objectif du projet est de permettre d'une part d'évaluer au mieux les volumes de sol à traiter et d'autre part d'optimiser la sélection de ces sols lors du traitement du site, en évitant de traiter du sol non contaminé, et de laisser en place des sols pollués.

Les délivrables finaux du projet sont :

- un nouveau module de présentation des données du Pollut Eval Terrain,
- une meilleure autonomie et "portabilité" de l'appareil grâce à un passeur réfrigéré régulé par effet Peltier,
- un système de diagnostic des sols incluant la gestion des incertitudes avec traitement géostatistique des données pour la prise en compte de l'incertitude.
- une méthodologie de diagnostic par méthodes géophysiques avec traitement géostatistique des données pour la prise en compte de l'incertitude.

Les retombées économiques concernent en première ligne les partenaires de ce programme de R&D: d'une part deux PME françaises impliquées dans le domaine de l'environnement et d'autre part trois centres de recherche dans le domaine des géosciences et de l'environnement. Ce projet doit aussi avoir des retombées significatives pour les propriétaires de sites pollués et les bureaux d'études, par un processus de diagnostic de pollution de sol mieux maîtrisé. Les retombées de ce projet pour VINCI Technologies seront de nature commerciale grâce à l'amélioration de son offre technique et le gain de notoriété du produit induit par la diffusion des connaissances acquises. Vinci Technologies estime pouvoir vendre 7 appareils par an dans un premier temps, pour arriver ensuite à 15 appareils par an. La réussite commerciale de l'appareil d'analyse aura sans conteste une incidence sur l'emploi chez Vinci Technologies proportionnelle au nombre de ventes. L'emploi primaire induit sera évidemment au niveau de la fabrication des appareils (100 heures/appareil), mais se déclinera également aux niveaux commercial, service après vente, formation (estimation: 100 heures/appareil)... qui seront appelés à se développer pour accompagner le développement commercial de l'appareil.

Concernant **Arcadis ESG**, le projet a contribué à transférer des connaissances liées à la représentativité des échantillons et à l'exploitation (géo)statistique des résultats en plus de l'augmentation de la notoriété d'un outil dont il dispose. Certaines compétences ainsi acquises sont immédiatement opérationnelles dans ce bureau d'études qui pourra les mettre en application avec son propre appareillage sur les études qu'il est amené à conduire pour ses clients.

L'IFP est engagé depuis de nombreuses années dans d'importants programmes de R&D dans le domaine de la gestion des sites pollués. Le Pollut Eval® dédié à l'analyse des polluants hydrocarbures dans les sols constitue l'un des outils développés au cours des dernières années pour la caractérisation de sols contaminés par des produits pétroliers et dérivés. Pour l'IFP, la réussite industrielle du concept Pollut Eval Terrain, dont l'idée a germé sur la base d'un appareil initialement développé pour la prospection pétrolière, sera une retombée très positive. Les enseignements de ce programme de recherche ont également des retombées évidentes pour d'autres applications environnementales, en particulier pour l'analyse de l'air et de l'eau, l'évaluation de la qualité d'un traitement mis en œuvre.

Le développement des applications pratiques de la géostatistique est une des raisons d'être du Centre de Géostatistique de l'Ecole des mines de Paris-ARMINES. Les avancées méthodologiques du projet LOQUAS ont enrichi son expertise environnementale : meilleure connaissance de la variabilité des polluants à petite distance, prise en compte et

quantification de certains types d'erreurs expérimentales, étude de la répétabilité des mesures sur sites et élaboration de stratégie d'échantillonnage, avec possibilité de validation sur le terrain. Les acquis concernent également le développement de modèles décrivant les relations concentrations mesures (Pollut Eval-mesures géophysiques chimie).

Le BRGM est engagé depuis de nombreuses années dans d'importants programmes de R&D dans le domaine de l'environnement : gestion de site, évaluation des risques, modélisation des transferts, traitement des sols et des eaux pollués. Le projet a contribué à qualifier l'utilisation de méthodes géophysiques utilisées par le BRGM pour le diagnostic de sites pollués; l'objectif est d'établir un code de bonne pratique des méthodes géophysiques pour ce domaine d'activité. Dans le cadre de programmes de recherche antérieurs, des diagnostics de sites pollués par goudrons de houilles et par organo-chlorés à l'aide de techniques géophysiques ont été conduits avec succès par le BRGM. Le BRGM souhaite développer cette activité en l'intégrant comme outil à part entière en amont des études de site afin d'optimiser l'échantillonnage, familiariser la profession avec les dernières découvertes dans le domaine et ainsi renforcer l'activité géophysique "environnementale" au BRGM et en France.

