

**Sites contaminés
Estimation de la mise
en danger**

**Directive pour la lixiviation
en colonne de matériaux**

**selon l'ordonnance
sur les sites contaminés**

Mars 2000



**Office fédéral de
l'environnement, des forêts et
du paysage (OFEFP)**

**Sites contaminés
Estimation de la mise
en danger**

**Directive pour la lixiviation
en colonne de matériaux**

**selon l'ordonnance
sur les sites contaminés**

Mars 2000

**Edité par:
Office fédéral de l'environnement, des forêts et du pay-
sage (OFEFP)**

Editeur Office fédéral de l'environnement, des forêts et du paysage (OFEFP), 3003
Berne

Auteurs Groupe de travail „Test de lixiviation selon OSites“

- P. Arrizabalaga, Ecotoxicologue du Canton de Genève
- R. Bunge, Eberhard Recycling AG, Rümlang
- D. Chambaz, OFEFP
- M. Dumas, Service de l'écotoxicologue cantonal, Genève
- R. Gälli, BMG Engineering AG, Schlieren
- P. Grathwohl, Lehrstuhl für angewandte Geologie, Tübingen, Allemagne
- Y. Perrodin, INSA, Lyon, France
- U. Ziegler, OFEFP

Traduction S. Cuennet

Illustration Hans-Peter Imhof, Atelier für Gestaltung, Berne

Commande Office fédéral de l'environnement, des forêts et du paysage
Documentation
3003 Berne

Fax + 41 (0)31 324 02 16
E-Mail: docu@buwal.admin.ch
Internet: <http://www.admin.ch/buwal/publikat/f/>

Numéro de commande VU-xxx-F
© OFEFP 2000

TABLE DES MATIERES

| | |
|---|-----------|
| PRÉFACE | 5 |
| 1 INTRODUCTION | 7 |
| 2 BASES LÉGALES | 7 |
| 2.1 Importance des directives | 7 |
| 2.2 Bases légales des tests de lixiviation | 7 |
| 3 QUAND FAUT-IL APPLIQUER LES TESTS DE LIXIVIATION SELON L'OSITES ET COMBIEN FAUT-IL EN EXÉCUTER? | 8 |
| 4 CHAMP D'APPLICATION | 10 |
| 5 ESSAI DE LIXIVIATION EN COLONNE SELON L'ORDONNANCE SUR LES SITES CONTAMINÉS | 10 |
| 5.1 Principe | 10 |
| 5.2 Colonne de lixiviation | 10 |
| 5.3 Taille de l'échantillon | 11 |
| 5.4 Préparation de l'échantillon | 11 |
| 5.5 Mise en place de l'échantillon | 12 |
| 5.6 Agent de lixiviation | 12 |
| 5.7 Exécution de la lixiviation | 12 |
| 5.8 Production des lixiviats pour déterminer la fraction lixiviable des polluants | 13 |
| 5.8.1 Composés organiques solubles (solubilité > 0,1 g/l) | 13 |
| 5.8.2 Polluants organiques peu solubles (solubilité < 0,1g/l) | 13 |
| 5.8.3 Métaux lourds | 14 |
| 5.9 Echantillon à blanc | 14 |
| 6 ANALYSE | 14 |
| 7 CRITÈRES D'APPRÉCIATION | 14 |
| 8 TEST VIRTUEL DE LIXIVIATION: DÉDUCTION MATHÉMATIQUE, PARTIR DES TENEURS GLOBALES, DE LA CONCENTRATION DE SUBSTANCES ORGANIQUES DANS L'EAU DE PERCOLATION | 15 |
| 8.1 Exécution du calcul | 15 |
| 8.2 Interprétation des résultats | 15 |
| ANNEXE I: EXEMPLE DE PROCÉDÉ POUR OBTENIR DES LIXIVIATS SELON L'ORDONNANCE SUR LES SITES CONTAMINÉS | 17 |
| I Assemblage de la colonne | 17 |
| II Remplissage de la colonne avec l'échantillon | 17 |
| III Exécution de la lixiviation | 18 |
| Introduction de l'agent de lixiviation | 18 |
| Phase de lixiviation | 19 |
| ANNEXE II: DÉDUCTION MATHÉMATIQUE DE LA TENEUR DE PERCOLATION EN SUBSTANCES ORGANIQUES, À PARTIR DES TENEURS GLOBALES (TEST VIRTUEL DE LIXIVIATION) | 23 |
| Bases du calcul | 23 |

| | |
|---|-----------|
| Contraintes auxquelles est soumise l'estimation de la teneur en substances organiques de l'eau de percolation | 24 |
| Calcul de la teneur en substances organiques de l'eau de percolation dans un système à trois phases | 25 |
| Estimation de la concentration de substances organiques dans l'eau de percolation pour un système à deux phases solide et aqueuse | 26 |
| ANNEXE III: BIBLIOGRAPHIE | 27 |

PREFACE

Le lessivage et la mise en suspension des polluants provenant des sites contaminés par des déchets, tels les décharges, les aires d'exploitation ou les lieux d'accident, sont susceptibles de causer aux eaux des atteintes inadmissibles ou de générer un danger concret que de telles atteintes apparaissent.

L'objectif de l'appréciation et du traitement des sites pollués consiste essentiellement à juguler les atteintes actuellement nuisibles ou incommodantes à l'environnement et à prévenir toute atteinte future. Comme les atteintes prévisibles sont souvent faibles, même si les concentrations en polluants sont éventuellement élevées, l'attention se portera moins sur la pollution même d'un site que sur les émissions qui en proviennent ou pourraient en provenir.

L'appréciation des atteintes qu'un site pollué est susceptible de provoquer requiert, lorsqu'il est impossible de procéder à un prélèvement d'eau de percolation, un procédé homogène d'identification des émissions provenant du site.

La présente directive fixe les exigences relatives au test de lixiviation pratiqué selon l'ordonnance sur les sites contaminés de telle manière que le procédé soit applicable aux cas particuliers sans restreindre la faculté de comparer les résultats. Elle présente également une méthode de calcul des émissions potentielles de polluants à partir de matériaux contaminés, dite test virtuel de lixiviation, qui permet de procéder à une estimation grossière de la composition des lixiviats.

Cette directive a été réalisée en collaboration étroite avec des spécialistes suisses et étrangers de la lixiviation et de l'appréciation des matériaux pollués, puis discutée avec les services cantonaux compétents et avec les grandes associations économiques. Le fait d'avoir associé les principaux intéressés devrait garantir l'exécution homogène de la directive dans toute la Suisse et faciliter la mise en œuvre des prescriptions de l'ordonnance sur les sites contaminés.

Ittigen, mars 2000

Office fédéral de l'environnement,
des forêts et du paysage
Le directeur

Philippe Roch

1 Introduction

L'appréciation du danger qu'un site pollué fait peser sur les eaux repose en principe sur deux approches différentes. Les investigations portant sur les eaux elles-mêmes permettent de déterminer si les émissions provenant d'un site pollué exercent déjà une atteinte nuisible sur ces eaux. Les analyses de l'eau de percolation du site concerné et les tests de lixiviation portant sur des matériaux en provenant (ou le calcul - à partir des teneurs globales - de la charge potentielle en polluants de l'eau de percolation du site) permettent, d'autre part de savoir si ce site est effectivement la source d'émissions potentiellement dangereuses pour les eaux.

