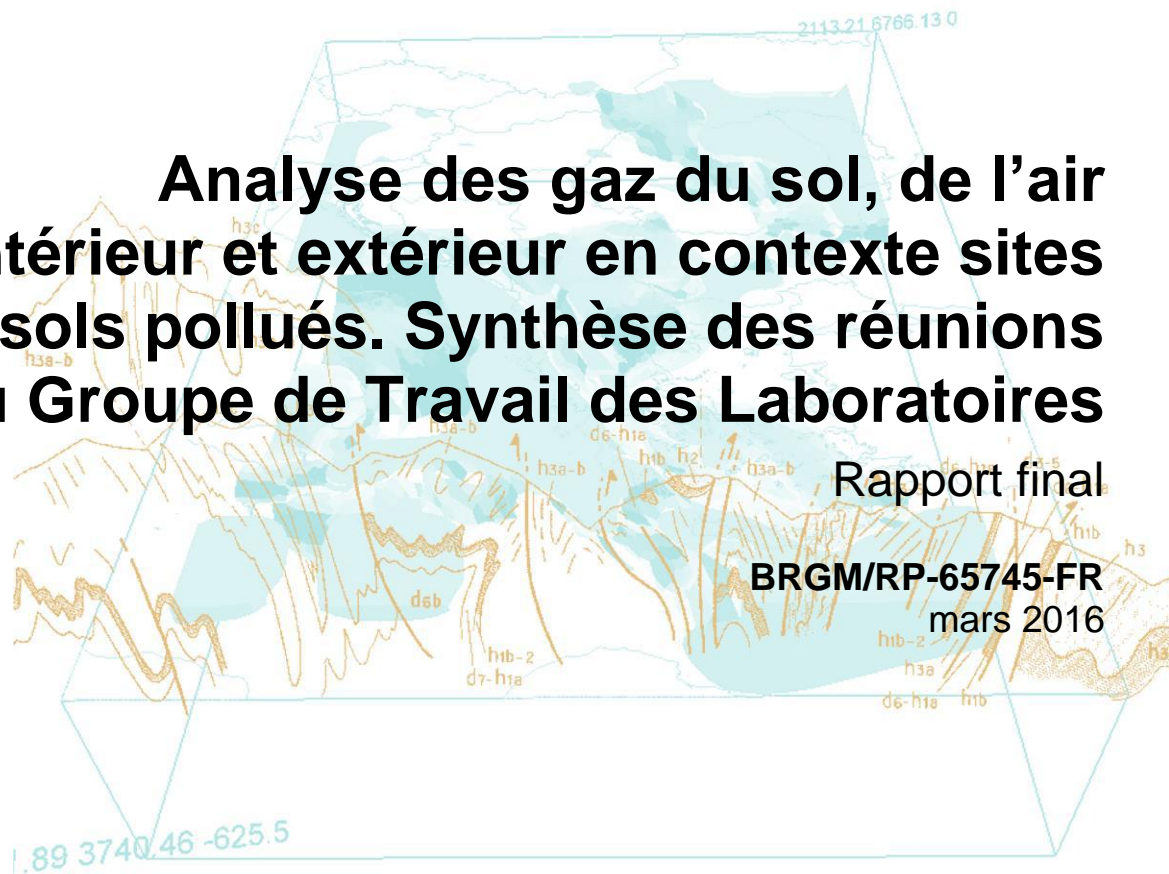




Analyse des gaz du sol, de l'air intérieur et extérieur en contexte sites et sols pollués. Synthèse des réunions du Groupe de Travail des Laboratoires

Rapport final

BRGM/RP-65745-FR
mars 2016



Géosciences pour une Terre durable

brgm

Analyse des gaz du sol, de l'air intérieur et extérieur en contexte sites et sols pollués. Synthèse des réunions du Groupe de Travail des Laboratoires

Rapport final

BRGM/RP-65745-FR
mars 2016

Étude réalisée dans le cadre des opérations d'appui aux politiques publiques du BRGM 2014-2016

Aubert N.
avec la collaboration de
Amalric L.

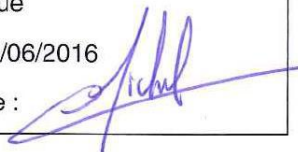
Vérificateur :

Nom : MICHEL Pascale

Fonction : Correspondante scientifique

Date : 02/06/2016

Signature :



Approbateur :

Nom : GABORIAU Hervé

Fonction : Directeur

Date : 02/06/2016

Signature :



Le système de management de la qualité et de l'environnement est certifié par AFNOR selon les normes ISO 9001 et ISO 14001.



Géosciences pour une Terre durable

brgm

Mots-clés : Sites pollués, Gaz du sol, Air intérieur, Air extérieur, Analyse, Support de prélèvement, Normalisation ;

En bibliographie, ce rapport sera cité de la façon suivante :

Aubert N. avec la collaboration de **Amalric L.** (2016) - Analyse des gaz du sol, de l'air intérieur et extérieur en contexte sites et sols pollués - Synthèse des réunions du Groupe de Travail des Laboratoires du rapport. Rapport final. BRGM/RP-65745-FR, 25 p., 5 tabl.

Synthèse

Ces travaux s'inscrivent dans le cadre de la subvention entre le MEEM et le BRGM relative à des investigations en matière de protection de l'environnement dans le domaine des sites et sols pollués, action appelée « Animation d'un GT Laboratoire SSP ».

Ce document rassemble les discussions techniques et les conclusions du groupe de travail « Groupe de Travail sur les Laboratoires » relatives à l'analyse des gaz du sol, qui se sont déroulées en 2014 et 2015, sous le pilotage du BRGM. Un tableau récapitulant les supports dédiés au prélèvement des composés par polluant à rechercher et par contexte a été dressé. Il est disponible sur le site du ministère.

Ces travaux ont également contribué à nourrir le guide pratique pour la caractérisation des gaz du sol et de l'air intérieur en lien avec une pollution des sols et/ou des eaux souterraines.