Les efforts de communication mis en oeuvre ont pour objectif de mettre les partenaires R&D du projet, mais aussi la communauté scientifique française qui en bénéficiera (GeoSiPol...), au premier rang au niveau européen d'une approche qui n'est pas encore répandue dans le cadre des sites pollués. Ainsi, l'expérience acquise pourrait être certainement valorisée dans le cadre des futurs AAP du 7ème PCRD.

Les résultats du projet pourraient également permettre d'améliorer la Norme AFNOR X31-611-2 "méthodes de détection et de caractérisation des pollutions". Pour cela, les données concernant la variabilité spatiale à différentes échelles, la reproductibilité et la répétabilité des mesures, ainsi que la représentativité de l'échantillonnage constituent une excellente référence.

#### C.3 APPROCHE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE

L'approche scientifique a tout d'abord consisté à améliorer l'analyseur Pollut-Eval® en lui donnant plus d'autonomie, plus de fiabilité et en lui permettant d'analyser des coupes pétrolières légères de type essences. Cette première étape a été validée par des approches métrologiques faites en laboratoire.

La seconde phase a été conduite sur site et a consisté à travailler sur la représentativité de l'échantillonnage et de la mesure. L'approche expérimentale a été basée sur des échantillonnages à différentes échelles à mailles imbriquées. Ce travail a comporté une phase de traitement géostatistique.

Les approches scientifiques concernant la caractérisation et la quantification de la pollution sur site ont reposé sur plusieurs campagnes de terrain. Une construction itérative a permis d'optimiser les outils et leur traitement jusqu'au dernier site étudié et de proposer une méthodologie globale destinée aux professionnels. Une dernière étape de communication des connaissances a été entreprise afin de transférer les acquis du projet vers la profession en charge de la gestion des sites (colloque, congrès). Les résultats de ces 4 étapes sont présentés au travers de 24 délivrables qui résument à la fois la démarche scientifique adoptée et les résultats obtenus.

#### **C.4 RESULTATS OBTENUS**

Ils concernent des outils de mesure et des méthodologies venant en appui aux approches conventionnelles de reconnaissance des sites. La métrologie des appareils a été qualifiée, certains équipements ont été améliorés (Pollut-Eval®), d'autres créés (logiciel de visualisation). L'échantillonnage a permis de caractériser la variabilité des teneurs de l'échelle cm à l'échelle dam. La meilleure exploitation des données conduit à une optimisation des coûts et à un diagnostic mieux maîtrisé. Une méthodologie globale intégrant la place et le rôle de ces différents outils constitue un guide de recommandations pour les bureaux d'études, réalisant un réel transfert d'expertise et de technologie.

#### **C.5** EXPLOITATION DES RESULTATS

L'exploitation des résultats passe par une diffusion des méthodes de mesures et de traitements des données vers les bureaux d'études. ARCADIS ESG est un industriel fortement impliqué dans la gestion des sites pollués et membre de l'UPDS, ce qui lui donnera l'occasion de communiquer et de diffuser à la profession les différents outils du projet

LOQUAS. Ce transfert vers des entités opérationnelles est primordial. VINCI Technologies aura pour mission de faire connaître l'offre commerciale du Pollut-Eval qui a fortement été améliorée durant le projet. Son marché potentiel est celui des pétroliers (Brésil, Venezuela, Irak, Mexique) et des bureaux d'études en charge de la gestion des sols. Enfin, l'IFP, le BRGM et l'Ecole des mines de Paris-ARMINES continueront à communiquer les avancées scientifiques et techniques du projet.

#### C.6 DISCUSSION

Les méthodes proposées dans le projet LOQUAS ne se situent pas en rupture par rapport aux approches conventionnelles mais elles viennent en complément des outils utilisés aujourd'hui par la profession. Leur intérêt repose sur l'utilisation de principes de mesure complémentaires dont les réponses sont désormais qualifiées et comparées entre elles. Leur déploiement progressif et leur succession logique constituent un ensemble de recommandations. Ce cadre permet d'ajuster les coûts de reconnaissance aux objectifs des diagnostics tout en maîtrisant les incertitudes. A ce titre, les objectifs du projet sont atteints. La réalisation des objectifs initiaux est respectée mais centrée uniquement sur des polluants pétroliers. Contrairement à la proposition initiale, il a décidé par le consortium de focaliser les efforts de R&D sur un seul type de polluant afin de confirmer les résultats obtenus et de préciser différents points de la méthodologie. Les impacts scientifiques concernent à la fois les bureaux d'études qui pourront s'approprier les méthodes proposées mais aussi les partenaires du projet dont l'expertise dans ces domaines a été renforcée. Les perspectives concernent la profession en charge de la gestion des sols.