Bien que les conditions régnant sur un site ne puissent être reproduites exactement lors d'essais en laboratoire, l'expérience montre que les tests de lixiviation représentent une bonne façon de simuler en laboratoire les émissions susceptibles de provenir d'un site pollué. On peut admettre dans la plupart des cas que les résultats ainsi obtenus s'approchent des conditions réelles. Un procédé standard a pour avantages de rendre possible la comparaison entre les appréciations pratiquées sur différents sites et de garantir une sécurité juridique élevée aux victimes de pollutions.

2 Bases légales

2.1 Importance des directives

Les directives sont des instructions émises par l'autorité de surveillance à l'intention des autorités chargées de l'exécution des dispositions légales. Matérialisant des concepts juridiques non définis dans les lois et dans les ordonnances, elles servent d'aide à leur exécution et favorisent une mise en œuvre homogène dans les différents cantons. D'une part, les directives garantissent dans une large mesure l'égalité devant la loi et la sécurité juridique, d'autre part, elles fournissent des solutions souples et adaptées aux cas particuliers. Les autorités chargées de l'exécution des dispositions légales et les particuliers (par exemple les personnes tenues de procéder à des investigations ou à un assainissement) qui respectent les directives ont la certitude de se comporter comme il convient. Si par contre elles s'écartent des directives, elles prennent le risque de ne pas pouvoir fournir la preuve que la solution retenue est conforme aux dispositions légales.

2.2 Bases légales des tests de lixiviation

L'article 32c de la loi sur la protection de l'environnement du 7 octobre 1983 (RS 814.01) et l'ordonnance sur les sites contaminés du 26 août 1998 (OSites, RS 814.680) qui en découle régissent le recensement dans un cadastre des sites pollués, l'appréciation des besoins d'assainissement ainsi que les buts et l'urgence des

8 de l'OSites les besoins de surveillance et d'assainissement d'un site pollué, il convient entre autres de mettre en évidence le danger que ce site fait éventuellement peser sur les eaux. Les art. 9 et 10 de l'OSites contiennent à cet effet des critères permettant d'apprécier les atteintes nuisibles ou incommodantes et le risque concret que de telles atteintes apparaissent. Lorsque

l'appréciation d'un site exige qu'il soit démontré qu'il est effectivement le siège d'émissions susceptibles de menacer les eaux de manière inadmissible, il y a lieu de pratiquer les tests conformément à l'annexe 1, al. 2, de l'OSites. Dans les sites affectés par une pollution particulièrement hétérogène, tels que les décharges, le prélèvement d'échantillons d'eau de percolation peut remplacer l'exécution des tests de lixiviation (annexe 1, al. 3, OSites). Selon l'annexe 1, al. 5, de l'OSites, il est possible de renoncer aux tests de lixiviation ou aux prélèvements d'eau de percolation, si l'on peut démontrer, sur la base d'autres indications telles que les déductions mathématiques à partir des teneurs globales, que la valeur de concentration a été dépassée ou non. Une méthode applicable à cet effet est décrite au chapitre 8.

Si un site ne devrait nécessiter aucune surveillance ni assainissement, il n'en devrait pas moins satisfaire aux exigences relatives tant aux immissions qu'aux émissions. Lorsqu'il s'agit de déterminer le type d'action à entreprendre (surveillance ou assainissement), il est par contre possible de ne prendre en compte qu'un seul de ces deux groupes d'exigences.

3 Quand faut-il appliquer les tests de lixiviation selon l'OSites et combien faut-il en exécuter?

Les tests de lixiviation sont superflus lorsque les informations relatives aux immissions, c'est-à-dire les effets constatés dans les eaux en aval, indiquent déjà qu'un site doit faire l'objet de mesures de surveillance ou d'assainissement.

Pour apprécier les émissions des sites pollués, il y a lieu de pratiquer un test de lixiviation dans tous les cas où il n'est pas possible de prélever un échantillon d'eau de percolation représentatif et s'il n'y a pas d'autre moyen d'estimer les émissions d'un site (fig. 1).

Le nombre d'essais de lixiviation ne peut être défini à l'avance par une règle rigide (test/surface). On procédera au nombre minimal d'essais qui permettent d'apprécier les besoins de surveillance ou d'assainissement du site. Si une valeur de concentration de Sites est dépassée, un seul échantillon suffit pour mettre en évidence les besoins de surveillance ou d'assainissement, lorsque les effets de barrière et les processus de rétention ou de dégradation sont insuffisants. Si l'objectif consiste par contre à fournir la preuve de l'innocuité d'un site, le nombre de tests de lixiviation requis sera fixé de cas en cas en fonction de l'hétérogénéité du site. Si les teneurs en contaminants des lixiviats des matériaux les plus pollués du site sont nettement inférieures aux valeurs de concentration de l'annexe 1 de l'OSites, il sera également possible de renoncer à d'autres tests de lixiviation.