Sommaire

1. Contexte	7
2. Constitution du Groupe de Travail des Laboratoires	9
2.1. COMPOSITION DU GROUPE DE TRAVAIL	9
2.2. PÉRIMÈTRE DU GROUPE DE TRAVAIL.....	9
2.3. MÉTHODE DE TRAVAIL	9
3. Résultats des travaux du groupe de travail pour les matrices GAZ DU SOL et AIR INTÉRIEUR/EXTÉRIEUR	11
3.1. RÉPARTITION DES RESPONSABILITÉS ENTRE LES PRÉLEVEURS ET LES LABORATOIRES.....	11
3.2. ÉCHANGES TECHNIQUES ENTRE PRÉLEVEURS ET LABORATOIRES	12
3.3. ÉVALUATION DE LA SATURATION DES SUPPORTS DE PRÉLÈVEMENT.....	13
3.4. MISE EN SÉRIE DE SUPPORTS DE PRÉLÈVEMENT	13
3.5. CONDITIONNEMENT ET TRANSPORT.....	14
3.6. RECOMMANDATIONS GÉNÉRIQUES CONCERNANT LES SUPPORTS DE PRÉLÈVEMENT	14
3.7. SUPPORTS À DÉSORPTION THERMIQUE	16
3.8. DÉBITS DE PRÉLÈVEMENTS	16
3.9. FILTRES.....	16
3.10. HUMIDITÉ	17
3.11. AUTRES POINTS.....	18
4. Tableau de synthèse des conclusions du groupe de travail	21
4.1. PRÉSENTATION GÉNÉRALE DU TABLEAU DE SYNTHÈSE.....	21
4.2. MÉTHODE DE DÉTERMINATION DES LIMITES DE QUANTIFICATION MAXIMUM RECOMMANDÉES.....	22
4.2.1. Volume de prélèvements théoriques.....	22
4.2.2. Choix des concentrations visées.....	23
4.2.3. Détermination des teneurs minimums à quantifier	23
4.2.4. Méthode de détermination des limites de quantification maximum recommandées	23
5. Conclusions	25

Liste des tableaux

Tableau 1 : Répartition des responsabilités entre le laboratoire et le préleveur pour l'analyse des gaz du sol et de l'air intérieur et extérieur	11
Tableau 2 : Fourniture des éléments techniques par le préleveur au laboratoire pour l'analyse des gaz du sol et l'air intérieur et extérieur.	12
Tableau 3 : Fourniture des éléments techniques par le laboratoire au préleveur pour l'analyse des gaz du sol et l'air intérieur et extérieur	12
Tableau 4 : Remarques et questions formulées par le groupe de travail sur les supports et méthodes d'analyses pour les gaz du sol.	16
Tableau 5 : Méthodes de prélèvement pour lesquelles des filtres sont préconisés	17

1. Contexte

Dans le prolongement de la mise en place des normes NF X 31 620 relatives aux prestations dans le domaine des sites et sols pollués, le BRGM a procédé, à la demande de la DGPR, au recensement des normes existantes en relation avec la gestion des sols pollués. Un total de 163 normes « sol » a été recensé, les 2/3 d'entre elles étant des normes ISO. Plusieurs centaines de méthodes issues de différents organismes en lien avec l'air des lieux de travail (OSHA, NIOSH, INRS) ont été recensées, et plusieurs dizaines des normes « air des lieux de travail, air ambiant, air intérieur » ont été identifiées.

L'analyse de ces normes par le BRGM ainsi que les résultats d'une enquête menée auprès des professionnels de la gestion des sols et des donneurs d'ordre, montrent que :

- la majeure partie des normes relatives aux sols a été produite à l'initiative des agronomes pour répondre à leur besoin et qu'elles ne sont pas complètement adaptées à la gestion des sites et des sols pollués ;
- parmi ces normes, celles qui sont les plus couramment utilisées dans la gestion des sites et sols pollués datent d'une bonne dizaine d'années ;
- il n'existe aucune norme sur les « gaz du sol », sur les méthodes d'analyses à utiliser par les laboratoires, même pour les polluants les plus fréquemment retrouvés dans les gaz du sol. Les analyses des gaz du sol dans les laboratoires sont faites en se basant sur les normes des domaines « air ambiant » et « air des lieux de travail ». S'agissant des installations relevant de la législation sur les installations classées pour la protection de l'Environnement, alors que des normes sont réglementairement fixées pour les prélèvements et les analyses réalisées sur les eaux superficielles, les émissions atmosphériques et leurs impacts dans le milieu, les sédiments et les boues en vue de leur épandage, aucune norme n'est réglementairement imposée pour les prélèvements et les analyses de sols et de gaz du sol, et le prélèvement des eaux souterraines, pollués ou susceptibles de l'être, dans le domaine des sites et sols pollués.

De ce fait, dans le domaine des sites et sols pollués, les laboratoires d'analyses ont d'une part la liberté d'employer la ou les méthodes de leur choix, qui peuvent être décrites dans des normes ou issues d'adaptations internes. D'autre part, ils n'ont pas l'obligation d'être accrédités et donc de réaliser les essais d'inter comparaison de leurs résultats et de leurs protocoles d'analyses.

Cela a pour conséquence l'application aux échantillons de sols et de gaz du sol notamment, de méthodes d'analyses différentes et variées dont la préparation physique de l'échantillon, pour lesquelles on ne dispose pas d'information quant à leur inter comparabilité.

S'agissant des installations relevant de la législation sur les installations classées pour la protection de l'Environnement, une cohérence avec les autres compartiments de l'environnement doit être établie. À terme, et dans la mesure du possible, les laboratoires agissant dans le domaine sites pollués seront assujettis aux mêmes contraintes que ceux qui interviennent dans les eaux superficielles, la qualité des milieux ou les émissions atmosphériques.

Au fur et à mesure de l'avancement des travaux sur les méthodes de prélèvement et d'analyse, des arrêtés ministériels seront élaborés ou modifiés pour imposer les normes. À terme, la norme NF X 31 620 sera modifiée pour mentionner le recours aux normes retenues.

Dans ce contexte, un groupe de travail a été constitué pour harmoniser les pratiques des laboratoires d'analyses afin d'améliorer l'inter comparabilité et la fiabilité des résultats d'analyses des sols, gaz du sol et eaux.