#### **C.7 CONCLUSIONS**

La richesse du projet LOQUAS réside dans la complémentarité des compétences et des approches scientifiques des partenaires. Des avancées méthodologiques, des améliorations d'outils et de logiciels viennent enrichir une méthodologie destinée à la profession. Des résultats très surprenants ont été obtenus concernant la représentativité de différents schémas d'échantillonnage, la variabilité spatiale des polluants à différentes échelles ou encore la complémentarité de différentes techniques de localisation ou de quantification. Ces outils ont aussi permis d'évaluer l'intérêt et les limites des opérations d'homogénéisation sur site et d'éviter ainsi 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 d'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'étude historique. 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.

#### C.8 REFERENCES

#### **D** LISTE DES LIVRABLES

Date de livraison	N°	Titre	Nature	Partenaires	Commentaires
05/08	1	Module de gestion des données du Pollut Eval Terrain	logiciel	Vinci Technologies	
10/07	2	Passeur réfrigéré par effet Peltier	Prototype	Vinci Technologies	
05/08	3	Validation métrologique des passeurs réfrigérés	rapport	Vinci –IFP	
	4	Inter comparaison des trois appareils	rapport	Vinci -IFP -ARCADIS	Résultats présentés dans les rapports D5, D7, D11, D15, D19
05/08	5	Synthèse et interprétation	rapport	EMP-ARMINES	

Date de livraison	N°	Titre	Nature	Partenaires	Commentaires
		statistique des résultats sur la représentativité de l'échantillon			
07/07	6	Site 1 phase 1 historique et stratégie d'échantillonnage	rapport	ARCADIS	
06/08	7	Site 1 phase 1 résultats des analyses site et labo	rapport	<u>IFP</u>	
10/08	8	Site 1 phase 1 résultats de la caractérisation géophysique	rapport	BRGM	
09/08	9	Site 1 phase 1 interprétation géostatistique	rapport	EMP-ARMINES	Groupé avec le D12
09/08	10	Site 1 phase 2 stratégie d'échantillonnage complémentaire	rapport	EMP-ARMINES	
06/08	11	Site 1 phase 2 résultats des analyses site et labo	rapport	<u>IFP</u>	
09/08	12	Site 1 phase 2 interprétation géostatistique	rapport	EMP-ARMINES	Groupé avec le D9
07/08	13	Amélioration de l'appareil et du logiciel suite au retour d'expérience	matériel et logiciel	Vinci Technologies	
06/09	14	Site 2 phase 1 historique et stratégie d'échantillonnage	rapport	ARCADIS - EMP-ARMINES	Groupé avec le D18
06/09	15	Site 2 phase 1 résultats des analyses site et labo	rapport	<u>IFP</u>	Groupé avec le D19
06/09	16	Site 2 phase 1 résultats de la caractérisation géophysique	rapport	BRGM	
08/09	17	Site 2 phase 1 interprétation géostatistique	rapport	EMP-ARMINES	
06/09	18	Site 2 phase 2 stratégie d'échantillonnage complémentaire	rapport	ARCADIS- EMP-ARMINES	Groupé avec le D14
06/09	19	Site 2 phase 2 résultats des analyses site et labo	rapport	<u>IFP</u>	Groupé avec le D15
08/09	20	Site 2 phase 2 interprétation géostatistique	rapport	EMP-ARMINES	
08/09	21	Synthèse site 1 et 2	rapport	TOUS	
08/09	22	Évaluation téchnico économique	rapport	TOUS	
08/09	23	Rédaction rapport final guide méthodologique	rapport	TOUS	
2007 à 2009	24	Diffusion des connaissances	Présentation et posters	TOUS	

### E IMPACT DU PROJET

#### **E.1** INDICATEURS D'IMPACT

		Publications multipartenaires	Publications mono partenaires
	Revues à comité de lecture		
International	Ouvrages ou chapitres d'ouvrage		
	Communications (conférence)	2	1
	Revues à comité de lecture		
France	Ouvrages ou chapitres d'ouvrage		
	Communications (conférence)	2	
	Articles vulgarisation		
Actions de diffusion	Conférences vulgarisation		
	Autres	1	