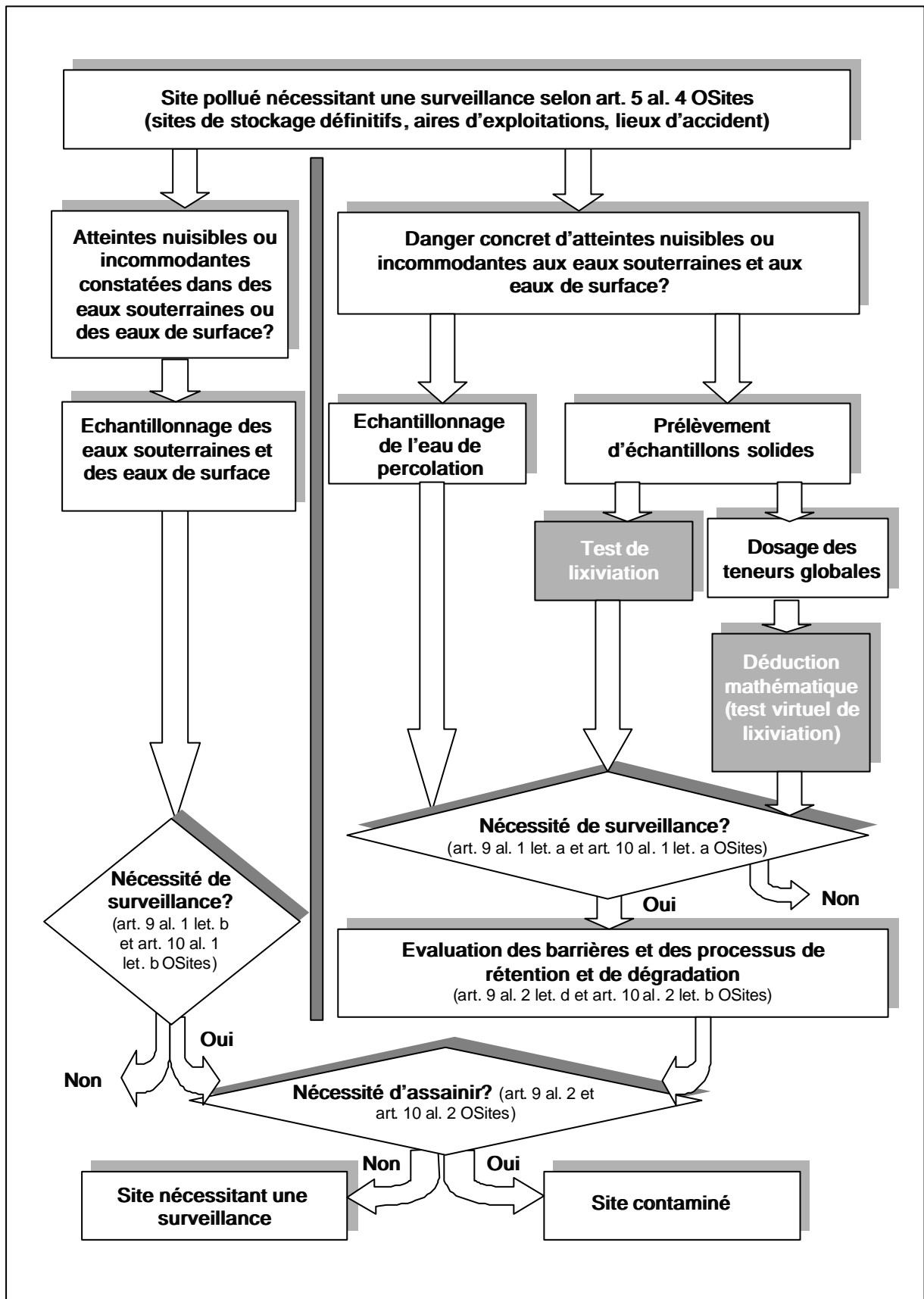


Fig. 1: Procédures possibles en vue d'apprécier les atteintes relevant de la protection des eaux

10:1. La hauteur de remplissage de l'échantillon doit correspondre au moins au double diamètre de la colonne. L'agent de lixiviation est de l'eau désionisée et désoxygénée. La percolation à travers l'échantillon est assurée de façon à ce que le contenu de la colonne reste noyé durant tout le processus de lixiviation, qui dure entre un et sept jours environ, selon les polluants à étudier. Il convient de garder constant le flux de percolation dans la colonne
lixiviation.

5.2 Colonne de lixiviation

La colonne de lixiviation doit en général avoir un diamètre intérieur d'au moins 9 cm. Le rapport entre sa hauteur et son diamètre est habituellement compris entre 5 et 10. Elle doit être en verre et munie à sa base d'un orifice pour introduire l'agent de lixiviation. La fermeture sommitale est assurée par un piston étroitement ajusté à l'intérieur de la colonne ou par un couvercle en verre rodé fixé par une bride. L'écoulement du lixiviat de la colonne au récipient collecteur est assuré par un tuyau qui traverse le piston ou le couvercle en verre. Ce tuyau doit être de telle nature que la composition du lixiviat ne soit pas affectée (ex.: tuyaux en téflon ou en verre; les tuyaux en acier inoxydable ne peuvent être utilisés que lors de la lixiviation d'échantillons pollués par des substances organiques).

5.3 Taille de l'échantillon

Pour la lixiviation, on utilise directement 1 à 10 kg (poids sec) d'échantillon. Lorsqu'il s'agit d'étudier le lixiviat L1, correspondant à un rapport eau-solide L / S égal à 0,25, il faut veiller à ce qu'une quantité suffisante d'échantillon soit lixiviée lorsque le rapport L / S souhaité est atteint, afin de disposer de suffisamment de lixiviat pour pr analyses souhaitées de composés organiques (quantités supérieures aux limites de détermination). Selon l'expérience, des échantillons de 5 kg conviennent dans la plupart des cas.

5.4 Préparation de l'échantillon

Il peut s'agir soit d'un échantillon de sol végétalisé ou du sous-sol, soit d'un échantillon de déchets provenant d'une décharge ou d'autres matériaux altérés par l'activité humaine.

Avant de procéder à l'essai de lixiviation, l'échantillon ne sera ni broyé, ni soumis à des traitements mécaniques vigoureux. S'il est nécessaire d'en réduire la taille des morceaux avant de le placer dans le dispositif d'essai, il sera concassé, avec précaution. Le matériel introduit dans la colonne aura un taux d'humidité correspondant le mieux possible aux conditions naturelles.

Pour déterminer le poids sec de l'échantillon à analyser, une partie aliquote en sera séchée à une température de 105° C. La perte de poids résultant de la dessiccation sera exprimée en pour-cent.

Si un échantillon contient des matériaux de granulométrie dépassant 10 % du diamètre du dispositif d'essai, ceux-ci seront éliminés par tamisage ou à la main, dans la mesure où il n'auront pu être concassés de manière adéquate.

5.5 Mise en place de l'échantillon

L'échantillon est mis en place progressivement, par petites quantités nivelées et légèrement compactées, ce qui engendre un découpage physique de la « colonne d'échantillon » en disques peu épais. Cette disposition permet un écoulement radial du fluide sur les interfaces et prévient la formation de cheminements préférentiels qui pourraient aller, dans le pire des cas, de la base de la colonne à la surface de l'échantillon.

Afin d'obtenir la porosité la plus constante possible à l'intérieur de la colonne d'échantillon, le remplissage/compactage est effectué par adjonction de couches successives, épaisses de 1 à 3 cm, de matériau naturellement humide. Le but est d'assurer une porosité suffisante à l'intérieur de la colonne, de façon à ce qu'il ne soit pas nécessaire d'y exercer une surpression trop élevée (< 3 bar).

Une couche filtrante d'environ 200 g de sable, de granulométrie comprise entre 63 μ m et 250 μ m, est disposée aux deux extrémités de la colonne. La couche inférieure assure un flux régulier à la base de la colonne, avant même l'entrée de l'agent de lixiviation dans l'échantillon. La couche supérieure retient les particules éventuellement entraînées lors du processus de lixiviation.

Il convient de laisser quelques centimètres de vide entre la couche filtrante et l'orifice d'écoulement, afin que les suspensions résiduelles puissent se décanter dans le lixiviat et que celui-ci s'écoule dans le récipient collecteur en étant aussi clair que possible.

5.6 Agent de lixiviation

On utilise de l'eau désionisée et désoxygénée comme agent de lixiviation. L'absence d'oxygène y est obtenue en soumettant l'eau préalablement désionisée à un traitement à

Le volume total (litres) d'agent de lixiviation à utiliser correspond à six fois le poids de

5.7 Exécution de la lixiviation

Après que l'échantillon a été introduit, l'agent de lixiviation vient remplir la colonne, en général de bas en haut. En principe, la pompe est réglée pour ce faire sur un débit d'environ 2 ml/min. Lorsque l'agent de lixiviation a atteint l'exutoire de la colonne, la pompe est arrêtée. Si une certaine quantité de lixiviat s'est écoulée au-dehors, il faut la considérer comme le début du premier lixiviat L1.