Ce groupe de travail réunit les acteurs impliqués dans les activités sites et sols pollués : laboratoires d'analyses, MEDEF, UPDS, ADEME, UCIE, INERIS, INRA et MEEM, et a été créé en 2013 sous le pilotage du BRGM. Le Cofrac a rejoint ce groupe de travail afin de traiter les questions relatives à l'accréditation.

Le présent document traite spécifiquement des matrices gaz du sol, air intérieur et extérieur. Les matrices sols et eaux font l'objet de synthèses spécifiques.

2. Constitution du Groupe de Travail des Laboratoires

L'objectif du groupe de travail est d'harmoniser les pratiques des laboratoires d'analyses mises en œuvre pour les sites et sols pollués, pour améliorer l'inter comparabilité et la fiabilité des mesures des sols, gaz du sol et eaux souterraines, en concertation avec tous les acteurs impliqués.

2.1. COMPOSITION DU GROUPE DE TRAVAIL

Pour assister le représentant du MEEM, le pilotage technique du groupe de travail était assuré par le BRGM (Amalric L., Aubert N., Girardeau I., Leprond H.).

Le groupe était constitué :

- des représentants des laboratoires d'analyses AGROLAB, ALCONTROL, CARSO EUROFINS, Micro Polluants Technologies, Tera-Environnement et WESSLING ;
- des représentants de l'UPDS, l'UCIE, l'UFIP et du MEDEF ;
- des représentants de l'ADEME, l'INERIS, l'INRA et du COFRAC.

2.2. PÉRIMÈTRE DU GROUPE DE TRAVAIL

Pour tenir compte des spécificités du site, des objectifs des diagnostics (screening, quantification de source...) et en cohérence avec les normes NF X 31 620, la réalisation des prélèvements et leur conditionnement relèvent de la responsabilité des demandeurs.

Le laboratoire qui réceptionne les prélèvements réalise les analyses en se conformant aux instructions du demandeur mentionnées sur la demande d'analyse. Un dialogue préalable entre le demandeur et le laboratoire aura permis de fixer les volumes nécessaires, les flaconnages appropriés et le délai de réception des échantillons.

L'amélioration et/ou l'harmonisation des méthodes de prélèvements relèvent d'un autre groupe de travail.

2.3. MÉTHODE DE TRAVAIL

La méthode de travail du « GT labo » a consisté à recenser les pratiques et performances des laboratoires d'analyses au moyen d'une enquête pour chaque polluant et chaque matrice et à rechercher et étudier les méthodes d'analyses disponibles en normalisation nationale, européenne ou internationale. Les données traitées par le BRGM ont été présentées au groupe de travail pour être discutées, complétées et validées consensuellement au cours des différentes réunions.

3. Résultats des travaux du groupe de travail pour les matrices GAZ DU SOL et AIR INTÉRIEUR/EXTÉRIEUR

Les concepts de base posés par le groupe de travail afin de répondre à la question quelle(s) norme(s) pour quel polluant avec quelle performance, et qui ont guidé les orientations des différentes réunions ont été les suivants :

- orienter les pratiques d'analyse des laboratoires vers les méthodes et les documents normatifs reconnus par le groupe de travail comme les plus pertinents en fonction des particularités des différentes matrices (gaz du sol, de l'air intérieur et extérieur) ;
- assurer une cohérence avec les travaux en cours sur l'harmonisation des méthodes de prélèvements.

3.1. RÉPARTITION DES RESPONSABILITÉS ENTRE LES PRÉLEVEURS ET LES LABORATOIRES

Les échanges ont porté sur la répartition des rôles et responsabilités entre les préleveurs (bureaux d'études ou entreprises de travaux de dépollution) et les laboratoires.

La répartition présentée dans le tableau 1 a fait l'objet d'un consensus de la part des membres du groupe de travail.

Tâche	Responsable
Discussions techniques sur les méthodes et supports	Laboratoire et Préleveur
Transport des supports avant et après prélèvement	Laboratoire
Prélèvement	Préleveur
Conditionnement	
Envoi des échantillons	
Réception des échantillons	Laboratoire
Analyse	
Envoi du rapport d'analyse	
Avis sur la représentativité et la fiabilité des résultats fournis	
Interprétation des résultats	Préleveur

Tableau 1 : Répartition des responsabilités entre le laboratoire et le préleveur pour l'analyse des gaz du sol et de l'air intérieur et extérieur.

3.2. ÉCHANGES TECHNIQUES ENTRE PRÉLEVEURS ET LABORATOIRES

Le choix de la méthode analytique à retenir, des supports de prélèvements ainsi que des paramètres de prélèvement doivent être définis grâce à des échanges entre le laboratoire et le préleveur.

Ces discussions doivent être basées sur :

- la connaissance du site et les objectifs des investigations : informations transmises par le préleveur ;
- les méthodes et performances applicables : informations transmises par le laboratoire.

La nature des informations à transmettre au laboratoire par le préleveur est précisée dans le Tableau 2. La nature des informations à transmettre au préleveur par le laboratoire est précisée dans le Tableau 3.

Informations à fournir sur la nature des prélèvements	Détails
1- Diagnostic préliminaire (concentrations inconnues)	Gamme de concentration inconnue : privilégier des méthodes permettant d'obtenir une large gamme de concentrations. Privilégier des supports adaptés à plusieurs composés
2- Diagnostic en lien avec une évaluation des risques sanitaires (EQRS) – objectif : démontrer l'absence / présence de risque	Nécessité d'obtenir des LQ suffisamment basses : privilégier des supports adaptés / spécifiques aux composés recherchés
3- Diagnostic de zones fortement contaminées	Nécessité d'avoir un support capable de fixer des quantités importantes de polluant sans saturer

Tableau 2 : Fourniture des éléments techniques par le préleveur au laboratoire pour l'analyse des gaz du sol et l'air intérieur et extérieur.

