

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À
L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

COMME EXIGENCE PARTIELLE
À L'OBTENTION DE LA
MAÎTRISE EN GÉNIE DE L'ENVIRONNEMENT
M.Ing.

PAR
Mirela SONA

IDENTIFICATION DES FACTEURS GRANULOCHIMIQUES INFLUENÇANT LA
MESURE DE LA CONCENTRATION DES MÉTAUX DANS LES SOLS
ANTHROPIQUES URBAINS

MONTRÉAL, LE 22 AOÛT 2011

©Tous droits réservés, Mirela Sona, 2011

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Jean-Sébastien Dubé, ing. Ph.D, directeur de mémoire
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Frédéric Monette, ing. Ph.D, président du jury
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Yannic Éthier, ing. Ph.D, membre du jury
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

ELLE A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 27 JUILLET 2011

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Je tiens d'abord à témoigner toute ma reconnaissance envers le professeur Jean-Sébastien Dubé, mon directeur de mémoire, pour m'avoir offert l'encadrement et le support matériel et financier nécessaires afin de mener ce projet de maîtrise à terme, pour m'avoir confié la clé de la recherche, ainsi que pour ses conseils scientifiques précis et compétents.

Je suis aussi reconnaissante envers Jean-Philippe Boudreault pour sa collaboration, son soutien scientifique, son aide et ses encouragements.

Mes remerciements vont aussi au CRSNG et au Groupe Qualitas, pour le support financier.

Je remercie également M. Frédéric Monette, ing. Ph.D., pour avoir accepté d'être président du jury ainsi qu'à M. Yannic Éthier, ing., Ph. D., pour avoir accepté faire partie du jury.

Je remercie Mathias Glaus pour sa disponibilité et ses réponses éclairées à mes questions.

Je ne peux pas exprimer toute ma gratitude et mon affection envers mon mari Daniel, pour son support moral sincère pendant mes études et surtout pour sa compréhension et sa patience.

Merci à mes collègues de la Station Expérimentale pour des Projets dans l'Environnement (STEPPE) avec qui j'ai tissé des liens de vie inoubliables.

Enfin, avec toute mon affection, je dédie ce mémoire à Radu et Sandra-Maria, dans l'ordre de leur apparition dans ma vie et à la mémoire de ma mère.

IDENTIFICATION DES FACTEURS GRANULOCHEMISTIQUES INFLUENÇANT LA MESURE DE LA CONCENTRATION DES MÉTAUX DANS LES SOLS ANTHROPIQUES URBAINS

Mirela SONA

RÉSUMÉ

La réhabilitation des sites urbains est une tâche difficile pour les gestionnaires en environnement, car les sols anthropiques urbains sont caractérisés par une hétérogénéité physique et chimique considérable due à la présence de débris de construction (béton, briques, métal, plastique, *etc.*) et aussi de résidus industriels (mâchefers, scories, *etc.*). La contamination de ces sols en éléments traces métalliques contenus dans ces résidus est courante.

Les concentrations en éléments traces sont contrôlées par les tailles des particules des sols. Pour cette étude, les échantillons de sol ont été séparés en sept classes granulométriques de 150 µm à 10 mm et analysés selon la méthode conventionnelle d'échantillonnage et aussi d'après celle alternative de la théorie d'échantillonnage de Gy. En outre, des matériaux de remblai ont été étudiés. Les concentrations totales de Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb et Zn ont été déterminées pour chaque fraction. Les pondérations massiques des contaminants dans la masse totale de l'échantillon ont été identifiées.

Des concentrations élevées en Cd ont été observées dans les fractions les plus grossières (10 mm à 3,35 mm) et aussi dans les matériaux de construction. Concernant la pondération massique de contaminant dans la masse de sol, 40 - 60 % de la masse de contaminant est concentrée dans la fraction (10 mm à 2 mm) pour les deux méthodes d'échantillonnage en laboratoire. L'analyse granulométrique a permis de déterminer les concentrations pondérées pour les deux méthodes d'échantillonnage, qui représentent les vraies concentrations, étant donné qu'elles sont en fonction de l'apport massique de chaque fraction analysée.

Mots clés: échantillonnage, sols anthropiques, granulochimie, éléments traces métalliques.

**IDENTIFICATION DES FACTEURS GRANULOCHEMIQUES
INFLUENÇANT LA MESURE DE LA CONCENTRATION DES MÉTAUX
DANS LES SOLS ANTHROPIQUES URBAINS**

Mirela SONA

ABSTRACT

The remediation of urban sites is a heavy charge for the managers in environment because the urban anthropogenic soils are characterized of a considerably strong heterogeneity physical and chemical due to the presence of remains of construction (concrete, bricks, metal, plastic, *etc.*) and also industrial wastes (clinker, slag, *etc.*). The contamination in metal traces elements in these circumstances is therefore inevitable.

The concentrations in elements traces are controlled by the soil sizes particles. In this study, the soil samples were separate in seven particle-size ranges: from 150 μm to 10 mm and analyzed according to the conventional method of sampling and also in correspondence with Gy's alternative theory of sampling. Moreover, concrete, bricks slag, gravel were studied. The total concentrations, of Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb and Zn were given for each fraction.

The mass loading of trace metals in a given grain size fraction was identified. High concentrations of Cd were observed in the coarsest fractions (from 10 mm to 3,35 mm) and also in building materials. More than 40-60% of the concentrations of all studied traces metals are contributed by coarse fraction (10 mm to 2 mm) for both sampling procedures in laboratory. Particle size analysis has permitted to find metals concentrations in an individual grain size fraction for two sampling methods, which represent true concentrations, since they are based on mass loading of each fraction analyzed.

Key words: sampling, urban anthropogenic soils (brownfields), particle size chemistry, trace metals.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 PROBLEMATIQUE DE SOLS ANTHROPIQUES URBAINS.....	5
CHAPITRE 2 NOTIONS SUR L'ÉCHANTILLONNAGE REPRÉSENTATIF DES SOLS ANTHROPIQUES CONTAMINÉS À DES FINS D'ANALYSE DES ÉLÉMENTS TRACES MÉTALLIQUES.....	10
2.1 Caractéristiques générales des sols naturels et anthropiques.....	10
2.2 Les ÉTM dans sols naturels et anthropiques	12
2.3 Mesure de la CTE en ÉTM.....	15
2.4 Échantillonnage conventionnel des SAU	16
2.5 Théorie d'échantillonnage des matériaux morcelés	17
2.5.1 Définition de la représentativité.....	18
2.5.2 Erreurs d'échantillonnage	21
2.5.2.1 L'erreur fondamentale (EF).....	21
2.5.2.2 L'erreur de ségrégation et groupement (ESG).....	22
2.5.2.3 Les erreurs de délimitation et d'extraction d'incrément (ED et EE).....	25
2.5.2.4 L'erreur de préparation (EP).....	27
2.5.3 Pratique de l'échantillonnage des matériaux morcelés	28
2.5.3.1 Échantillonnage de terrain	28
2.5.3.2 Échantillonnage de laboratoire.....	30
2.5.3.3 Méthode d'échantillonnage des sols contaminés de Boudreault et al. (2009)	31
2.6 Synthèse des problèmes de l'échantillonnage conventionnel par grappillage et hypothèses de travail.....	32
CHAPITRE 3 MATÉRIEL ET MÉTHODE	36
Structure méthodologique de l'étude	36
3.1 Généralités sur les échantillons de SAU et la méthode analytique pour la mesure des concentrations en ÉTM	36
3.2 Granulochimie des ÉTM et analyse statistique-fractions granulométriques	40
3.3 Comparaison entre les méthodes d'échantillonnage.....	45
3.4 Distribution des ÉTM dans les constituants anthropiques de SAU	49
3.5 Méthode quantitative – Test de Kruskal-Wallis	50
CHAPITRE 4 RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS	52
4.1 Distribution granulométrique et degré d'étalement.....	52
4.2 Granulochimie des ÉTM dans les échantillons de SAU.....	55
4.2.1 Répartition des ÉTM parmi les fractions granulométriques tamisées	55
4.2.2 Influence du broyage sur la CTE en ÉTM mesurée dans les fractions granulométriques de sol	58

4.3	Distribution des ÉTM dans des matériaux de remblai (briques, mâchefer, béton, pierre concassée).....	63
4.4	Comparaison entre les méthodes d'échantillonnage alternative et conventionnelle.....	64
4.4.1	Analyse des CTE obtenues par l'application des deux méthodes d'échantillonnage.....	65
4.4.2	Analyse des CTE pondérées obtenues par l'application des deux méthodes d'échantillonnage.....	68
	CONCLUSION.....	72
	Originalité et contribution scientifique.....	75
	RECOMMANDATIONS.....	76
	ANNEXE I LE SOL NATUREL, LE SOL ANTHROPIQUE URBAIN, LES ORIGINES DES ÉTM DANS LES SOLS ET LEUR TOXICITÉ.....	77
	ANNEXE II MÉTHODOLOGIE.....	82
	ANNEXE III DISTRIBUTION DES ÉTM DANS LES FRACTIONS GRANULOMÉTRIQUES DE SOL TAMISÉS.....	87
	ANNEXE IV DISTRIBUTION DES ÉTM PAR FRACTION GRANULOMÉTRIQUE DANS LA MASSE TOTALE DES ÉCHANTILLONS.....	111
	ANNEXE V CONCENTRATIONS TOTALES ET PONDÉRÉES EN ÉTM PAR SECTEUR D'ÉCHANTILLONNAGE.....	115
	ANNEXE VI MATÉRIAUX DE REMBLAI ANTHROPIQUE URBAIN.....	137
	BIBLIOGRAPHIE.....	141