Après le remplissage et avant le début du processus de lixiviation proprement dit, la colonne est laissée au repos pendant 12 heures au moins et 24 heures au plus. Une fois ce délai écoulé, il est procédé à la lixiviation de l'échantillon sous les conditions les plus constantes possible. Le débit idéal pour ce faire est d'environ 3,5 ml/min. Le réglage adéquat de la pompe est vérifié régulièrement.

Trois lixiviats différents sont habituellement requis pour appréhender les polluants déterminants pour les décharges. Ils sont obtenus en recueillant l'un après l'autre les lixiviats correspondant à un rapport cumulé liquide-solide $L/S = 0,25, 3$ et 6 , où L/S ex-

prime le rapport (nombre de litres de lixiviat à l'exutoire de la colonne) / (nombre de kilogrammes d'échantillon dans la colonne).

5.8 Production des lixiviats pour déterminer la fraction lixiviable des polluants

Le tableau suivant montre quelle fraction de lixiviat il convient d'utiliser pour déterminer la fraction lixiviable des substances organiques très solubles (p. ex. les PCB), ou encore des métaux lourds :

| Lixiviat | E / S | Substances organiques très solubles (solubilité > 0,1 g/l) | Substances organiques peu solubles (solubilité < 0,1 g/l) | Métaux lourds |
|----------|-------|--|---|---------------|
| L1 | 0,25 | x | - | x |
| L2 | 3 | - | x | x |
| L3 | 6 | - | x | x |

Le lixiviat L1 se compose de tout le lixiviat récolté entre les rapports L / S de 0 et de 0,25. Pour prélever les lixiviats L2 et L3, il y a généralement lieu de prélever à chaque fois deux litres de lixiviat lorsque les rapports L / S souhaités de 3 et de 6 sont atteints.

Si des composés organiques et des métaux lourds doivent être dosés dans le même échantillon de lixiviat, l'exutoire de la colonne peut être agencé de telle manière que le liquide qui en sort soit réparti dans deux récipients. L'un d'entre eux pourrait être en verre et contenir la solution d'extraction requise pour le dosage des composés organiques, tandis que l'autre serait par exemple en polypropylène et contiendrait l'acide nitrique nécessaire à la détermination des métaux lourds. Lorsque l'on procède de la sorte, il y a lieu de veiller à récolter suffisamment de lixiviat dans les deux récipients collecteurs pour que les substances à doser apparaissent en quantités supérieures à leurs limites

5.8.1 Composés organiques solubles (solubilité > 0,1 g/l)

En raison de la faible capacité d'adsorption de ces substances par les matériaux du filtre, les lixiviats destinés à l'analyse de ce groupe de polluants peuvent si nécessaire

L'échantillon L1 nécessaire au dosage des composés organiques très solubles est en règle générale prélevé lorsque le rapport eau-solide L / S = 0,25 est atteint (cela signifie que tout le lixiviat obtenu jusqu'à ce que soit atteint le rapport L / S = 0,25 est recueilli).

5.8.2 Polluants organiques peu solubles (solubilité < 0,1g/l)

En raison de la forte capacité d'adsorption de certaines de ces substances par les matériaux du filtre ou par les minéraux argileux, les lixiviats destinés au dosage de ce groupe de polluants ne peuvent être ni filtrés ni centrifugés avant l'analyse. Les lixiviats

8 Test virtuel de lixiviation: déduction mathématique, à partir des teneurs globales, de la concentration de substances organiques dans l'eau de percolation

1, al. 5, de l'OSites, il est possible de renoncer à l'analyse du lixiviat, et donc également au prélèvement d'eau de percolation, lorsque l'on peut constater que la valeur de concentration est dépassée ou non dans le lixiviat sur la base d'autres indications telles que les déductions mathématiques à partir des teneurs globales.

Pour cette raison, il est exposé ci-après comment déduire mathématiquement, à partir des teneurs globales, les concentrations susceptibles d'être obtenues lors d'un test de lixiviation, et comment interpréter de telles estimations pour apprécier les besoins de surveillance et d'assainissement des sites pollués.

La déduction mathématique à partir des teneurs globales est intéressante dans la mesure où elle permet de procéder à un screening et d'obtenir des informations sur les atteintes qu'un site est susceptible de causer aux eaux, en réduisant significativement l'investissement en temps et en argent par rapport à l'exécution de tests de lixiviation en laboratoire. Il convient toutefois de souligner que les résultats obtenus selon ce procédé ne peuvent être que des estimations, qui devront être complétées dans les cas ambigus par des essais en laboratoire ou par l'étude de l'eau de percolation. Il faut également se rappeler que la déduction mathématique des teneurs possibles de l'eau de percolation n'est apte à rendre compte de manière satisfaisante des conditions naturelles que dans le cas des substances organiques. Ce procédé ne convient pas pour apprécier les éventuelles atteintes causées par les pollutions dues aux métaux lourds.

8.1 Exécution du calcul

Les équations présentées dans l'annexe II de cette directive sont appliquées pour calculer la composition prévisible de l'eau de percolation à partir de la teneur globale connue d'un échantillon de matériau solide.

8.2 Interprétation des résultats

Comme le calcul estimatif de la composition de l'eau de percolation à partir des teneurs globales repose sur de nombreuses contraintes et hypothèses, la prudence est de mise pour interpréter les résultats. Dans tous les cas, on se fierait plus aux tests de lixiviation en laboratoire qu'aux résultats des déductions mathématiques. Ainsi, de nombreuses particularités des échantillons naturels, telle la présence de cheminements préférentiels, ne peuvent pas être prises en compte dans le calcul, ou seulement partiellement. La déduction mathématique de la teneur des lixiviats à partir des teneurs globales fournit toutefois un moyen simple et peu onéreux d'obtenir des informations importantes en vue d'évaluer les sites pollués. Les trois cas de figure décrits ci-après peuvent être distingués à l'issue des calculs. Pour apprécier à partir des concentrations calculées des lixiviats les mesures éventuellement nécessaires sur un site, il est bien sûr impératif que les échantillons étudiés soient représentatifs de ce site.

A) Les valeurs calculées sont nettement inférieures aux valeurs de concentration figurant dans l'annexe 1 de l'OSites

Si les valeurs calculées montrent que les substances étudiées ne peuvent pas dépasser les valeurs de concentration de l'OSites avec les teneurs globales données, ces estimations suffisent pour classer le site en question parmi ceux qui ne nécessitent ni surveillance, ni assainissement et pour le dégager de tout traitement ultérieur. Si des doutes subsistent, les résultats obtenus peuvent être complétés par des estimations complémentaires basées sur d'autres rapports L / S et reposant sur des hypothèses conservatrices.