Informations à fournir	Détails
Débits minimums et maximums recommandés dans les normes et dans le tableau de synthèse associé aux conclusions du groupe de travail	Origine de ces recommandations et milieu(x) concerné(s) par ces recommandations (air intérieur, air des lieux de travail, gaz du sol...)
Volume de prélèvement maximum conseillé	
Présence d'une couche de contrôle pour contrôler la saturation	En cas d'absence de couche de contrôle, proposer un second support en série
Sensibilité à l'humidité	Niveau d'humidité du milieu concerné (air intérieur, air des lieux de travail, gaz du sol...) au-delà duquel le prélèvement est déconseillé
Limites de quantification	Sur couche de mesure et couche de contrôle
Incertitudes de mesure analytique	
Type et nature des supports de prélèvement	Avec avantages et inconvénients (ex : silicagel : hydrophile...)
Mode de conservation des supports, délais de conservation et d'envoi des supports de prélèvement	Origine de cette recommandation

Tableau 3 : Fourniture des éléments techniques par le laboratoire au préleveur pour l'analyse des gaz du sol et l'air intérieur et extérieur.

3.3. ÉVALUATION DE LA SATURATION DES SUPPORTS DE PRÉLÈVEMENT

Les recommandations suivantes ont fait l'objet d'un consensus de la part des membres du groupe de travail :

- analyser systématiquement la couche de contrôle pour les supports en possédant une ;
- pour les supports sans couche de contrôle, prévoir un deuxième support de contrôle à mettre en série en aval du support de mesure (voir partie suivante) et analyser celui-ci.

3.4. MISE EN SÉRIE DE SUPPORTS DE PRÉLÈVEMENT

Dans le cas où les supports ne contiennent pas de couche de contrôle, le groupe de travail a validé la recommandation de mettre deux supports en série afin de constituer un support de mesure et un support de contrôle.

D'après les informations disponibles dans les normes NF EN ISO 13137¹, cette recommandation est réalisable pour les supports de prélèvements suivants, sans engendrer de pertes de charges sortant de l'étendue autorisée pour les pompes suivant la norme NF EN ISO 13137 :

- Carbotrap ;
- Charbon actif (imprégné ou non) ;
- Gel de silice (imprégné ou non) ;
- XAD-2 ;
- XAD-4 ;
- XAD-7.

Pour les supports suivants, les pertes de charges liées à la mise en série de deux supports dépassent les recommandations sur l'étendue autorisée, et la garantie de la stabilité du débit ne pourra pas être maintenue :

- Carbotrap 349 ;
- Chromosorb 104 ;
- Porapak Q ;
- Tenax TA.

Pour les supports ne possédant pas de couche de contrôle, et ne pouvant pas être mis en série, des solutions alternatives permettant d'apporter une meilleure garantie des résultats et de l'absence de saturation ont été proposées :

- privilégier des supports alternatifs contenant une zone de contrôle ;
- limiter au minimum le volume de prélèvement ;
- réaliser le prélèvement de deux supports (identiques) en parallèle avec par exemple :
 - ligne 1 - support 1 : le prélèvement initial (débit 1 x durée de prélèvement 1),
 - ligne 2 - support 2 : en parallèle de la ligne 1 (et en simultané) avec un volume de prélèvement inférieur à celui de la ligne 1 (débit 2 x durée de prélèvement 2).

Remarque : le débit et/ou la durée du prélèvement 2 sera(ont) diminué(s) par rapport à la ligne 1, afin d'avoir sur le support 2 un volume de prélèvement inférieur à celui du support 1 (tout en étant compatible avec les objectifs).

¹ NF EN ISO 13137 (13 Décembre 2013) Air des lieux de travail - Pompes pour l'échantillonnage individuel des agents chimiques et biologiques - Exigences et méthodes d'essai.

3.5. CONDITIONNEMENT ET TRANSPORT

Les recommandations suivantes concernant le transport et le conditionnement des échantillons ont fait l'objet d'un consensus de la part des membres du groupe de travail :

- les laboratoires doivent fournir aux préleveurs un contenant spécifique pour les échantillons d'air ;
- ne pas transporter des prélèvements d'air dans les mêmes contenants que des échantillons de sols ou d'eau (risque de contamination).

Des composés organiques volatils (COV) sont généralement présents dans les colles des étiquettes qui peuvent être appliquées sur les supports de prélèvement pour les identifier. Afin d'éviter une contamination des supports par ce biais, il est recommandé :

- pour les laboratoires : de s'assurer de l'absence des composés analysés dans les composants de l'étiquette apposée sur les supports (prise de contact avec le fabricant, analyse de la composition...), et de mettre ces informations à la disposition des clients ;
- pour les préleveurs de ne pas mettre d'étiquettes autocollantes sur les supports de prélèvement d'air (mettre l'étiquette sur les bouchons) ou d'éviter l'utilisation d'étiquettes autocollantes lorsque cela est possible (en utilisant par exemple la référence unique des supports en possédant une).

3.6. RECOMMANDATIONS GÉNÉRIQUES CONCERNANT LES SUPPORTS DE PRÉLÈVEMENT

Le tableau 4 présente une synthèse des remarques et questions formulées lors de la présentation des supports d'analyses pour les gaz du sol, l'air ambiant et l'air extérieur.

Ce tableau sert de complément d'information au tableau récapitulatif « Liste des méthodes et normes d'analyses applicables pour l'analyse des gaz du sol, de l'air intérieur et extérieur » car il détaille, par milieu, les raisons du choix de recommandation ou non des adsorbants / supports de prélèvements.