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 2.1 Concentrations moyennes des ÉTM dans les sols du Québec et dans la croûte terrestre	14
Tableau 3.1 Classes granulométriques de sol soumises aux analyses	42
Tableau 3.2 Classification de sols	44
Tableau 4.1 Paramètres granulométriques	54
Tableau 4.2 Description des échantillons	54
Tableau 4.3 Analyse des CTE médianes des fractions granulométriques	56
Tableau 4.4 Analyse des CTE médianes pondérées des fractions granulométriques	57
Tableau 4.5 Analyse des CTE médianes des échantillons broyés et non-broyés	59
Tableau 4.6 Analyse des CTE médianes pondérées des fractions granulométriques des échantillons tamisées et des échantillons tamisés et broyés.....	61
Tableau 4.7 Analyse de l'effet du broyage sur les variances médianes des CTE.....	62
Tableau 4.8 Comparaison des CTE et des variances médianes des méthodes d'échantillonnage	67
Tableau 4.9 Comparaison des CTE pondérées médianes entre les deux méthodes d'échantillonnage	68
Tableau 4.10 Comparaison des CTE médianes des méthodes d'échantillonnage en laboratoire et des CTE médianes de référence	70

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 2.1 Ségrégation et groupement	23
Figure 2.2 Erreur de ségrégation et groupement lors de l'échantillonnage	23
Figure 2.3 Extraction d'un incrément d'une pile linéaire	26
Figure 2.4 Échantillonnage d'une pile.....	29
Figure 2.5 Outils pour la délimitation correcte d'incréments.....	30
Figure 3.1 Structure méthodologique de l'étude	36
Figure 3.2 Localisation des stations d'échantillonnage et des points de contrôle.....	37
Figure 3.3 Schéma d'échantillonnage et d'analyse de SAU	39
Figure 3.4 Méthode d'analyse des distributions des ÉTM dans différentes fractions granulométriques de SAU	41
Figure 3.5 Méthode de comparaison échantillonnage alternatif- échantillonnage conventionnel	46
Figure 3.6 Schéma d'échantillonnage alternatif en laboratoire.....	47
Figure 3.7 Comparaison entre les méthodes d'échantillonnage.....	49
Figure 4.1 Courbes granulométriques.....	53

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

ÉTM	Élément trace métallique
SAU	Sol anthropique urbain
CEAEQ	Centre d'expertise en analyse environnementale
MDDEP	Ministère du Développement Durable de l'Environnement et des Parcs
TEMM	Théorie de l'échantillonnage des matériaux morcelés
USEPA	United States Environmental Protection Agency
ASTM	American Society for Testing and Materials
ICP-AES	Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry
CTE	Concentration totale extractible
CP	Concentration pondérée
Cu	Coefficient d'uniformité
Cc	Coefficient de courbure
D ₁₀	Diamètre de grains (mm) correspondant à 10 % de passant
D ₃₀	Diamètre de grains (mm) correspondant à 30 % de passant
D ₅₀	Diamètre de grains (mm) correspondant à 50 % de passant
D ₆₀	Diamètre de grains (mm) correspondant à 60 % de passant
\bar{x}	Moyenne
%Diff	Différence relative
s ²	Variance
s	Écart type
R	Retenu
ppm	Parties par million
SR	Séparateur rotatif
HAM	Hydrocarbures aromatiques monocycliques
HAP	Hydrocarbures aromatiques polycycliques

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

Masse

t	tonne (=10 ³ kg)
kg	kilogramme
g	gramme (=10 ⁻³ kg)
mg	milligramme (=10 ⁻⁶ kg)

Longueur

m	mètre
mm	millimètre (=10 ⁻³ m)
µm	micromètre (=10 ⁻⁶ m)

Aire

m ²	mètre carré (=10 ² m)
----------------	----------------------------------

Volume

L	litre (=1 dm ³)
mL	millilitre (=1 cm ³)

Concentration

ppm	partie par million (=1 mg /1 kg)
-----	----------------------------------

Température

°C	degré Celsius
----	---------------

Temps

h	heure
min	minute
s	seconde

INTRODUCTION

Le sol est une ressource naturelle fondamentale puisqu'il est à la base des activités domestiques, agricoles, industrielles et urbaines (Morel *et al.* 2005). Il est la source des minéraux, des oligo-éléments et de l'eau nécessaires à la survie des espèces humaine, végétales et animales. Fonctionnant comme zone tampon entre l'atmosphère et la nappe phréatique, le sol peut devenir en même temps un récepteur et un distributeur d'importantes quantités de polluants vers les deux milieux mentionnés dépendamment des conditions physico-chimiques qui y prévalent (Trébord, 2002).

Toutefois, le développement économique et les activités industrielles ont entraîné et entraînent toujours l'altération des sols. L'augmentation des rejets et de l'enfouissement ont comme conséquence le déséquilibre biophysicochimique du sol par l'accumulation de polluants organiques et inorganiques.

Contrairement aux contaminants organiques, dont plusieurs ont le potentiel d'être éliminés par biodégradation, la plupart des contaminants inorganiques, particulièrement les éléments traces métalliques (ÉTM), s'accumulent dans le sol. Les ÉTM sont très liés aux sources anthropiques (activités humaines). Malgré le fait que certains constituent des oligo-éléments nécessaires au métabolisme des organismes vivants, à de fortes concentrations ils deviennent toxiques et peuvent contaminer la chaîne alimentaire et le milieu naturel, ce qui constitue un risque pour la santé humaine (Tableau 0.1) (Semlali *et al.* 2002; Reichl *et al.* 2004).

Beaucoup de sites ne peuvent pas être utilisés à cause d'une contamination trop grande et ce, malgré le fait qu'ils soient avantageusement situés dans des zones urbaines à fort potentiel de redéveloppement. Le Ministère du Développement Durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec (MDDEP) inventorierait en 2005 un total de 6240 terrains contaminés dans la province, ce qui représentait un volume d'environ 3,1 millions de mètres cubes de sols contaminés. La majorité de ces sites était localisée au cœur ou à proximité des principaux

centres urbains. Par exemple, près de la moitié des sites était localisée à Montréal et en Montérégie (MDDEP, 2005).

Tableau 0.1 Toxicité et demi-vie biologique des ÉTM
Adapté de Reichl et al. (2004)

ÉTM	Demi-vie biologique	Toxicité
Cd	20 - 30 ans dans le rein 30 jours dans le sang	Polluant prioritaire. Intoxication aigue : nausée, vomissements, diarrhée, maux de tête, douleurs abdominales. Intoxication chronique : accumulation dans les reins et dans le foie.
Co	2-15 ans	Endommagement des poumons, dermatites de contact
Cr	1-2 ans	Cr ⁶⁺ cancérigène, corrosive pour la peau, précipite les protéines des tissus, irritation des poumons, perforation du septum nasal.
Cu	13-133 jours	L'inhalation des poussières cause des perforations nasales, toux, fièvre, douleurs musculaires.
Mn	15-20 jours	L'inhalation chronique cause manganisme et affecte le système nerveux central.
Ni	2-4 ans	Dermatites et eczémas de contact. L'ingestion cause hyperglycémie et dépressions. Par inhalation risque de cancer de poumons et des sinus.
Pb	20-30 jours dans le sang 40-60 jours dans les reins, la moelle, le cerveau, le foie 2-10 ans dans les os	Effets aigus: maux de tête, vomissements, ataxie, hallucinations, convulsions. Effets chroniques : endommagement permanent de cerveau des enfants, anémie, perte de poids et de mémoire.
Zn	2-3 ans	En fonction de la spéciation, peut causer des dermatites, conjonctivites, malaises gastro-intestinales.

Pour une meilleure gestion des terrains contaminés, le MDDEP a établi des critères génériques selon lesquels le niveau de contamination est évalué ainsi que les actions nécessaires en fonction de l'utilisation ultérieure du terrain. Leurs valeurs se trouvent aux annexes I et II du *Règlement sur la protection et la réhabilitation des terrains* (Gouvernement du Québec, 2003), de même qu'à l'annexe I du *Règlement sur*

l'enfouissement des sols contaminés (Gouvernement du Québec, 2001). Ces valeurs représentent ainsi des normes légales indiquant les concentrations maximales en ÉTM admissibles dans les sols. Donc, la détermination des concentrations en ÉTM contenues dans un sol représente la première étape de l'évaluation de sa contamination.

Puisque le degré de contamination d'un site ainsi que la conformité de sa réhabilitation seront, dans une majorité de cas, établis à l'aide de ces critères génériques légaux, ces derniers deviennent le principal outil de gestion des sites contaminés. Alors, la plupart des décisions quant au mode de réhabilitation d'un site sont basées sur la caractérisation générique du degré de contamination. La mesure des concentrations de contaminants dans les sols doit faire l'objet d'une attention particulière, car toute incertitude sur cette mesure se répercutera ensuite sur le processus décisionnel, le financement du projet et ultimement sur la responsabilité des parties prenantes de la réhabilitation.