B) Les valeurs calculées dépassent nettement les valeurs de concentration figurant dans l'annexe 1 de l'OSites

Si les résultats des calculs montrent que les valeurs de concentration de l'OSites sont déjà nettement dépassées dans tous les cas lorsque le rapport L / S est favorable, il n'est pas nécessaire de procéder à des essais en laboratoire pour classer le site en question parmi ceux qui nécessitent au moins une surveillance, voire parmi ceux qui nécessitent un assainissement (sites contaminés) si les processus de rétention ou de dégradation des polluants sont insuffisants.

C) Les valeurs calculées sont du même ordre de grandeur que les valeurs de concentration figurant dans l'annexe 1 de l'OSites

Lorsque les teneurs estimées des lixiviats fournissent des résultats qui sont du même ordre de grandeur que les valeurs de concentration de l'OSites, elles ne suffisent pas pour classer un site parmi ceux qui nécessitent une surveillance ou un assainissement ou pour le dégager de tout traitement ultérieur. Il y a lieu de compléter dans ce cas les estimations mathématiques p.ex. par des essais de lixiviation en laboratoire.

Annexe I: Exemple de procédé pour obtenir des lixiviats selon l'ordonnance sur les sites contaminés

I Assemblage de la colonne

Le montage de la colonne utilisée pour réaliser le test de lixiviation comprend les éléments suivants: (fig. 2 et 3):

- un cylindre en verre borosilicaté haut de 0,7 m et d'un diamètre intérieur égal à 90 mm;
- une embase en téflon munie d'un orifice central pour introduire l'agent de lixiviation;
- un dispositif de fermeture supérieur en téflon, étroitement ajusté à l'intérieur de la colonne, muni d'un orifice pour l'écoulement du lixiviat et d'un système de blocage du dispositif dans la colonne par écrasement d'un joint torique d'étanchéité;
- un disque perforé intercalaire (diamètre des perforations env. 5 mm) (fig. 5);
- une pompe péristaltique à débit réglable, capable de générer des pressions de 0 à 3 bars;
- une dame d'1 kg, avec un arrêt à 30 cm, pour compacter l'échantillon dans la colonne (fig. 4);
- des tuyaux et des récipients collecteurs compatibles avec la composition prévue des lixiviats;
- un système de désoxygénation par barbotage à l'azote de l'eau distillée ou désionisée utilisée pour la lixiviation (conductivité électrique de 0,5 mS/m et pH de 5-7, selon la norme ISO 7888).

II Remplissage de la colonne avec l'échantillon

- Laver, rincer et sécher la colonne soigneusement, afin d'éviter toute contamination par les échantillons testés précédemment.
- Verrouiller l'extrémité inférieure de la colonne et insérer à sa base un filtre en fibre de verre, ou en verre fritté, de diamètre de pores de 1,2 μ m. Introduire environ 200 g de sable de granulométrie comprise entre 63 μ m et 250 μ m. Compacter le sable de la façon décrite ci-après à propos de l'échantillon de sol. Introduire un filtre en fibre de verre de diamètre de pores de 1,2 μ m sur le substrat sablonneux.
- Introduire progressivement l'échantillon à étudier, en quantités égales et permettant à chaque étape de former une couche épaisse d'environ 2 à 3 cm.
- Introduire la dame décrite à la figure 4 jusqu'à la surface de l'échantillon, sans la laisser peser de tout son poids. Exercer deux à trois rotations pour répartir l'échantillon et pour obtenir une surface régulière. Laisser ensuite la dame peser de tout son poids et exercer à nouveau deux ou trois rotations.

Si la porosité ainsi obtenue (correspondant à une épaisseur d'échantillon calculée selon ¹) est trop faible, recommencer les opérations en retirant la charge de la dame. Si par contre la porosité est trop élevée, compacter l'échantillon en laissant tomber la charge de la dame autant de fois qu'il le faudra pour atteindre la porosité souhaitée. Appliquer le même nombre d'opérations de compactage aux couches suivantes, afin d'assurer une répartition homogène de la porosité sur toute la hauteur de la colonne.

- Ajouter environ 200 g du même sable que celui qui a été introduit à la base de la colonne et le compacter de la même façon que l'échantillon de sol.
- Insérer un disque perforé intercalaire.
- Obturer l'extrémité supérieure de la colonne.

III Exécution de la lixiviation²

L'exemple présenté ici a été élaboré pour tester 5 kg de matériau et pour collecter trois lixiviats successifs correspondant à des rapports cumulés eau-solide E / S = 0,25, 3 et 6.

Introduction de l'agent de lixiviation

1. Commencer par mettre en place l'échantillon un lundi matin vers 9 h, de sorte que le remplissage soit achevé le même jour.
2. Régler la pompe sur un débit de 2 ml/min, puis remplir la colonne avec de l'eau déminéralisée et désoxygénée.
3. Mesurer le débit après une quinzaine de minutes et après une heure environ (en chronométrant le temps nécessaire à l'aspiration d'un volume d'eau donné). Eventuellement utiliser un piège à bulles pour prévenir l'introduction d'oxygène dans la colonne.
4. Arrêter la pompe dès que l'agent de lixiviation atteint l'exutoire de la colonne. Si une certaine quantité s'est écoulée au-dehors, la considérer comme étant le début du premier lixiviat L1.
5. Laisser reposer la colonne pendant 12 à 15 heures.

¹ Elle est environ de 25 % dans les matériaux sableux et de 50 % dans les matériaux à dominante argileuse.

L'épaisseur h de la couche correspondant à la porosité absolue souhaitée peut être estimée au moyen de la formule suivante: $h = m(1-f) / 2,65 * S[1-P]$

où: m = masse d'échantillon introduite
f = degré d'humidité de l'échantillon
P = porosité souhaité
S = section de la colonne
2,65 = densité absolue des particules de l'échantillon (cette valeur peut être remplacée par la valeur réelle si celle-ci est connue)

² Les horaires de prélèvement, de mise en route de la lixiviation, etc., sont donnés à titre indicatif. Ils peuvent être adaptés aux exigences des différents laboratoires.

Phase de lixiviation

1. Régler la pompe sur 3,5 ml/min et la remettre en marche le mardi vers 9 h. Vérifier régulièrement le débit à partir de cet instant.
2. Prélever immédiatement la première fraction de 1,25 litres (L1; fin de l'échantillonnage de L1 le mardi vers 15 h; cet échantillon contient également les substances dissoutes lors du remplissage). Prélever le deuxième échantillon (L2) le vendredi vers 8 h 30, après le passage de 15 l de lixiviat au total, et la troisième fraction (L3) le lundi vers 8 h (après le passage de 30 l de lixiviat au total). Prendre note dans tous les cas de la quantité exacte prélevée.
3. A la fin du test de lixiviation, arrêter la pompe et couper l'introduction d'eau.