Famille de polluants	Supports de prélèvement recommandés pour les gaz du sol et l'air intérieur / extérieur	Supports de prélèvement déconseillés pour les gaz du sol mais retenus pour l'air intérieur / extérieur	Supports de prélèvement déconseillés pour tous les milieux	Remarques du groupe de travail
Alcools	Anasorb 747 Canister (1 à 6 l) Carbotrap 349 Charbon actif Supports à désorption thermique	Gel de silice	-	Le gel de silice a été écarté pour les gaz du sol en raison de sa forte affinité avec l'humidité et de l'existence de supports et méthodes alternatifs.
Aldéhydes	Barboteur (bisulfite de sodium à 1 %) Gel de silice imprégné de DNPH XAD-2 dopé au 2-(hydroxyméthyl) pipéridine Gel de silice imprégné de DNPH	-	Canister (1 à 6 l)	Le canister n'est pas le « support » le plus adapté en raison de la forte réactivité de ce composé qui nécessiterait de réaliser l'analyse immédiatement après le prélèvement.
Ammoniac	Anasorb 747 imprégné de H2SO4 Barboteur (H2SO4 à 0,05 M) Filtre en fibre de quartz imprégné de H2SO4	-	Canister (1 à 6 l)	Le canister n'est pas le « support » le plus adapté en raison de la forte réactivité de ce composé qui nécessiterait de réaliser l'analyse immédiatement après le prélèvement.
Anilines	Canister (1 à 6 l) Carbotrap 349 Tenax TA XAD-7 imprégné H3PO4	Gel de silice	-	Le gel de silice a été écarté pour les gaz du sol en raison de sa forte affinité avec l'humidité et de l'existence de supports et méthodes alternatifs.
Benzènes et dérivés	Anasorb 747 Canister (1 à 6 l) Carbotrap 349 Charbon actif Tenax TA XAD-4 Supports à désorption thermique	-	Sac Tedlar	Temps de conservation trop court pour le sac Tedlar (4 heures selon NIOSH 3700)
Cétones	Canister (1 à 6 l) Charbon actif Tenax TA Carbosieve S-III Supports à désorption thermique	gel de silice	-	Le gel de silice a été écarté pour les gaz du sol en raison de sa forte affinité avec l'humidité et de l'existence de supports et méthodes alternatifs.
Chlorobenzènes (mono et di)	Canister (1 à 6 l) Carbotrap 349 Charbon actif Supports à désorption thermique	-	XAD-2	XAD-2 est plus pertinent pour les tri- et tétra- que pour le mono- et le di-chlorobenzènes.
Chlorobenzènes (tri, tétra et penta)	Filtre PTFE & XAD-2	-	-	-
COHV aliphatiques (hors CV)	Charbon actif Canister (1 à 6 l) Carbosieve S-III Carbotrap 349 Tenax TA XAD-4 Supports à désorption thermique	-	-	-
Chlorure de vinyle	Canister Carbosieve S-III Charbon actif : - 2 TCA 400/200 mg en série, ou - 1 TCA 900/300 mg, ou - 1 TCA 800/400 mg) Supports à désorption thermique	-	TCA 100/50 mg	L'analyse du chlorure de vinyle sur charbon actif 100/50 mg est déconseillée en raison de la forte mobilité de ce composé et de la faible masse des tubes 100/50 mg. Il est recommandé d'analyser ce composé : - soit sur 2 TCA 400/200 mg placés en série (pour évaluer la migration de ce composé sur le 2 nd tube). Dans ce cas lors de l'analyse du chlorure de vinyle en même temps que les autres COHV, seule l'analyse du chlorure de vinyle est nécessaire sur le 2 nd tube. - soit sur 1 TCA 900/300 mg ou 1 TCA 800/400 mg, qui contiennent des masses d'adsorbant suffisantes pour limiter la migration de ce composé.
Cyanure d'hydrogène	Barboteur : (NaOH ou KOH) Filtre en cellulose imprégné NaOH Soda lime	-	-	-
Disulfure de carbone (CS2)	Canister (1 à 6 l) Carboxen 1000 Charbon actif Supports à désorption thermique	-	-	-
Disulfure d'hydrogène (H2S)	filtres en fibre de quartz imprégnés d'acétate de cadmium Canister (1 à 6 l) Charbon actif	-	Filtre imprégné AgNO ₃	Support associé à une méthode jugée moins pertinente
Ethers (MTBE, ETBE, DIPE)	Canister (1 à 6 l) Charbon actif Supports à désorption thermique	-	-	-
HAP (Naphtalène)	Canister (1 à 6 l) Carbotrap 349 Chromosorb 106 Charbon actif Supports à désorption thermique	-	XAD-2	XAD2 adapté pour des HAP plus lourds que le naphtalène

Famille de polluants	Supports de prélèvement recommandés pour les gaz du sol et l'air intérieur / extérieur	Supports de prélèvement déconseillés pour les gaz du sol mais retenus pour l'air intérieur / extérieur	Supports de prélèvement déconseillés pour tous les milieux	Remarques du groupe de travail
Hydrocarbures C5-C16 (aromatiques et aliphatiques)	Canister (1 à 6 l) Charbon actif support à désorption thermique	-	-	Utilisation possible de la méthode TPH WG sur ces supports.
Mercure minéral	Hopcalite Barboteur (KMnO4+ H2SO4 ou K2Cr2O7 + HNO3)	-	Charbon actif	Le charbon actif est écarté car l'Hopcalite est plus spécifique au mercure minéral et est plus pertinent.
Nitrobenzène	Canister (1 à 6 l) Carbotrap 349 XAD-7 (60/30 mg) Supports à désorption thermique	Gel de silice	-	Le gel de silice a été écarté pour les gaz du sol en raison de sa forte affinité avec l'humidité et de l'existence de supports et méthodes alternatifs
Nitrotoluènes	Tenax Barboteur (NaOH à 0.1N)	-	-	-
Phénols	Canister (1 à 6 l) Carbotrap 349 XAD-2 XAD-7 Supports à désorption thermique	Gel de silice	-	Le gel de silice a été écarté pour les gaz du sol en raison de sa forte affinité avec l'humidité et de l'existence de supports et méthodes alternatifs

Tableau 4 : Remarques et questions formulées par le groupe de travail sur les supports et méthodes d'analyses pour les gaz du sol.

3.7. SUPPORTS À DÉSORPTION THERMIQUE

Les différentes méthodes d'analyses sur supports à désorption thermique EPA TO-17, NF EN ISO 16017-1 et NF ISO 16000-6 sont très proches et assez générales. Les laboratoires les prennent en compte et les adaptent ensuite à leurs objectifs. Les détails et natures des supports à désorption thermique étant inclus dans ces normes il n'apparaît pas nécessaire de les fixer dans le cadre de ce groupe de travail.