L'objectif générale est d'établir si les principes et les techniques de la théorie d'échantillonnage des matériaux morcelés (TEMM) permettent de développer une méthode d'échantillonnage plus représentative que l'approche conventionnelle basée sur le grappillage de la fraction fine. Dans ce contexte, il importe d'étudier également les facteurs granulochimiques qui influence la mesure des concentrations en ÉTM, notamment la contribution de la fraction grossière des sols anthropiques urbains à la contamination en ÉTM de ces sols, ainsi que l'influence du broyage (en vue d'homogénéiser les échantillons de SAU) sur la mesure des concentrations ainsi que sa variabilité.

L'organisation de ce mémoire est :

Introduction :	Contexte, objectif général
Chapitre 1 :	Problématique de sols anthropiques urbains
Chapitre 2:	Revue bibliographique, hypothèses et objectifs de travail
Chapitre 3 :	Méthodologie, description des procédures analytiques et instrumentales
Chapitre 4 :	L'ensemble des résultats obtenus, interprétation, discussion

Conclusion : Sommaire des résultats, conclusion de l'étude, indications sur les prochaines recherches, originalité et contribution scientifique

Annexes.

CHAPITRE 1

PROBLEMATIQUE DE SOLS ANTHROPIQUES URBAINS

Comme il a été mentionné en introduction, la mesure des concentrations de contaminants dans les sols et surtout l'échantillonnage sur lequel elle repose sont peu encadrés dans les guides de pratique et les normes disponibles au Québec, mais également ailleurs dans le monde (ex. : MDDEP, 2003). Il y est couramment mentionné que pour assurer une mesure adéquate des concentrations, les échantillons de sol prélevés doivent être représentatifs. Cette notion de représentativité est systématiquement laissée qualitative. Aucune ligne directrice claire n'est fournie quant à la manière de prélever des échantillons représentatifs et quant aux relations pouvant exister entre les méthodes d'échantillonnage et la représentativité des mesures de concentration. Par ailleurs, aucune ligne directrice n'est fournie quant à la manière de réduire d'une façon représentative la masse d'un échantillon de terrain à des fins d'analyse chimique. Pourtant, ce processus de réduction de masse est d'une importance cruciale puisqu'il doit produire un échantillon analytique d'au plus quelques grammes et qui devra représenter la concentration d'une unité de terrain comprenant plusieurs milliers de kilogrammes.

Cette absence de lignes directrices sur l'échantillonnage des sols contaminés à des fins analytiques a conduit à l'utilisation généralisée du grappillage comme mode de prélèvement des échantillons, que ce soit sur le terrain ou au laboratoire. Il s'agit d'un prélèvement au hasard¹ en ce qu'il consiste à prendre les échantillons de sol aux endroits aisément accessibles (ex. dessus d'une pile de sol, surface d'une paroi, dessus d'un pot d'échantillonnage). Le grappillage est donc nonprobabiliste, en ce sens qu'il ne permet pas à que chaque élément constitutif du sol contaminé d'avoir une probabilité identique d'être prélevé et donc, d'être présent dans l'échantillon en une proportion identique à celle sur le

¹ Ne pas confondre avec un échantillonnage aléatoire, lequel est probabiliste.

terrain. Par ailleurs, le nombre d'incrémentes prélevés pour constituer un échantillon est souvent insuffisant et varie d'un préleveur à un autre. Également, les outils utilisés pour le prélèvement sont généralement inadéquats et tout aussi variables. Ainsi, le grappillage du sol a de fortes chances de produire des échantillons² qui généreront des mesures de concentrations susceptibles d'être biaisées et très variables (Myers, 1997).

L'utilisation du grappillage et l'absence de notions théoriques et pratiques permettant de prendre en compte la représentativité de l'échantillonnage et de la contrôler font que seule la variabilité des mesures de concentrations (c.-à-d. la variabilité analytique) est considérée lors de l'évaluation de la qualité des mesures de concentrations. Pourtant, il existe une théorie de l'échantillonnage des matériaux morcelés (TEMM) qui définit non seulement la notion de représentativité de manière quantitative, mais également les pratiques correctes d'échantillonnage permettant d'accroître cette représentativité (Pitard, 1993). Aussi, la TEMM introduit la notion d'erreur d'échantillonnage et en définit les sources. Or, la TEMM a été développée dans le domaine minier et elle n'a été appliquée à l'échantillonnage des sols contaminés que récemment et surtout dans un cadre académique (Gerlach et Nocerino, 2003; Gustavsson *et al.* 2006; Boudreault *et al.* 2009). La TEMM doit encore être validée pour l'échantillonnage des sols contaminés, mais les premières études disponibles ont démontré son potentiel pour quantifier la variabilité des mesures de concentrations attribuables à l'échantillonnage et à la contrôler (Gustavsson *et al.* 2006; Boudreault *et al.* 2009). Il a notamment été démontré que plus de 90 % de la perte de représentativité des mesures de concentrations est attribuables aux erreurs d'échantillonnage et moins de 5 % aux erreurs analytiques (Boudreault *et al.* 2009). Ainsi, dans la pratique actuelle de la caractérisation des sites contaminés, seulement une fraction de l'incertitude inhérente aux mesures de

² Suivant une terminologie plus rigoureuse, on dira que le matériel prélevé par grappillage représente un spécimen et non un échantillon, lequel est un terme réservé au résultat d'un échantillonnage probabiliste correct (voir chapitre 2). Un spécimen n'est représentatif que de lui-même et il est risqué de l'utiliser pour tirer toute conclusion sur les caractéristiques du sol duquel il a été obtenu. Cependant, pour l'ensemble de ce travail, le terme « échantillon » sera conservé pour tout matériel prélevé et ce, afin de respecter l'utilisation couramment répandue de ce terme.

concentrations est actuellement considérée. De plus, la notion de biais associé à ces mesures est inexistante.

L'absence de l'utilisation de la TEMM en caractérisation des sites contaminés est particulièrement dommageable en milieu urbain où la plupart des sites sont constitués de remblais de matières résiduelles et de divers débris contaminés. Ces sols anthropiques urbains (SAU) possèdent une très grande hétérogénéité physico-chimique spatiale qui complique grandement l'obtention d'échantillons représentatifs et le traitement de ces sols (Pavao-Zuckerman, 2008).

Les processus affectant le comportement et le devenir des contaminants dans ces sols sont peu connus, notamment parce qu'il ne s'agit pas de sols naturels contaminés par des polluants exogènes. En fait, les SAU sont constitués à même divers matériaux contaminés, la plupart n'ayant pas les caractéristiques physico-chimiques et minéralogiques des éléments d'un sol naturel (Craul, 1985; El Khalil *et al.* 2008; Schwartz, 2008). Ainsi, les hypothèses classiques sur la distribution des contaminants dans les sols, comme que les contaminants sont principalement retrouvés dans la fraction fine, doivent être vérifiées dans les SAU. Par exemple, dans les analyses de sols contaminés, la partie grossière, c.-à-d. dont les particules ont une dimension plus grande que 2 mm, est systématiquement négligée, car l'hypothèse est posée que ce sont principalement les particules fines qui favorisent l'accumulation des ÉTM et qu'elles sont le principal vecteur de contact entre les contaminants et un récepteur sensible. Notamment, le *Guide de caractérisation des terrains* (MDDEP - Cahier 5, 2003) mentionne spécifiquement de prélever la fraction fine du sol pour l'analyse. Or, déterminer les concentrations totales en ÉTM dans les SAU en utilisant seulement la partie fine de l'échantillon pourrait engendrer un biais d'échantillonnage puisque dans ces sols, la partie grossière est d'une part, souvent importante et d'autre part, constituée de matériaux anthropiques eux-mêmes potentiellement contaminés.

Un autre exemple d'application possiblement erronée des hypothèses conventionnelles sur la distribution des ÉTM dans les sols naturels est que le broyage des sols avant l'analyse dilue

l'analyte par une production d'un grand nombre de particules non contaminées à partir des particules grossières. Le broyage est notamment non recommandé dans les guides de pratique actuels en échantillonnage des sols contaminés (MDDEP - *Cahier 8*, 2008). Par contre, de récents travaux indiquent qu'il s'agit d'une technique efficace pour améliorer la représentativité des analyses chimiques sur des matériaux morcelés (Boudreault *et al.* 2009). Cependant, dans un SAU, les ÉTM sont souvent endogènes aux particules de solides, qu'elles soient grossières ou fines. Ainsi, l'utilisation du broyage pourrait ne pas avoir l'effet de dilution suspecté sur la base des connaissances sur les sols naturels, mais il serait en mesure de conduire à une meilleure estimation du contenu total en contaminants.

Le fait que les contaminants soient endogènes aux SAU ainsi que leur très grande hétérogénéité granulométrique (c.-à-d. débris métriques aux fines particules micrométriques) font que la sélection représentative des fractions granulométriques à échantillonner est une tâche nécessaire, mais difficile sans le recours aux principes de la TEMM. Les méthodes d'échantillonnage conventionnelles ne peuvent pas être utilisées dans le cas des sols urbains sans introduire des erreurs à cause de l'hétérogénéité de constitution de ces sols (Gerlach *et al.* 2002; Dubé *et al.* 2008; Boudreault *et al.* 2009). Les risques encourus par l'utilisation conventionnelle du grappillage pour l'échantillonnage des SAU sont d'autant plus grands que cette technique force davantage le prélèvement nonprobabiliste dans les SAU, car les outils couramment utilisés dans la pratique sont inappropriés pour l'échantillonnage d'une gamme étendue de fraction granulométriques.