Fig. 2 Schéma de l'installation pour l'essai en colonne

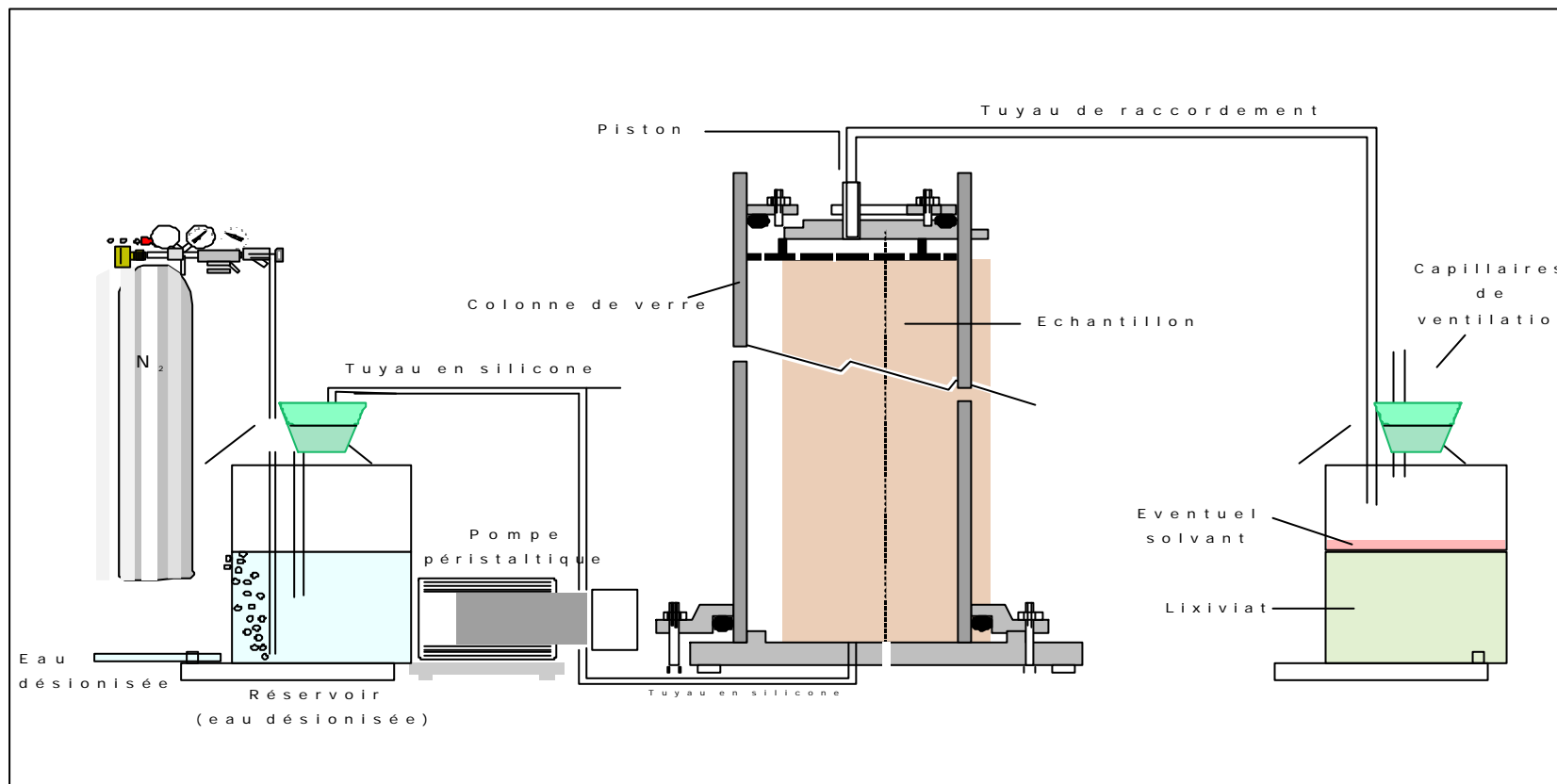


Fig. 3 Schéma de la colonne

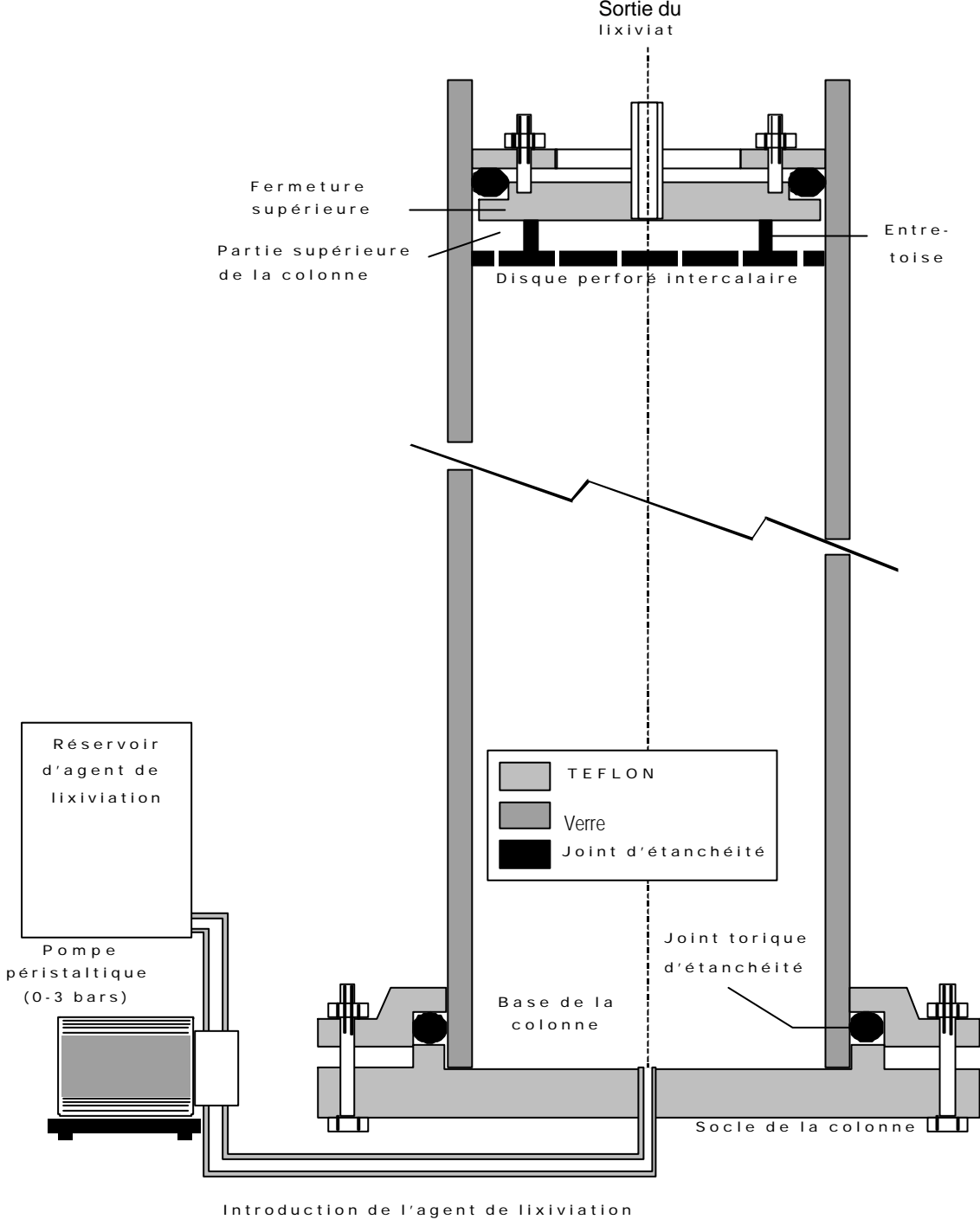


Fig. 4 Schéma de la dame utilisée pour le remplissage

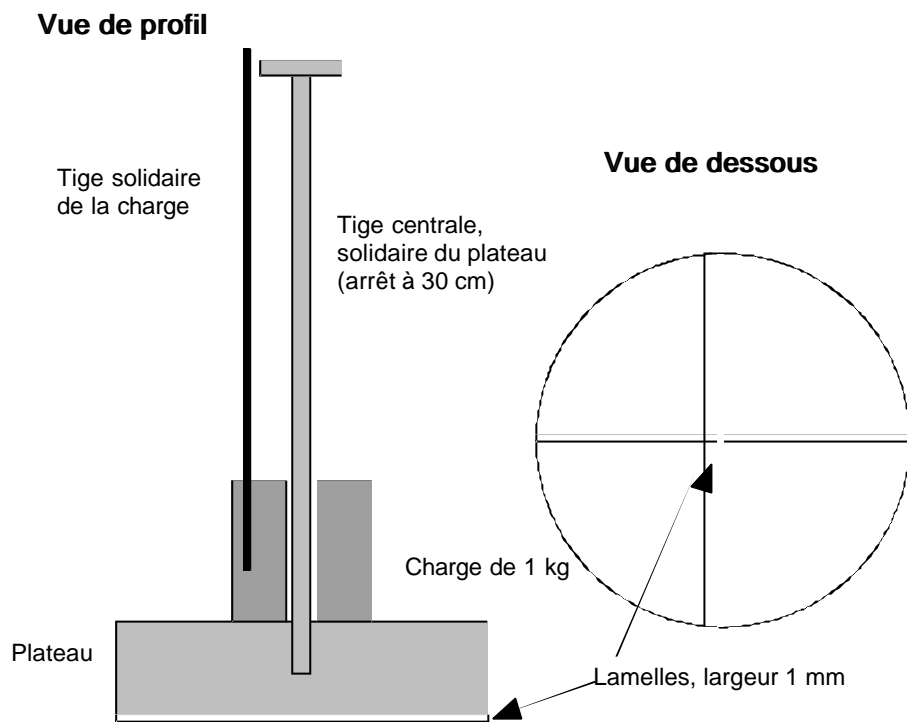
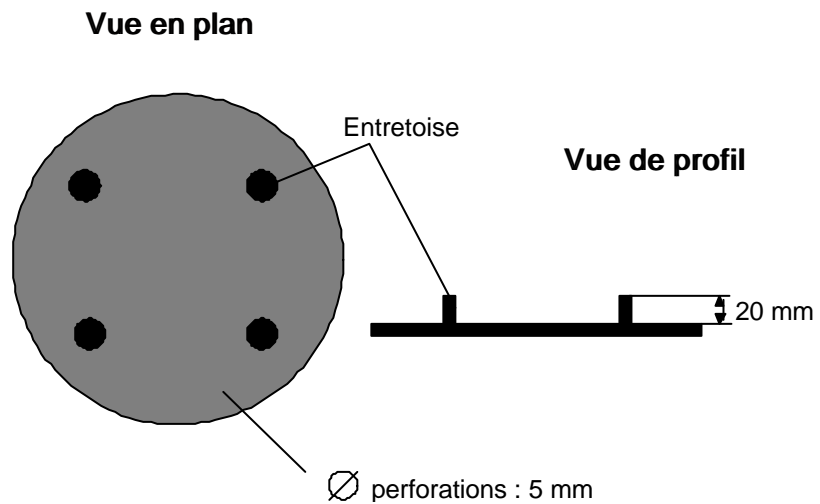


Fig. 5 Schéma du disque perforé intercalaire



Annexe II: Déduction mathématique de la teneur de l'eau de percolation en substances organiques, à partir des teneurs globales (test virtuel de lixiviation)

Bases du calcul

Un échantillon intact de sol ou de sous-sol représente un système à trois phases: il se compose de matériaux solides (roche minérale et petites quantités de matériaux organiques naturels), de l'eau interstitielle (ou eau de percolation) et de l'air contenu dans les pores. Un tel système quasi-stationnaire peut en général être assimilé à un système fermé, dans lequel un composé organique est toujours en équilibre thermodynamique avec les trois phases (principe de fugacité de Mackay). Ce principe ne s'applique toutefois que dans la mesure où ce composé organique est peu concentré et ne représente donc pas une phase à lui seul.

L'équilibre de répartition d'un composé organique entre les trois phases solide, eau interstitielle et air interstitiel dépend des propriétés physico-chimiques du composé et de la nature de la phase solide.