3.8. DÉBITS DE PRÉLÈVEMENTS

Les débits de prélèvement indiqués dans le tableau récapitulatif « Liste des méthodes et normes d'analyses applicables pour l'analyse des gaz du sol, de l'air intérieur et extérieur » sont généralement issus des recommandations présentes dans les normes ou méthodes retenus.

Cependant, pour certains cas, les supports retenus présentent des variantes par rapport à ceux mentionnés dans les normes et méthodes. C'est par exemple le cas des tubes de charbon actif (TCA) pour lesquels les normes préconisent généralement le TCA 100/50 mg ou le TCA 800/400 mg. D'autres supports (TCA 400/200 mg et TCA 900/300 mg) ont été ajoutés et les débits maximums préconisés ont été établis sur la base des données existantes pour les autres supports.

3.9. FILTRES

Certaines méthodes de prélèvement (tableau 5) recommandent la mise en place d'un filtre avant le support de prélèvement. Il est recommandé d'utiliser ces filtres lorsqu'ils sont préconisés, pour des prélèvements de gaz du sol, d'air intérieur ou extérieur.

Composés	Supports de prélèvement retenus pour les gaz du sol et l'air intérieur / extérieur	Norme applicable
Formaldéhyde	Filtre PTFE + 2 barboteurs (bisulfite de sodium à 1 %)	NIOSH 3500
Ammoniac	Anasorb 747 imprégné de H ₂ SO ₄ (préfiltre si besoin)	OSHA ID 188
1,2,3-trichlorobenzène	Filtre PTFE & XAD-2 (100/50mg)	selon NIOSH 5517
1,2,4,5-tétrachlorobenzène	Filtre PTFE & XAD-2 (100/50mg)	NIOSH 5517
1,2,4-trichlorobenzène	Filtre PTFE & XAD-2 (100/50mg)	NIOSH 5517
1,3,5-Trichlorobenzène	Filtre PTFE & XAD-2 (100/50mg)	selon NIOSH 5517
Pentachlorobenzène	Filtre PTFE & XAD-2 (100/50mg)	NIOSH 5517
Cyanure d'hydrogène	Barbotage : Filtre en cellulose + barboteur NaOH.	OSHA ID 120
Cyanure d'hydrogène	Barbotage : filtre PVC + barboteur KOH	NIOSH 7904
Disulfure de carbone	TCA 400/200 mg + filtre à humidité en sulfate de sodium (270 mg)	NIOSH 1600
Disulfure de carbone	TCA 100/50 mg + filtre à humidité en sulfate de sodium (270 mg)	NIOSH 1600
Disulfure de carbone	TCA 800/400 ou 900/300 mg + filtre à humidité en sulfate de sodium (270 mg)	NIOSH 1600

Tableau 5 : Méthodes de prélèvement pour lesquelles des filtres sont préconisés.

3.10. HUMIDITÉ

La gestion de l'humidité des gaz du sol est une problématique récurrente qui nécessite des échanges importants entre le préleveur et le laboratoire afin de choisir le meilleur support en fonction de la situation sur le terrain, de l'étude à réaliser et de la limite de quantification souhaitée.

Le séchage des supports par le laboratoire, après le prélèvement, est possible pour certains supports et certains composés mais pas pour d'autres. Dans ce cas, le séchage consiste à choisir le piège en fonction de la molécule puis, à réception des échantillons au laboratoire, à balayer le tube avec un léger flux d'air sec. Cela est à réaliser uniquement pour les composés les plus stables afin de limiter les risques de pertes de composés lors de l'opération.

En fonction des mesures d'hygrométrie du milieu à prélever, il peut être envisagé d'installer un filtre à humidité en amont des supports de prélèvement afin de les protéger, le cas échéant, de l'humidité du milieu prélevé. Cependant, peu de données sont disponibles sur l'affinité des composés volatils avec ces filtres et par conséquent il est nécessaire de valider scientifiquement l'absence d'impact lié à leur utilisation (notamment l'absence de piégeage ou relargage des composés recherchés). Cette validation pourrait être effectuée en réalisant par exemple des doublons (prélèvements simultanés et en parallèle) avec :

- 1 support de prélèvement protégé par un filtre à humidité ;
- 1 support de prélèvement sans filtre à humidité.

Si l'humidité n'a pas engendré de saturation sur les prélèvements sans filtre, les résultats obtenus peuvent alors être comparés aux prélèvements protégés par les filtres afin d'évaluer si ces filtres ont pu avoir une influence sur le prélèvement (notamment le piégeage ou le relargage des composés recherchés).

Le séchage sur le terrain n'est pas recommandé, tout comme l'ajout d'un filtre à humidité car à l'heure actuelle, il y a un manque de retour sur ces méthodes.

En conclusion, la mise en place d'un filtre à humidité pourra être réalisée sous réserve de vérifier au préalable sa compatibilité au regard des composés recherchés (ex : ne pas utiliser de gel de silice pour le dosage des COHV).

En alternative à l'utilisation de filtres à humidité, des méthodes simples et non interférentes pour limiter l'influence de l'humidité peuvent consister à :

- privilégier les adsorbants les plus hydrophobes (lorsque cela est possible). Une liste présentant les caractères plus ou moins hydrophobes des adsorbants est présentée en annexe 9 du Guide pratique pour la caractérisation des gaz du sol et de l'air intérieur en lien avec une pollution des sols et/ou des eaux souterraines (BRGM-INERIS) ;
- ne pas prélever sur des supports plus froids que l'air prélevé (par exemple prélèvements de gaz du sol à 15 °C avec des supports stockés dans une glacière à 4 °C) afin de limiter la condensation ;
- mesurer la température et l'humidité de l'air prélevé et en cas de forts taux d'humidité (généralement supérieur à 80 %) :
 - diminuer au maximum le volume de prélèvement afin de limiter le risque de saturation en eau de l'adsorbant (tout en veillant au respect des objectifs à atteindre),
 - réaliser en parallèle du support de prélèvement initialement prévu, un second prélèvement avec un volume de prélèvement inférieur. Par exemple :
 - Ligne 1 - support 1 : le prélèvement initialement prévu (débit 1 x durée de prélèvement 1).
 - Ligne 2 - support 2 : un second prélèvement mis en parallèle en raison de forts taux d'humidité du milieu à prélever. Ce second support sera placé en parallèle de la ligne 1 (et en simultanée) avec un volume de prélèvement inférieur à celui de la ligne 1 (débit 2 x durée de prélèvement 2) afin de limiter les risques de saturation en eau (tout en étant compatible avec les objectifs).