#### Autres valorisations scientifiques

	Nombre, années et commentaires (valorisations avérées ou probables)
Brevets internationaux obtenus	
Brevets internationaux en cours d'obtention	
Brevets nationaux obtenus	
Brevets nationaux en cours d'obtention	
Licences d'exploitation (obtention / cession)	
Créations d'entreprises ou essaimage	
Nouveaux projets collaboratifs	
Colloques scientifiques	Participation à CONSOIL 2008, PRECODD 2008, GST 2008, TIES 2009, 2 <sup>nd</sup> Rencontres Nationales SSP 2009
Autres (préciser)	

#### **E.2** LISTE DES PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS

- Congrès Consoil 2008 (Milan-Italie)
  - O Cross linked methodologies to assess the contamination extension of hydrocarbon polluted soil (Yves Benoit, C. de Fouquet, E. Polus-Lefebvre et C. Faucheux, J.C. Gourry, B. Fricaudet et C. Carpentier, N.Haudidier) VIII congrès international Geostats (2008 Santiago Chili)
- VIII Congrès: International Geostats (2008 Santiago-Chili)
  - Ocharacterisation of a hydrocarbon polluted soil by an intensive multi-scale sampling (Yves Benoit, C. de Fouquet, E. Polus-Lefebvre et C. Faucheux, B. Fricaudet et C. Carpentier, J.C. Gourry, N.Haudidier)
- Séminaire PRECODD 2008 (Montpellier France)
  - Poster: Cross linked methologies to assess the contamination extension of hydrocarbon polluted soil (J.C. Gourry, Yves Benoit, C. de Fouquet, E. Polus-Lefebvre et C. Faucheux, B. Fricaudet et C. Carpentier, N.Haudidier)
- Congrès Ties 2009 international Environmetrics society (Bologne 2009)

- Spatial variability of hydrocarbon polluted soils: main contributions of the loquas project ( C. de Fouquet, E. Polus-Lefebvre et C. Faucheux, B. Fricaudet et C. Carpentier, N.Haudidier, J.C. Gourry, Yves Benoit,)
- Colloque "2nd rencontres nationales sur les sites et sols pollués" (Paris Octobre 2009)
  - o LOQUAS: Combinaison des reconnaissances géophysiques et physico-chimiques pour l'estimation géostatistique de pollutions de sols par hydrocarbures (Yves Benoit, C. de Fouquet, E. Polus-Lefebvre et C. Faucheux, B. Fricaudet et C. Carpentier, J.C. Gourry, N. Haudidier)
- Colloque "2nd rencontres nationales sur les sites et sols pollués" (Paris Octobre 2009)
  - <u>Poster</u>: Application des méthodes géophysiques à la reconnaissance des pollutions organiques de sols. (J.C. Gourry, Yves Benoit, C. de Fouquet, E. Polus-Lefebvre et C. Faucheux, B. Fricaudet et C. Carpentier, N.Haudidier)

#### **E.3** LISTE DES ELEMENTS DE VALORISATION

- Valorisation des améliorations techniques du nouveau Pollut-Eval® et de son logiciel de visualisation. (promotion conjointe dans des salons de type Pollutec en présence de l'IFP).
- Diffusion de la méthodologie à la profession (membres de l'UPDS, etc...) dans des colloques et congrès

### **E.4** BILAN ET SUIVI DES PERSONNELS RECRUTES EN CDD (HORS STAGIAIRES)

Identification			Avant le recrutement sur le projet			Recrutement sur le projet			Après le projet						
	Se xe		Date des dernières	Dernier diplôme			Partenaire ayant embauché la	Poste dans le projet (2)		Date de fin de mission		l	Type d'emploi (6)		Valorisation expérience
	H/ F	` '	nouvelles	obtenu au moment du recrutement	(France, UE, hors UE)	Antérieure, y compris post-docs (ans)			(mois) (3)	sur le projet	•		` '	ANR (7)	
Claire Faucheux		claire.faucheux @ensmp.fr	Août 2009	Diplôme d'ingénieur	France		Ecole des mines de Paris	ingénieur	2ans	Août 2009		Ecole des mines de Paris	Chargé de recherche		oui
Edwige Polus- Lefebvre	F	edwige.lefebvre @ensmp.fr	Août 2009	Diplôme d'ingénieur	UE		Ecole des mines de Paris	ingénieur	4 mois	Septembre 2007		Ecole des mines de Paris	Chargé de recherche		oui

Référence du formulaire : ANR-FORM-090601-01-01