L'étude de la teneur globale d'un composé organique (C_t) dans un échantillon solide comprend habituellement une étape d'extraction au moyen d'un solvant organique ou d'eau. La fraction du composé dissoute dans l'eau interstitielle et sa fraction adsorbée sur la phase solide sont ainsi mises en solution. Le résultat de l'analyse d'un tel extrait permet de calculer la teneur globale du composé organique en question dans l'échantillon originel. Cette teneur globale est habituellement exprimée en mg/kg de substance sèche de l'échantillon solide. Cela signifie que c'est C_t et non pas C_s (teneur du composé dans la phase solide de l'échantillon solide) qui est normalement déterminée dans la pratique.

L'essai de lixiviation conçu pour les substances non volatiles dans l'OSites correspond pour l'essentiel à un système à deux phases. Dans la colonne saturée d'eau, la répartition des polluants a lieu pour la plus grande partie entre les phases solide et aqueuse. Comme l'influence de la phase gazeuse peut être considérée comme négligeable, il est possible d'estimer la teneur attendue du lixiviât en ne se basant que sur quelques paramètres.

Ci-dessous, nous décrivons tout d'abord le calcul complet de la teneur en substances organiques de l'eau de percolation dans un système à trois phases, avant d'en déduire la procédure nécessaire les estimations dans un système à deux phases solide et aqueuse.