3.11. AUTRES POINTS

Les points suivants ont également été abordés par le groupe de travail.

- **supports contenant du gel de silice** (imprégnés ou non) : ce type de support étant particulièrement hydrophile, leur utilisation n'est pas recommandée pour les gaz du sol qui peuvent présenter des taux d'humidité relative supérieurs à 90 %. Seule l'analyse des aldéhydes a été retenue pour les gaz du sol dans le tableau de synthèse, sur ce type de support, car les méthodes alternatives sont à l'heure actuelle peu répandues ;
- **sacs de prélèvement** : les sacs des prélèvements n'ont pas été intégrés dans ce tableau (à l'exception du benzène) car cette méthode est rarement proposée dans les normes et méthodes recensées. De plus, cette méthode n'est pas proposée par les laboratoires représentés dans le groupe de travail notamment en raison de certaines contraintes liées à la durée de conservation (ex : temps de conservation parfois très court. Par exemple 4 heures entre le prélèvement et l'analyse pour le benzène selon NIOSH 3700) ou au transport (risques de percage des sacs...);

- **canister** : ce mode de prélèvement présente des avantages (pas de risque de saturation, large gamme de concentrations et de composés analysables) mais présente également des contraintes : humidité des gaz du sol (phénomène de microgouttelettes), gaz réactifs qui ne sont pas retrouvés car transformés, nettoyage avant réutilisation, manipulation (vanne fragile, manomètre). Les canister de petit volume (1L) sont bien adaptés en cas de pollution avérée. Cette méthode est donc conservée mais maintenue pour les composés les plus adéquats et non réactifs. Les composés identifiés pour cette technique sont récapitulés dans le tableau 4. Il est nécessaire de veiller à la formation des agents préleveurs pour cette technique ;
- de façon générale, les normes les plus anciennes (OSHA ID...) ont été supprimées car elles ne sont pas utilisées par les laboratoires ;
- la norme NF X 43-267 est une norme générique qui ne précise pas les modalités d'analyse. Cette norme a été retirée des méthodes retenues.
- **documents de référence** : les conclusions du groupe de travail laboratoires sur les gaz du sol ont été réalisées en cohérence avec :
 - la norme ISO 10381-7 (en cours de révision et qui deviendra 18400-204) sur les prélèvements de gaz du sol,
 - le guide BRGM-INERIS (en cours) : Guide pratique pour la caractérisation des gaz du sol et de l'air intérieur en lien avec une pollution des sols et/ou des eaux souterraines.

4. Tableau de synthèse des conclusions du groupe de travail

En complément à cette synthèse est fourni un tableau Excel présentant les conclusions et recommandations du groupe de travail sur les supports de prélèvements, les normes et méthodes analytiques, les paramètres de prélèvement et les limites de quantification (LQ). Ce tableau ainsi que les méthodes appliquées pour le constituer sont présentés dans les parties suivantes.

4.1. PRÉSENTATION GÉNÉRALE DU TABLEAU DE SYNTHÈSE

Ce tableau comprend plusieurs onglets :

- « **GDS-AI-AE Final** » : cet onglet contient le détail des supports et méthodes recommandés par le groupe de travail pour le prélèvement et l'analyse des gaz du sol et/ou de l'air intérieur/extérieur. Le détail des informations fournies comprend :
 - les composés retenus (composé, famille de composé, n° CAS, n° SANDRE),
 - les normes et méthodes d'analyse applicables (colonne H),
 - les supports de prélèvements recommandés (colonne E) par le groupe de travail (nature et masse de l'adsorbant, nombre de support, présence de préfiltre...),
 - les gammes de débits de prélèvements recommandés par les normes ou méthodes (colonne F),
 - les débits de prélèvements maximums recommandés par le groupe de travail (colonne G) à partir des normes et méthodes existantes et/ou de retours d'expériences,
 - le type d'extraction réalisée en laboratoire (colonne I) avec le type de solvant d'extraction en cas de désorption chimique,
 - la validation ou non de la méthode comme méthode recommandée par le groupe de travail (colonne J),
 - la limite de quantification minimum recommandée (colonne O) par support et méthode (voir partie suivante pour la méthode utilisée pour leur détermination),
 - les paramètres pris en compte pour le calcul de la limite de quantification minimum recommandée (colonnes K, L, M, N).
- « **AI-AE Final** » : cet onglet contient le détail des supports et méthodes recommandés par le groupe de travail pour le prélèvement et l'analyse de l'air intérieur/extérieur uniquement. Il n'est pas recommandé d'utiliser ces supports et méthodes de prélèvement pour les gaz du sol. Le détail des informations fournies est le même que pour l'onglet « GDS-AI-AE Final » ;
- « **Supports et contextes** » : liste de tous les supports mentionnés dans les onglets « GDS-AI-AE Final » et « AI-AE Final » (avec le nombre de support, la masse d'adsorbant, la présence d'un filtre complémentaire...) avec :
 - leur utilisation possible pour les gaz du sol et/ou l'air intérieur / extérieur,
 - les trois scénarios (cf. Tableau 2) pour lesquels les investigations sont généralement réalisées ainsi qu'une appréciation de la compatibilité de chaque support avec chaque scénario d'utilisation (peu adapté / adapté / bien adapté). Les trois scénarios sont les suivants :

- 1-Screening = Diagnostic préliminaire (concentrations inconnues),
- 2-EQRS = Diagnostic en lien avec une évaluation des risques sanitaires (EQRS),
- 3-Source = Diagnostic de zones fortement contaminées,
- « **Concentrations visées** » : liste, détail et argumentation des concentrations à atteindre pour la détermination des LQ recommandées (voir partie suivante).