Ainsi, afin de quantifier l'ensemble de l'incertitude générée par les erreurs d'échantillonnage et analytiques et de contrôler cette incertitude, il importe d'abord d'étudier comment l'échantillonnage influence la représentativité des mesures de concentrations. Donc, il est nécessaire d'étudier l'application de la TEMM à l'échantillonnage des sols contaminés, particulièrement les SAU. Pour ce faire, il faut également comprendre comment les ÉTM sont distribués parmi les éléments constitutifs du sol et ce, plus particulièrement en ce qui concerne la composition des SAU et la granulochimie des contaminants qu'ils contiennent. Il est bien connu que la répartition des ÉTM dans le sol est en fonction de la taille des

particules, de la composition du matériel parent, du pH et de la présence de la matière organique, mais la distribution géochimique de ceux-ci dans un milieu artificiel reste encore peu connue.

CHAPITRE 2

NOTIONS SUR L'ÉCHANTILLONNAGE REPRÉSENTATIF DES SOLS ANTHROPIQUES CONTAMINÉS À DES FINS D'ANALYSE DES ÉLÉMENTS TRACES MÉTALLIQUES

Le présent travail se concentre principalement sur les éléments traces métalliques (ÉTM) et l'étude de certains facteurs influençant la mesure de leur concentration totale extractible (CTE) dans les sols anthropiques urbains (SAU). Il s'agit d'un choix opérationnel de ne pas traiter des contaminants organiques, bien que ces derniers soient également présents dans ces sols et qu'ils constituent également un sujet d'étude important.

Par ailleurs, comme la mesure de la CTE est une mesure globale de la teneur en ÉTM d'un sol, elle ne constitue pas une mesure de la mobilité du ou des ÉTM mesurés. Puisque la notion de mobilité des ÉTM n'est pas au cœur du présent travail, les mécanismes de rétention et de relargage des ÉTM dans les sols seront simplement survolés dans les prochaines sections.

Aussi, une attention particulière sera accordée aux principales distinctions entre les sols naturels et anthropiques urbains ainsi qu'aux principes de la Théorie d'échantillonnage des matériaux morcelés (TEMM) qui couvrent l'échantillonnage des sols en vue de la mesure de la CTE.

2.1 Caractéristiques générales des sols naturels et anthropiques

Le sol agit comme lien entre l'atmosphère, l'hydrosphère, la lithosphère et la biosphère (Harrison, 1999). Ce système central très complexe, et en même temps très sensible à la pollution, a une importance majeure dans l'équilibre des écosystèmes. Le schéma d'interaction entre les quatre systèmes est présenté dans la figure-A I-1 (Chestworth, 2008). Les propriétés physico-chimiques et biologiques du sol jouent un rôle majeur dans le

transport et le devenir des polluants dans l'environnement en agissant comme système transformateur, système source et système de transfert des ÉTM (Harrison, 1999; Berthelin et Leyval, 2000).

Le sol est le résultat de l'altération physique et chimique du substrat rocheux. Les variations de température, l'érosion, les activités humaines sont responsables de son altération mécanique tandis que l'oxydation, la réduction, la carbonatation et autres réactions chimiques contribuent à son altération chimique (Holtz et Kovacs, 2008). Cette altération ainsi que la superposition des couches homogènes de différentes épaisseurs, appelées aussi des horizons, constituent la base de la classification des sols (Harrison, 1999). Le diagramme des horizons de sol est présenté dans la figure A-I-2. Une stratification de ces dépôts est évidente sur les images de la figure A-I-3, ainsi qu'une certaine homogénéité au sein de chacune des couches.

Cependant, les sols d'origine anthropique possèdent des caractéristiques différents de celles des sols naturels concernant leur formation et leur comportement. Bockheim (1974) définit le sol urbain comme étant une couche synthétique non agricole, ayant une épaisseur supérieure à 50 cm qui a été produit par le mélange, le remplissage ou par la contamination de la surface de la terre dans les secteurs urbains et suburbains. En effet, il résulte d'une dégradation du sol naturel par l'activité humaine, principalement industrielle, et liée au développement urbain, au point de le rendre inutilisable ou de mettre à risque les utilisateurs du site. Cette dégradation peut être due à une pollution du sol naturel en place (ex. : fuite de réservoirs enfouis) ou au remblaiement de matières résiduelles.

Récemment, les études sur les sols anthropiques ont pris davantage d'importance (Schwartz *et al.* 2001; Morel *et al.* 2005; Dubé *et al.* 2008; Pavao-Zuckerman, 2008), d'une part à cause d'un développement urbain accéléré et qui s'étend sur les friches industrielles des grandes villes et, d'autre part, car l'hétérogénéité et la composition particulières de ces sols les rendent très difficiles à caractériser et en font un objet d'étude distinct des sols naturels. Ces études ont permis d'établir plusieurs particularités des sols anthropiques soit :

- une présence de matériaux anthropiques et de contaminants provenant de débris de construction, de bois et de papier, de résidus organiques, de plastique, de métal, de résidus bitumineux qui, mélangés au sol, changent les propriétés physiques, chimiques et biologiques de celui-ci;
- une large variabilité spatiale. Les propriétés physiques et chimiques de ces sols changent brusquement d'un horizon à l'autre selon l'historique de constitution du site. La structure, la texture et la composition minéralogique et chimique de chaque strate peuvent être très contrastantes d'une strate à une autre et ce, davantage que dans les sols naturels;
- une transformation des réactions chimiques par des valeurs du pH plus élevées. Par exemple, la présence de débris de construction a tendance à rendre le sol davantage alcalin;
- une modification de l'activité des microorganismes par manque de matière organique.

Le comportement de ces sols reste encore peu compris à cause de leur complexité et leurs particularités individuelles. Selon Bartsch (2004, p.21) « les sols urbains sont comme les empreintes des doigts, il n'y en a pas deux qui se ressemblent » et les images de la figure-A I-5 appuient cette affirmation.

2.2 Les ÉTM dans sols naturels et anthropiques

Les ÉTM, souvent identifiés dans la documentation scientifique sous les appellations métaux lourds, éléments traces, métaux toxiques ou micronutriments (Galvez-Cloutier, 2005), peuvent avoir des impacts délétères (dépendamment de leurs concentrations) sur les écosystèmes et les humains. Leur particularité est liée à leur configuration électronique

puisque'ils ont tendance à perdre des électrons, ce qui leur confère un potentiel de réaction considérable (Kabata-Pendias et Mukherjee, 2007; Galvez-Cloutier et Lefrançois, 2005).

Le tableau périodique regroupe 59 éléments appartenant aux groupes de transition, divisés en: métaux (Ni, Cu, Pb, Zn, etc.), métalloïdes (As, B, Se) et non métaux (Br, Cl, F, N) (Baize, 2004). Les éléments ayant une masse volumique supérieure à 5-6 g/cm³, sont considérés comme étant des métaux lourds et ils sont associés à la toxicité en fonction de leurs doses. En faibles quantités, certains de ces métaux constituent des nutriments indispensables pour les êtres vivants.

Pour cette étude, l'appellation éléments traces métalliques (ÉTM) sera utilisée afin de désigner les éléments tels que le cadmium (Cd), le cobalt (Co), le chrome (Cr), le cuivre (Cu), le manganèse (Mn), le nickel (Ni) et le zinc (Zn).

La croûte terrestre est constituée de 68 éléments métalliques dont la concentration est inférieure à 0,1 %. Ils peuvent se retrouver naturellement dans un sol suite à l'altération de la roche mère et ils constituent ainsi le fond pédogéochimique du sol, lequel représente la concentration naturelle d'une substance dans un sol suite à la transformation géologique et pédologique, sans aucun apport anthropique (Baize, 1997). Par ailleurs, si la roche-mère est riche en un élément, celui-ci peut exister en abondance dans différents horizons de sol (Kabata-Pendias et Pendias, 2001; Pansu *et al.* 2003). Le Tableau 2.1 présente, à titre indicatif, les concentrations moyennes dans les sols du Québec et dans la croûte terrestre.

À l'opposé, la pollution des sols suite aux activités humaines est principalement le résultat du développement industriel récent via des sources de contamination diffuse ou ponctuelle. Les contaminations diffuses sont dues aux émissions industrielles, aux transports, au chauffage domestique, par exemple. Les particules de poussière chargées en ÉTM sont transportées par le vent et se déposent ensuite sur le sol, pouvant ainsi couvrir de grandes étendues. La figure-A I-5 illustre la répartition des ÉTM dans les horizons des sols. Les contaminations ponctuelles impliquent des polluants très concentrés sur des zones beaucoup plus restreintes.

C'est le cas des industries, des mines, des stations services, des garages, des dépotoirs et des sites d'enfouissement par exemple (Bliefert *et al.* 2001) (Figure-A I-5).

Tableau 2.1 Concentrations moyennes des ÉTM dans les sols du Québec et dans la croûte terrestre

Adapté de Kabata Pendias et Pendias (2001), MDDEP (2001) *et al.*

Concentrations moyennes (ppm)	Cd	Cr	Co	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
Croûte terrestre	0,15	100	25	25-75	350-2000	84	15	52-80
Sols du Québec	1,2	74	19	58	954	57	42	138

Normalement, pour qu'un sol soit considéré contaminé, la CTE en ÉTM doit être plus grande que le fond pédogéochimique. Aussi, au Québec et dans d'autres législations, la CTE est ensuite comparée à une grille de critère générique afin de déterminer le degré de contamination du sol. Au Québec, cette grille de critère se trouve en annexes du *Règlement sur la protection et la réhabilitation des terrains* (Gouvernement du Québec, 2010).