La notation suivante est utilisée dans les calculs figurant ci-après:

- C_t Teneur globale du composé dans l'échantillon solide (mg/kg de substance sèche)
- C_s Teneur du composé dans la phase solide de l'échantillon solide (mg/kg de substance sèche)
- C_w Teneur du composé dans l'eau interstitielle de l'échantillon solide (mg/l)

| | |
|-------------|---|
| C_g | Teneur du composé dans l'air interstitiel de l'échantillon solide (mg/l) |
| M_t | Masse totale du composé dans l'échantillon solide (mg) |
| M_s | Masse du composé dans la phase solide de l'échantillon solide (mg) |
| M_w | Masse du composé dans l'eau interstitielle de l'échantillon solide (mg) |
| M_g | Masse du composé dans l'air interstitiel de l'échantillon solide (mg) |
| \times | Densité globale de l'échantillon solide se « bulk soil density ») (kg/l) |
| \times_w | Densité de l'eau interstitielle (kg/l) |
| \square_w | Fraction de la phase aqueuse dans le volume total de l'échantillon solide (-) |
| \square_g | Fraction de la phase gazeuse dans le volume total de l'échantillon solide (-) |
| K_d | Coefficient de répartition entre la phase aqueuse et la phase solide (l/kg) |
| K_{oc} | Coefficient de répartition du composé entre le carbone organique de la phase solide et de la phase aqueuse (l/kg) |
| f_{oc} | Fraction du carbone organique dans la phase solide (-) |
| H | Coefficient de répartition du composé entre la phase gazeuse et la phase aqueuse (coefficient de Henry) (-). |

Contraintes auxquelles est soumise l'estimation de la teneur en substances organiques de l'eau de percolation

L'estimation de la teneur en substances organiques de l'eau de percolation se fonde sur les contraintes suivantes:

- L'échantillon à analyser est homogène et représentatif. Sa teneur en polluants est constante sur toute la longueur de la colonne virtuelle. Sa matrice est homogène sur toute sa longueur, il n'y a donc pas de cheminement préférentiel de l'agent de lixiviation.
- Les composés organiques à doser ne sont ni transformés chimiquement ni dégradés biologiquement.
- Il ne se produit rien d'autre qu'une répartition physico-chimique du composé organique dans les trois phases du système (équilibre thermodynamique);
- L'équilibre s'installe instantanément et sans limitation cinétique.
- S'il y a plusieurs composés organiques, ils ne font l'objet d'aucune interaction.
- Les composés organiques sont disponibles en quantités illimitées.
- Les composés organiques sont transportés uniquement à l'état dissous, mais pas sous forme colloïdale ni sous forme de particules très fines.
- Il n'y a lieu de prendre en compte la température du système que dans la mesure où le coefficient de répartition air-eau (H) doit être choisi en fonction de la température

Calcul de la teneur en substances organiques de l'eau de percolation dans un système à trois phases

La masse totale d'un composé organique dans un échantillon solide (intact) s'élève à:

$$M_t = M_s + M_w + M_g \quad (1)$$

Les relations suivantes s'appliquent (sous réserve d'utilisation des unités mentionnées plus haut) à un échantillon solide homogène de volume donné (p. ex. 1 l):

$$M_s = C_s \times X \quad (2)$$

$$M_w = C_w \times \rho_w \quad (3)$$

$$M_g = C_g \times \rho_g \quad (4)$$

$$C_t = M_t / X \quad (5)$$

En introduisant (2) à (4) et l'équation (5) transformée dans (1), on obtient:

$$C_t = (C_s \times X + C_w \times \rho_w + C_g \times \rho_g) / X \quad (6)$$

A l'équilibre, il y a en outre une relation linéaire simple entre la phase solide et la phase aqueuse:

$$K_d = K_{oc} \times f_{oc} = C_s / C_w \quad (7)$$

et entre la phase gazeuse et la phase aqueuse:

$$H = C_g / C_w \quad (8)$$

Les équations (6), (7) et (8) permettent de décrire complètement un système de sol stationnaire, saturé ou non en eau, en se basant uniquement sur une teneur déterminée au t , C_w ou C_g). Il est donc également possible en fin de compte d'estimer la teneur potentielle, sous diverses conditions naturelles, d'un composé organique présent dans l'eau interstitielle ou dans l'eau de percolation.

Les paramètres X , ρ_w , ρ_g et f_{oc} représentent des propriétés du sous-sol ou de l'échantillon solide. Ils peuvent être déterminés analytiquement, mais sont en général estimés sur la base de valeurs empiriques.

Les paramètres H et K_{oc} représentent des propriétés du composé organique en question. Pour la plupart des composés organiques, ces valeurs figurent dans les ouvrages $_{oc}$ peut être estimé si nécessaire en recourant à ses corrélations avec le K_{ow} (coefficient de répartition octanol-eau).

La modélisation de la concentration (dépendante du temps) des lixiviats obtenus dans un essai en colonne est basée sur l'équation unidimensionnelle d'advection-dispersion. On admet donc que la répartition de la substance entre la phase solide et la phase aqueuse correspond en tout point de la colonne aux conditions locales d'équilibre thermodynamique et qu'elle peut être décrite par l'équation (7).

Estimation de la concentration de substances organiques dans l'eau de percolation pour un système à deux phases solide et aqueuse

En introduisant $\rho_g = 0$ dans l'équation (6), on obtient:

$$C_w = C_t / (K_d + \rho_w / X) \quad (9)$$

ou exprimé avec d'autres paramètres:

$$C_w = C_t / (K_d + L/S \cdot 1 / X_w) \quad (10)$$

Conformément à l'équation (10), la concentration de substances organiques de l'eau de percolation dans le lixiviat de l'essai en colonne peut être déterminée en se basant uniquement sur la teneur totale de la substance en question dans l'échantillon et sur le coefficient K_d de répartition entre la phase aqueuse et la phase solide ainsi que le rapport L/S correspondant. Après avoir obtenu des estimations sur la base de ces hypothèses, il convient d'examiner au moyen d'un test de plausibilité si le résultat trouvé dépasse le niveau de solubilité théorique dans l'eau de la substance examinée. Dans ce cas, il faut partir de l'idée que la substance examinée dans le lixiviat d'un essai effectué en laboratoire serait présente dans une concentration (maximale) correspondant à sa

Annexe III: Bibliographie

- Loi fédérale du 7 octobre 1983 sur la protection de l'environnement (LPE; RS 814.01).
- Loi fédérale du 24 janvier 1991 sur la protection des eaux (LEaux; RS 814.20).
- Ordonnance du 26 août 1998 sur l'assainissement des sites pollués par des déchets (ordonnance sur les sites contaminés, OSites; RS 814.680).
- Ordonnance du 1^{er} juillet 1998 sur les atteintes portées au sol (OSol; RS 814.12).
- Ordonnance du 28 octobre 1998 sur la protection des eaux (OEaux; RS 814.201).
- Concept de gestion des sites contaminés pour la Suisse (OFEFP; Cahier de 220, 1994).
- Méthodes d'analyse d'échantillons solides ou aqueux provenant de sites contaminés et de matériaux d'excavation (OFEFP; L'environnement pratique, 2000).
- Directive pour la valorisation, le traitement et le stockage des matériaux d'excavation et déblais (Directive sur les matériaux d'excavation) (OFEFP; L'environnement pratique, juin 1999).
- Application de tests écotoxicologiques à des lixiviats de sites pollués (OFEFP; L'environnement pratique, 2000).
- Elaboration du cahier des charges pour l'investigation technique des sites pollués (OFEFP; L'environnement pratique, 2000).