4.2. MÉTHODE DE DÉTERMINATION DES LIMITES DE QUANTIFICATION MAXIMUM RECOMMANDÉES

Le tableau de synthèse inclut des recommandations sur les supports de prélèvements à utiliser et les méthodes analytiques à suivre, mais également sur les limites de quantification (LQ) à atteindre par les laboratoires.

Ces limites de quantification recommandées ont été établies pour chaque couple supports de prélèvement / norme ou méthode d'analyse avec comme objectif de permettre, grâce à des prélèvements n'étant pas trop longs, l'obtention de LQ permettant de conclure à l'absence de risque sanitaire dans une majorité de situations. Ces LQ recommandées seront donc bien adaptées :

- en cas de screening pour démontrer l'absence de concentrations pouvant engendrer une problématique sanitaire ;
- en cas de diagnostic en lien avec une évaluation des risques sanitaire (EQRS).

4.2.1. Volume de prélèvements théoriques

Ces LQ recommandées ont été calculées à partir des paramètres des prélèvements suivant qui ont permis de déterminer un volume théorique de prélèvement :

- débit = débit maximum recommandé par le groupe de travail

Remarque : le débit maximum recommandé par le groupe de travail a été retenu. Il s'agit d'une recommandation sur le débit de prélèvement à ne pas dépasser. Les débits réels de prélèvement peuvent être inférieurs en fonction des contextes, des objectifs des investigations et des possibilités d'intervention sur le terrain.

- durée de prélèvement = 240 min (4 heures).

Remarque : Cette durée a été fixée à 4 h afin de limiter sur le terrain la durée de prélèvement nécessaire pour répondre à une problématique sanitaire. Cette durée n'est pas une recommandation générale car en fonction des contextes, des objectifs des investigations et des possibilités d'intervention sur le terrain, les durées de prélèvement peuvent être plus réduites ou allongées.

4.2.2. Choix des concentrations visées

Des concentrations (nommées « concentrations visées ») devant permettre de conclure à l'absence de risque sanitaire dans une majorité de situations ont été retenues pour chaque composé à partir des références suivantes :

- décret 2011-1727 du 02/12/2011 fixant des valeurs guides pour l'air intérieur ;
- 90^{ème} percentile de la « campagne nationale logements » réalisée de 2003 à 2005 par l'OQAI (Observatoire de la Qualité de l'Air Intérieur) ;
- VTR (Valeurs Toxicologiques de référence) chroniques ;
- en l'absence des données précédemment citées, une valeur arbitraire de 10 µg/m³ a été considérée.

L'argumentaire sur le choix de la valeur est présenté pour chaque molécule dans l'onglet « Concentrations visées ».

4.2.3. Détermination des teneurs minimums à quantifier

Les équations suivantes présentent les relations entre :

- la Concentration visée (en µg/m³) ;
- la Teneur minimum à quantifier (en µg/support) ;
- le Volume prélevé (en m³) ;

$$\text{Concentration visée (en } \frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3}\text{)} = \frac{\text{Teneur minimum à quantifier (en } \mu\text{g/support)}}{\text{Volume prélevé (en m}^3\text{)}}$$

La teneur minimum à quantifier (colonne N des onglets « GDS-AI Final » et « AI Final ») a été déterminée selon l'équation suivante :

$$\text{teneur minimum à quantifier (en } \mu\text{g)} = \text{Concentration visée (en } \frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3}\text{)} \times \text{Volume prélevé (en m}^3\text{)}$$

4.2.4. Méthode de détermination des limites de quantification maximum recommandées

Le critère d'appréciation de la faisabilité par une majorité des laboratoires a été intégré aux teneurs minimums à quantifier afin de déterminer les limites de quantification maximum recommandées.

Ces limites de quantification maximum recommandées ont été validées par le groupe de travail.

Il est rappelé que ces limites de quantification recommandées ont été établies pour chaque couple supports de prélèvement / norme ou méthode d'analyse avec comme objectif de permettre, grâce à des prélèvements n'étant pas trop longs, l'obtention de LQ permettant de conclure à l'absence de risque sanitaire dans une majorité de situations. Ces LQ recommandées seront donc bien adaptées en cas de screening pour démontrer l'absence de concentrations pouvant engendrer une problématique sanitaire et en cas de diagnostic en lien avec une évaluation des risques sanitaire (EQRS).

Points d'attention :

- **les laboratoires peuvent proposer des méthodes avec des limites de quantification plus élevées que celles recommandées par le groupe de travail laboratoires, notamment dans le cas de prélèvements dans des zones sources ou avec de fortes concentrations ;**
- **en cas de présence d'un ou plusieurs composés à des concentrations très importantes, les limites de quantification des autres composés dosés sur le même support de prélèvement sont susceptibles d'être augmentées en raison notamment de dilutions nécessaires.**

5. Conclusions

La création du groupe de travail « Laboratoires » a permis de réunir les acteurs impliqués dans les activités relatives à la caractérisation des sites et sols potentiellement pollués et de débattre sur différents aspects techniques clefs tels que le choix des supports de prélèvement dédiés à l'échantillonnage des gaz du sol et les performances exigibles par les laboratoires d'analyse.

Au final pour l'analyse des gaz du sol, de l'air intérieur et de l'air extérieur, un tableau recensant par polluant les supports les mieux appropriés avec les limites de quantifications attendues a pu être établi et validé par le groupe de travail.

Ces conclusions ont vocation à servir de base aux futures exigences analytiques pour les laboratoires effectuant des prestations dans le contexte sites et sols pollués. Le tableau récapitulatif « Liste des méthodes et normes d'analyses applicables pour l'analyse des gaz du sol, de l'air intérieur et extérieur » figure sur un document indépendant de ce présent rapport et est disponible sur le site du ministère².

² <http://www.developpement-durable.gouv.fr/-Sites-et-sols-pollues-.html>



Centre scientifique et technique
Direction des laboratoires
3, avenue Claude-Guillemin

BP 36009 – 45060 Orléans Cedex 2 – France – Tél. : 02 38 64 34 34
www.brgm.fr