Le concept de la CTE est considéré comme une représentation de la présence des ÉTM dans un sol. En effet, elle représente principalement la concentration en ÉTM liée à la phase solide du sol, mais elle comprendra également la concentration dissoute dans la phase aqueuse si cette dernière n'est pas extraite avant l'analyse. Toutefois, les ÉTM ont typiquement une forte affinité pour la phase solide, ce qui fait que la concentration dissoute est généralement beaucoup plus petite que la concentration liée à la phase solide. Ceci est dû au fait que parmi les mécanismes contrôlant les interactions entre le sol et les ÉTM, ceux à la base du processus de rétention des ÉTM dans le sol, sont particulièrement prédominants. Ces mécanismes comprennent généralement l'échange ionique, l'adsorption, la précipitation et la complexation avec la matière organique. Ce sont des mécanismes sensibles aux conditions physico-chimiques du milieu, principalement aux variations de pH et de potentiel rédox. Ils

sont détaillés dans de nombreux ouvrages (McLean et Bledsoe, 1992; Dubé, 1997; Harrison, 1999; Manceau *et al.* 2002; Galvez-Cloutier et Lefrançois, 2005; Deschamps *et al.* 2006; Chestworth, 2008).

2.3 Mesure de la CTE en ÉTM

Aux fins de caractérisation des sites contaminés, la CTE est obtenue suite à la minéralisation à chaud d'un échantillon de sol d'environ 1 g avec les acides nitrique et chlorhydrique, mais sans détruire le réseau silicaté, puis à l'analyse des métaux extraits en solution, typiquement par spectrométrie à source ionisante au plasma d'argon (CEAEQ, 2009). L'hypothèse posée est que la CTE représente la concentration en ÉTM du sol, excluant celle pouvant exister au sein des minéraux silicatés constitutifs de la matrice solide. Cette dernière est généralement beaucoup plus petite dans des cas d'apports anthropiques.

La mesure de la CTE est à la base de tout le système de gestion des sites et sols contaminés au Québec. Les principaux problèmes associés à la mesure de la CTE sont liés au processus d'échantillonnage des sols en prévision de l'analyse. Ces problèmes ont commencé à être soulevés depuis les quinze dernières années par quelques auteurs (Myers, 1997; Gerlach et Nocerino, 2003; Gustavsson *et al.* 2006; Boudreault *et al.* 2009).

Tel que présenté au chapitre 1, certains aspects du processus d'échantillonnage des sols ne sont pas correctement encadrés afin de pouvoir déterminer et contrôler la représentativité de la mesure de la CTE. Ces aspects comprennent la définition même de la représentativité, le prélèvement correct des échantillons et la préparation de ces derniers aux fins d'analyse. Dans la pratique, les deux premiers aspects ne sont, à toutes fins pratiques, pas considérés. Le troisième aspect reçoit plus d'attention, notamment en ce qui concerne l'homogénéisation et l'écrêtage des échantillons. Par contre, l'influence de ces modes de préparation sur la mesure de la CTE dans les SAU est inconnue.

2.4 Échantillonnage conventionnel des SAU

De manière générale, les guides disponibles réfèrent vaguement au type d'échantillon à obtenir et à son prélèvement. Au Québec, le *Guide de caractérisation des terrains* (MDDEP, 2003) et le *Cahier 5 du Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales* (MMDEP, 2009) mentionnent que, selon l'hétérogénéité du sol, un échantillon ponctuel ou composé doit être prélevé et que ces échantillons doivent être composés des particules fines du sol (c.-à-d. < 2 mm), car ces dernières présentent un potentiel d'interaction plus grand avec les contaminants et elles sont un vecteur de contact plus direct avec les récepteurs sensibles via l'ingestion ou l'inhalation. Par ailleurs, dans les cas où les particules plus grandes que 5 mm représentent une fraction massique plus grande que 80 %, ces guides suggèrent d'analyser les fractions fines et grossières combinées et d'adapter les protocoles d'analyse des ÉTM en conséquence, car ceux-ci recommandent que les échantillons soient tamisés à 2 mm (CEAEQ, 2008).

Toutefois, les guides actuels ne fournissent aucune indication sur les méthodes à utiliser afin de prélever des échantillons représentatifs. Dans ce contexte, le prélèvement par grappillage s'est imposé, principalement à cause de sa facilité d'implantation. Cette technique repose sur une sélection au hasard du matériel à prélever. Il consiste à prendre (« grappiller ») le matériel accessible, généralement à la surface d'une paroi de tranchée, d'une pile ou d'un bocal. La quantité de matériel prélevé varie d'un préleveur à un autre, ainsi que le nombre d'incrémentes pour constituer l'échantillon et le matériel utilisé. Cependant, dans la grande majorité des cas, la quantité de matériel, le nombre d'incrémentes et le matériel de prélèvement ne permettent pas d'obtenir des échantillons représentatifs (section 2.5.1). De manière courante sur le terrain, 1 à 6 incrémentes sont prélevés à la surface du matériel afin de remplir un pot entre 300 et 500 mL. Le pot lui-même est souvent utilisé pour prélever le matériel. La sélection du matériel se fera de manière à retirer manuellement et arbitrairement les plus grosses particules. Au laboratoire, la procédure de sous-échantillonnage typiquement

employée est de tamiser le matériel dans les pots à l'aide d'un tamis de 2 mm d'ouverture, puis de grappiller, en quelques incréments, environ 1 g de matériel pour l'analyse chimique³.

La Théorie d'échantillonnage des matériaux morcelés (TEMM) établit la terminologie propre à l'échantillonnage, les sources d'erreurs d'échantillonnage, les principes d'échantillonnage représentatif ainsi qu'un modèle quantitatif de la représentativité (Pitard, 1993). Selon la TEMM, le grappillage est la technique de prélèvement la moins représentative (Myers, 1997), car elle ne permet pas de contrôler les erreurs d'échantillonnage, que ce soit sur le terrain ou en laboratoire. En fait, elle exacerbe ces erreurs. La section suivante s'attardera à présenter les principes de base de la TEMM ainsi qu'une méthode de prélèvement développée par Boudreault *et al.* (2009) et qui a été utilisé au cours de la présente étude.

2.5 Théorie d'échantillonnage des matériaux morcelés

La TEMM a été développée par l'ingénieur français Pierre Gy et publiée pour la première fois en 1979. Elle a été publiée à nouveau dans divers ouvrages et articles par Gy (1988, 1992, 1997, 2004 a-c) et par d'autres auteurs (Pitard, 1993). Il s'agit d'une théorie mathématique définissant un ensemble d'erreurs d'échantillonnage et quantifiant leur impact sur les résultats analytiques. Elle définit également un ensemble de méthodes et pratiques permettant de minimiser les erreurs d'échantillonnage et tendre vers un échantillonnage probabiliste correct. La TEMM a été historiquement appliquée dans le domaine minier afin de corriger les pratiques d'échantillonnage en vue de la détermination des teneurs en minerai.

La TEMM n'a pas été diffusée dans le domaine de l'échantillonnage environnemental avant le milieu des années 1990 avec les travaux de Francis Pitard (Pitard, 1993). Par la suite, elle a été appliquée à l'échantillonnage des sols contaminés dans un nombre restreint d'études et de

³ Ces observations sur l'échantillonnage de laboratoire ont été faites suite à plusieurs communications personnelles avec des firmes d'ingénierie-conseil et des laboratoires d'analyses accrédités.

monographies théoriques (Myers, 1997; Gerlach et Nocerino, 2003; Gustavsson *et al.* 2006; Dubé *et al.* 2008; Boudreault *et al.* 2009). Il a fallu attendre la seconde moitié des années 2000, avant de voir des applications concrètes des principes de la TEMM à l'analyse de la représentativité de l'échantillonnage de réels sols contaminés avec les études de Gustavsson *et al.* (2006) et de Boudreault *et al.* (2009).

Selon Gy (1996, p. 3), l'échantillonnage d'un matériau morcelé à des fins d'analyse « couvre l'ensemble des opérations qui, partant de l'objet à évaluer, le « lot », aboutissent à la prise d'essai qui sera soumise à l'analyse dans son intégrité ». Le terme clé dans cette citation est « intégrité ». En effet, toute manipulation du matériau qui diminuera son intégrité, comme par exemple, le prélèvement préférentiel des particules fines, diminuera également la représentativité de la mesure analytique à la fin du processus.

Le développement mathématique complet de la TEMM a été présenté en 1992 (Gy, 1992), mais les ouvrages subséquents ont plutôt tenté de rendre la TEMM accessible aux praticiens en simplifiant sa présentation et en illustrant son application. Les sections qui suivent s'inspirent de cette approche.

2.5.1 Définition de la représentativité

La TEMM définit *la représentativité* comme la somme du carré du biais relatif (la moyenne des erreurs relatives au carré) et de la variance relative (équation 2.1).

$$r^2(ETE) = m^2(ETE) + s^2(ETE) \quad (2.1)$$

où:

ETE : erreur totale d'échantillonnage;

$r^2(ETE)$: représentativité;

$m^2(ETE)$: carré du biais d'échantillonnage, soit le carré de la moyenne de l'erreur d'échantillonnage;

$s^2(ETE)$: variance relative de l'erreur d'échantillonnage.

Ainsi, un échantillon représentatif est caractérisé par une valeur minimale de $r^2(ETE)$ et donc, de $m^2(ETE)$ et $s^2(ETE)$.

Comme la concentration réelle dans le lot n'est jamais connue sur le terrain, la représentativité peut être étudiée par l'intermédiaire de la variance relative (Mason, 1992; Pitard, 1993; Gy, 1996; Gerlach *et al.* 2003), mais ceci limite toutefois sa portée. Le biais d'une méthode d'échantillonnage peut être déterminé *a priori* par l'application de la méthode sur des matériaux de référence dont la concentration réelle est connue.

L'erreur d'échantillonnage est définie par l'équation (2.2),

$$ETE = \frac{a_E - a_L}{a_L} \quad (2.2)$$

où :

a_E : concentration du contaminant mesurée dans l'échantillon;

a_L : concentration réelle du contaminant dans le lot.

L'écart entre a_E et a_L est dû à plusieurs sources d'erreurs générant l'ETE. Ainsi, l'ETE est la somme de sept erreurs soit (Pitard, 1993; Gy, 1996; Gerlach et Nocerino, 2003):

$$ETE = EF + ESG + ES_2 + ES_3 + ED + EE + EP \quad (2.3)$$

où

EF : erreur fondamentale;

ESG : erreur de groupement et de ségrégation;

ES₂ : erreur de sélection de longue portée;

ES₃ : erreur de sélection périodique;

ED : erreur de délimitation;

EE : erreur d'extraction;

EP : erreur de préparation.

Les erreurs ES_2 et ES_3 sont liées au positionnement des points de prélèvements des échantillons dans l'espace et le temps et ne seront pas considérés davantage dans ce document, car cette étude porte sur le prélèvement des échantillons à proprement parler. Ainsi, pour les besoins de cette étude, l'ETE sera définie comme:

$$ETE = EF + ESG + ED + EE + EP \quad (2.4)$$

La principale des erreurs d'échantillonnage est l'hétérogénéité des matériaux morcelés, qu'elle soit de constitution ou de distribution. *L'hétérogénéité de constitution (HC)* est la propriété du matériel à être constitué de particules qui ne sont jamais strictement identiques sur les plans physiques et chimiques. Elle n'est pas affectée par l'homogénéisation ou par la ségrégation du matériel. *L'hétérogénéité de distribution (HD)* est la propriété de la distribution (temporelle ou spatiale) des éléments du lot. Elle peut être diminuée par mélange et homogénéisation et elle est augmentée par la ségrégation du matériel (Gy, 1996; Gerlach et Nocerino, 2003).

Afin de produire des échantillons dits représentatifs, les erreurs d'échantillonnage doivent être minimisées, voire éliminées (Pitard, 1993; Gy, 1996). La section suivante décrit ces erreurs plus en détail.

2.5.2 Erreurs d'échantillonnage

2.5.2.1 L'erreur fondamentale (EF)

L'erreur fondamentale est définie comme étant l'erreur minimale d'échantillonnage quand toutes les autres erreurs d'échantillonnage ont pu être éliminées. Elle peut être réduite, mais jamais annulée, puisqu'elle découle de l'hétérogénéité de constitution du matériel échantillonné.

L'erreur fondamentale dépend notamment de la proportion de contaminant qui est complètement libérée de la matrice du sol, de la forme des particules, de la gamme des tailles des particules dans l'échantillon et du diamètre des éléments les plus grossiers (Pitard, 1993; Gy, 1996; Gerlach et Nocerino, 2003). La variance relative due à l'erreur fondamentale est décrite par l'équation suivante (Pitard, 1993) :

$$S_{EF}^2 = \left(\frac{1}{M_E} - \frac{1}{M_L} \right) clfgd^3 \quad (2.5)$$

où

M_E : masse de l'échantillon (g);

M_L : masse du lot (g);

C : paramètre de constitution ou facteur minéralogique (g/cm^3);

l : paramètre de libération;

f : paramètre de forme des fragments;

g : paramètre de resserrement granulométrique;

d : diamètre des éléments les plus grossiers (cm);

Cette relation met notamment en évidence que pour une variance relative fixée, la masse d'échantillon nécessaire pour préserver l'intégrité granulométrique du lot sera proportionnelle au cube la dimension nominale des particules. Par ailleurs, le facteur minéralogique (équation 2.6) implique que plus la concentration du contaminant dans le lot

est petite, plus la masse d'échantillon qui devra être prélevée afin de respecter une variance relative fixée ne sera grande.

$$c = \lambda_M \times \frac{(1-a_L)^2}{a_L} + \lambda_g \times (1 - a_L) \quad (2.6)$$

où

a_L : proportion décimale du contaminant dans lot;

λ_M : masse volumique du contaminant (g/ cm^3);

λ_g : masse volumique du sol (g/ cm^3).

Ces notions mises en évidence par la relation 2.5 ne sont pas prises en considération lors d'un échantillonnage par grappillage, ce dernier engendrant un coefficient de variation dû à l'erreur fondamentale qui peut atteindre plusieurs centaines de pourcents pour des matériaux grossiers et des concentrations en ÉTM de l'ordre des critères génériques en vigueur au Québec.

2.5.2.2 L'erreur de ségrégation et groupement (ESG)

Cette erreur dépend de la masse volumique des matériaux constitutifs du lot et de l'effet de la gravité sur ceux-ci. En effet, la gravité agira continuellement sur la distribution des particules dans le lot en ségrégant les particules de tailles et de masses volumiques différentes et en les groupant dans des localisations différentes du lot (Figure 2.1).

Une manière de minimiser l'erreur de groupement et de ségrégation est de combiner plusieurs prélèvements (incrément) du lot afin de constituer l'échantillon.

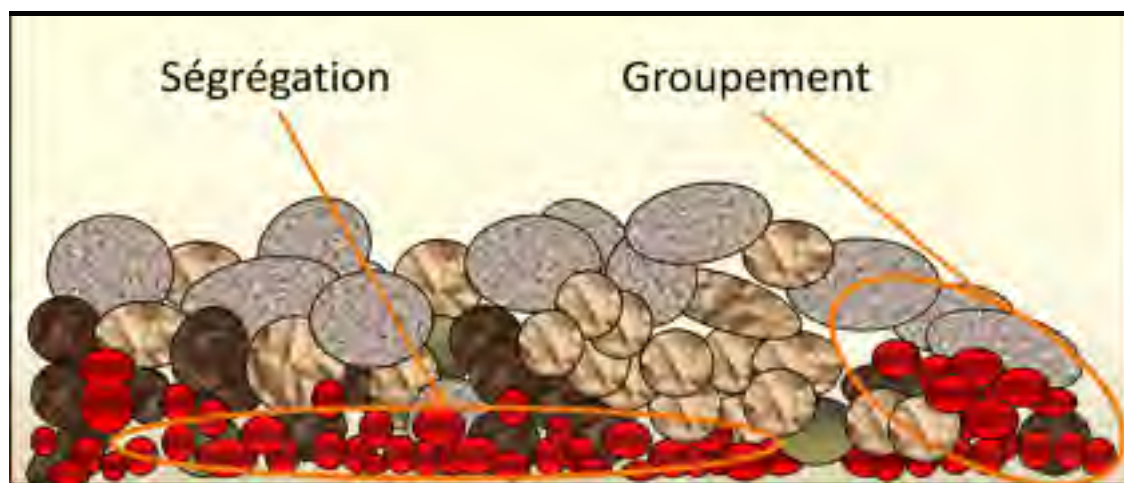


Figure 2. 1 Ségrégation et groupement

Lorsqu'un échantillon est prélevé par grappillage, la ségrégation et le groupement de particules (Figure 2.2) constituent une importante source d'erreurs puisque les particules se trouvant dans les couches supérieures de lot seront préférentiellement prélevées par cette méthode (Pitard, 1993; Gy, 1996; Gerlach *et al.* 2002).

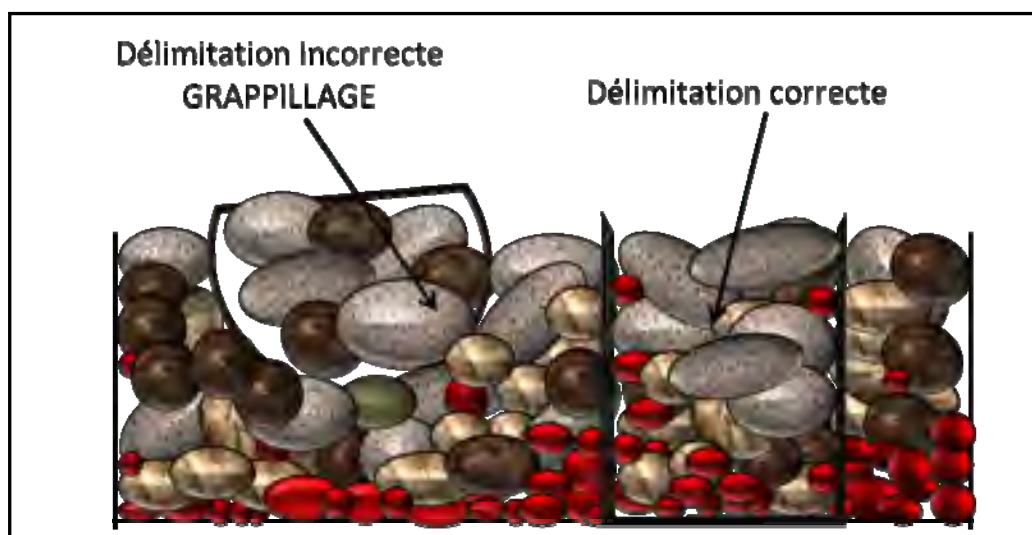


Figure 2. 2 Erreur de ségrégation et groupement lors de l'échantillonnage

Par ailleurs, un échantillon grappillé n'est souvent constitué que de quelques incréments, voire d'un seul. Alors, qu'il est possible d'éliminer l'ESG avec un échantillonnage correct

(au sens de la TEMM), le grappillage augmente son impact, ce qui réduit davantage la représentativité des mesures de CTE.

La variance relative due à l'ESG est définie mathématiquement par :

$$s^2(ESG) = \gamma \varepsilon s^2(EF) \quad (2.7)$$

où

- γ : facteur de groupement (≥ 0);
- ε : facteur de ségrégation (entre 0 et 1);
- $s^2(EF)$: variance relative due à l'erreur fondamentale.

Il est pratiquement impossible d'annuler l'ESG, car tel que le montre l'équation 2.7, il exigerait qu'un des trois paramètres à la droite de l'égalité prenne la valeur de 0. Ceci est impossible pour $s^2(EF)$, puisqu'il s'agit de la variance relative due à la constitution hétérogène même du matériau. Dans le cas de γ , cela imposerait que chaque particule du matériau soit sélectionnée individuellement lors du prélèvement, ce qui représente un nombre pratiquement infini d'incrément, une situation impraticable. Finalement, dans le cas de ε , ceci nécessiterait une homogénéisation parfaite du matériau, une situation instantanément instable sous l'influence de la gravité (Myers, 1997).

Bien qu'il soit possible d'estimer $s^2(EF)$ *a priori*, cela n'est pas possible pour $s^2(ESG)$ actuellement avec la TEMM. À l'aide d'études variographiques, Gy (1992) et Pitard (1993) ont déduit que le produit $\gamma\varepsilon$ serait approximativement de 1. Ainsi, $s^2(ESG)$ peut être estimé par la même valeur que celle calculée pour $s^2(EF)$, lorsque l'échantillon n'est constitué que d'un seul incrément. En effet, selon Pitard (1993), il est aussi possible d'écrire que :

$$s^2(ESG) \approx \frac{s^2(EF)}{N} \quad (2.8)$$

où N est le nombre d'incrémentes prélevés. Donc, en prélevant un nombre important d'incrémentes pour constituer un échantillon, il est possible de rendre $s^2(ESG)$ beaucoup plus petite que $s^2(EF)$. Pour ce faire, Pitard (1993) propose $N = 25$ à 30 .

2.5.2.3 Les erreurs de délimitation et d'extraction d'incrément (ED et EE)

L'ED et l'EE sont les deux principales erreurs rencontrées dans la pratique de l'échantillonnage des matériaux morcelés et de l'échantillonnage des sols contaminés en particulier. Elles résultent d'une délimitation incorrecte des limites de l'incrément à extraire et des outils inappropriés utilisés pour l'extraction. En fait, pour éliminer ces erreurs, un incrément doit être délimité et extrait de manière à ce que tous les éléments du lot (c.-à-d. particules du matériel) aient une probabilité égale d'être sélectionnés. On parlera d'échantillonnage probabiliste. Pour ce faire, en prenant l'exemple d'un lot en une dimension telle une pile linéaire (Figure 2.2), il faut s'assurer que les limites de l'incrément soient suffisamment éloignées latéralement et qu'elles couvrent toute l'épaisseur du lot pour permettre à toutes les tailles de particules d'être sélectionnées. Par ailleurs, une extraction correcte est réalisée lorsque toute particule dont le centre de gravité se situe à l'intérieur de paroi de l'outil d'échantillonnage est effectivement prélevée par l'outil. Une erreur d'extraction est générée lorsqu'un outil incorrect (mal conçu ou mal utilisé) rejette de telles particules. L'ouverture, la droiture, le parallélisme, l'épaisseur et le tranchant des extrémités des parois de l'outil d'échantillonnage sont les principaux facteurs qui doivent être contrôlés pour obtenir un échantillonnage correct (Pitard, 1993). Un certain nombre d'outils et de méthodes d'échantillonnage et de séparation corrects existe (ex.: truelles rectangulaires à fond plat, séparateurs sectoriels) (Pitard, 1993; Gy, 1996; Gerlach et Nocerino, 2003), mais leur utilisation est pratiquement inexistante dans le domaine de l'échantillonnage des sols contaminés. De tels outils sont discutés davantage à la section 2.5.3.

Afin de minimiser ED et EE, tous les incréments prélevés doivent être uniformes (c.-à-d. qu'ils aient les mêmes dimensions et géométrie). Ainsi, il est important de mentionner qu'un

échantillonnage correct (c.-à-d. qui minimise les ED et EE) de lots en deux dimensions, comme par exemple une pile de sol contaminé, est impossible à réaliser sans reformer la pile en une dimension à épaisseur constante (Pitard, 1993).

Les figures 2.2 et 2.3 montrent que le grappillage tel que réalisé de manière conventionnelle, engendre une importante erreur de délimitation. Il génère également une importante erreur d'extraction, car les outils normalement utilisés pour grappiller (ex. : bouteille, pot, main) ne respectent pas les critères d'un outil correct et ne permettent pas d'assurer que les incréments prélevés soient uniformes.

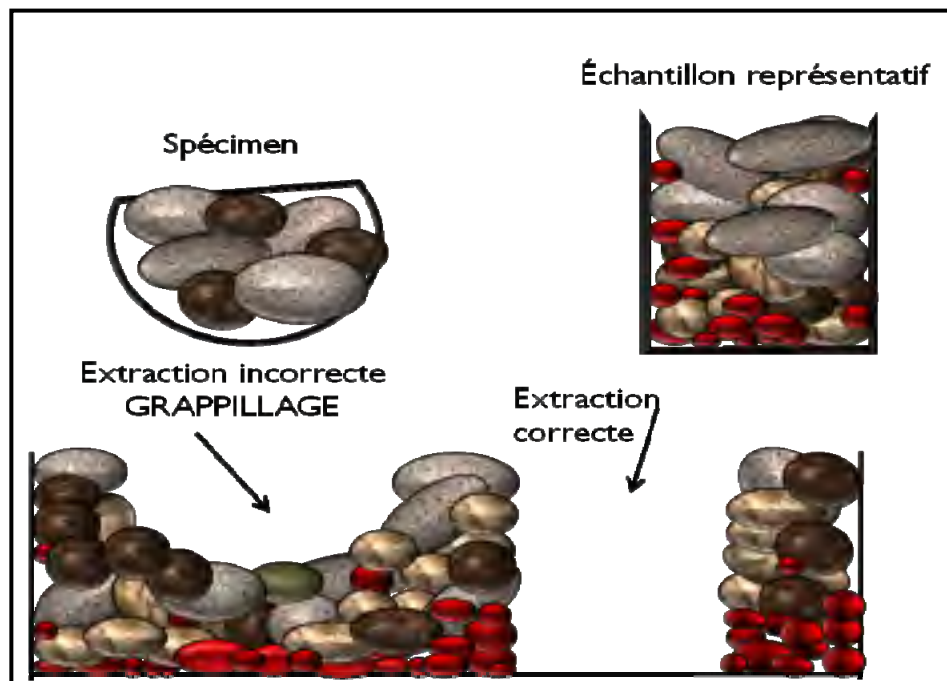


Figure 2. 3 Extraction d'un incrément d'une pile linéaire
(Vue en coupe. Les particules sélectionnées en gris et
les particules non sélectionnées en blanc)

2.5.2.4 L'erreur de préparation (EP)

L'EP intègre le facteur humain. Elle comprend la contamination croisée de l'échantillon dû à un mauvais entretien de l'équipement d'échantillonnage, l'altération chimique des échantillons due à un mauvais entreposage ou transport (ex. : oxydation, volatilisation), l'altération physique par une sélection des particules selon leurs dimensions, les erreurs non intentionnelles ou la fraude (Manson, 1992; Pitard, 1993; Gy, 1996; Gerlach et Nocerino, 2003).

Tel que discuté précédemment, le fait de sélectionner préférentiellement les particules fines, dans l'échantillonnage conventionnel des sols contaminés, engendre une EP qui biaise la mesure de la CTE.

Par ailleurs, l'homogénéisation du lot par mélange avant l'échantillonnage est souvent utilisée afin de réduire, intuitivement, la ségrégation des particules dans le lot à échantillonner. Il s'agit probablement de l'aspect de l'échantillonnage des sols contaminés qui bénéficie du plus d'attention de la part des préleveurs et des analystes. Il est pratique courante au laboratoire de mélanger le sol dans le pot à échantillonner avec une spatule, avant de grappiller l'équivalent d'un gramme de sol. Cette méthode d'homogénéisation n'est pas reconnue d'une grande efficacité afin de réduire l'ESG et il est même probable qu'il l'augmente (Pitard, 1993; Myers, 1997). Tel que discuté dans la section sur l'ESG, la manière la plus efficace de réduire cette erreur est de prélever plusieurs petits incréments, correctement délimités et extraits. Sur le terrain, il est possible pour ce faire d'utiliser la technique du « bed-blending » (homogénéisation des couches de sol) qui consiste à créer des piles linéaires du matériau à échantillonner en une série de couches superposées, afin d'améliorer la qualité et la cohérence du matériau hétérogène puis d'extraire quelques incréments perpendiculaires à l'axe longitudinal de la pile et qui sont délimités sur toute l'épaisseur de celle-ci. Au laboratoire, il est possible d'utiliser des méthodes de séparation vraies afin d'échantillonner un lot de matériel. Ces méthodes comprennent le pelletage fractionné et la séparation sectorielle qui sont discutées à la section suivante (Section 2.5.3).

2.5.3 Pratique de l'échantillonnage des matériaux morcelés

Le processus d'échantillonnage des sols contaminés comprend plusieurs étapes de prélèvement entre le terrain et l'analyse au laboratoire. Un échantillon primaire est d'abord prélevé sur le terrain, puis un échantillon secondaire est normalement prélevé à partir de l'échantillon primaire et ainsi de suite, jusqu'à l'obtention d'un gramme de sol pour l'analyse. L'approche conventionnelle par grappillage comprend généralement deux étapes, soit un grappillage du sol en paroi ou en pile sur le terrain afin de remplir un pot d'environ 500 mL, lequel est transporté au laboratoire, tamisé à 2 mm, puis grappillé à nouveau pour en obtenir 1 gramme. Toutes les erreurs d'échantillonnages décrites précédemment sont présentes dans ce processus. Les erreurs qualitatives telles les ED et EE sont omniprésentes pour les raisons discutées précédemment. Les erreurs quantitatives telles les EF et ESG sont également très grandes, car d'une part, la masse de matériel prélevée est trop petite pour la dimension nominale de particules et les concentrations de contaminants visés (équation 2.5) et, d'autre part, un seul incrément est prélevé. Afin d'éviter les erreurs d'échantillonnage, des outils appropriés et aussi différentes stratégies doivent être utilisées pour obtenir des échantillons représentatifs.

2.5.3.1 Échantillonnage de terrain

Selon Pitard (1993), l'échantillonnage à partir d'une pile tridimensionnelle ou d'un matériau en place est impossible avec les outils normalement utilisés dans la pratique (ex. : foreuse ou tarière pour les matériaux en place; pelle mécanique ou truelle pour les matériaux en pile). Les incréments dans les lots tridimensionnels ne peuvent pas être correctement délimités et extraits. D'une part, l'irrégularité de ces lots ne permet pas d'avoir des incréments uniformes et sur toute leur épaisseur (Pitard, 1993; Myers, 1997). D'autre part, la géométrie et les autres caractéristiques physiques des outils conventionnels (ex. : épaisseur des parois, tranchant des extrémités) ne respectent pas les besoins d'un prélèvement probabiliste (Pitard, 1993; Myers, 1997). Il est plutôt suggéré de construire des piles linéaires d'homogénéisation (Figure 2.4)

par une technique similaire au « bed-blending » et d'effectuer le prélèvement d'incrémentes uniformes transversaux à l'axe longitudinal et sur toute l'épaisseur de ces lots quasi-unidimensionnels (Pitard, 1993; Gy, 1996).

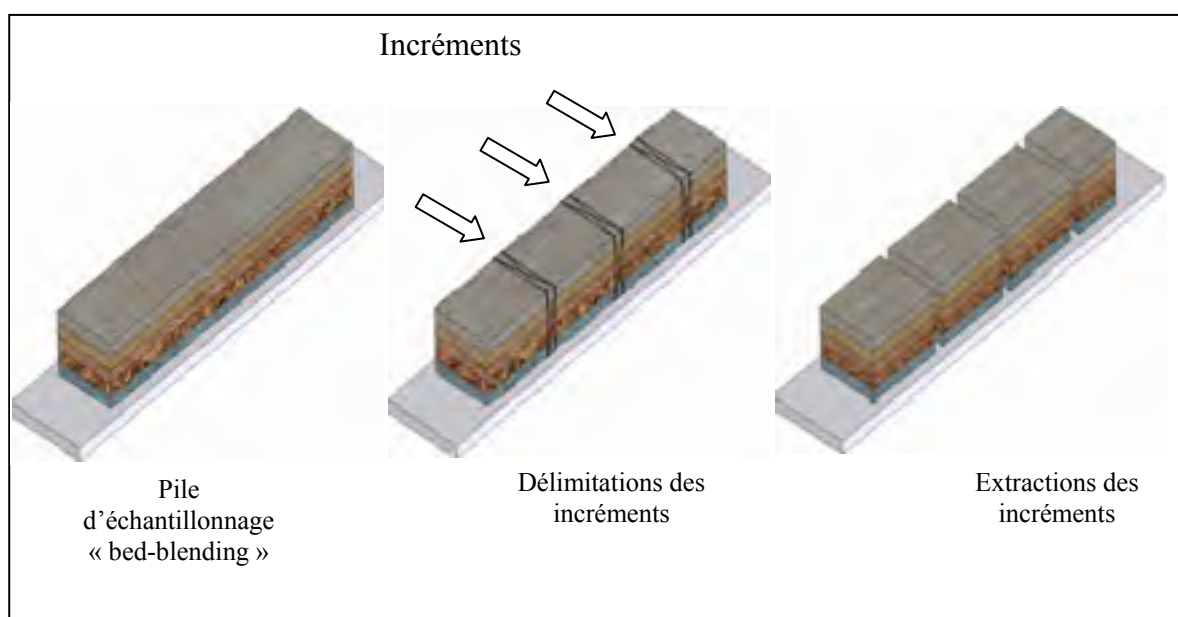


Figure 2.4 Échantillonnage d'une pile

Cette technique permet de d'accroître le nombre total d'incrémentes prélevés afin de constituer l'échantillon primaire, car chaque incrément vertical ainsi prélevé est constitué d'une superposition de sous-incréments horizontaux. Ceci permet d'exercer un contrôle efficace sur ED et EE et de les réduire.

Afin de s'assurer d'une délimitation correcte dans une pile linéaire, le fond de l'outil de coupe doit être plat et sa largeur, d'au moins $3d+10$ mm, où d est la dimension nominale des particules du lot (Figure 2.5) (Pitard, 1993; Gerlach et Nocerino, 2003).

Il est possible de réduire la masse de l'échantillon primaire obtenu à partir de ces piles par une méthode de réduction de masse comme le pelletage fractionné (Pitard, 1993; Myers, 1997) (Tableau-A I-1).

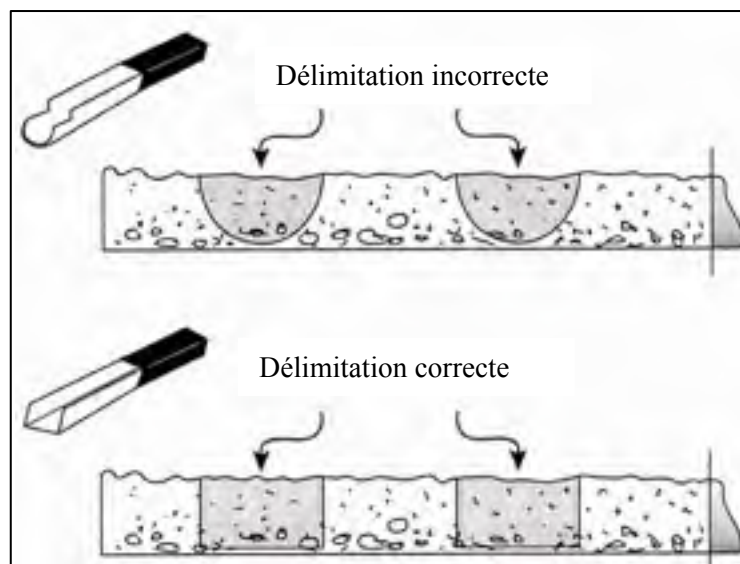


Figure 2.5 Outils pour la délimitation correcte d'incrément
Adapté de Gerlach et Nocerino (2003, p. 30)

2.5.3.2 Échantillonnage de laboratoire

L'échantillonnage de laboratoire devrait également être réalisé avec des méthodes de réduction de masse, telles la séparation à chutes ou sectorielle rotative (Tableau-A I-2). Les séparateurs à chutes et rotatif ont démontré les meilleures capacités à contrôler la représentativité de l'échantillonnage à des fins d'analyse (Gerlach et Nocerino, 2003).

L'homogénéisation du lot en laboratoire peut sembler plus évidente en raison de la taille réduite du lot à échantillonner comparativement au terrain, lequel est généralement un pot de quelques centaines de millilitres rempli du matériel. Néanmoins, un simple brassage du matériel dans le pot, tel que couramment réalisé, n'est pas suffisant pour éliminer la ségrégation et le groupement, particulièrement si l'échantillonnage du pot se fait par grappillage plutôt que par technique de séparation tel que discuté précédemment.

De plus, en se référant à l'équation 2.5 qui décrit les paramètres contrôlant la variance relative due à l'erreur fondamentale, il est clair que le fait de réduire la masse prélevée sans

réduire la taille nominale des particules augmentera $s^2(EF)$. La solution à ce problème et à celui de l'homogénéisation de lots en laboratoire consiste à broyer le lot avant de le séparer en sous-échantillon (Pitard, 1993; Gerlach et Nocerino, 2003). En effet, celui-ci diminuera la taille nominale des particules et réduira l'étalement granulométrique. Le broyage réduira l'erreur due à l'hétérogénéité de constitution, alors que la séparation réduira l'erreur due à l'hétérogénéité de distribution.

2.5.3.3 Méthode d'échantillonnage des sols contaminés de Boudreault et al. (2009)

Boudreault *et al.* (2009) ont développé une méthode d'échantillonnage sur la base de la TEMM, appelée ici « méthode alternative ». Elle consiste en un processus d'échantillonnage complet, du terrain jusqu'à l'analyse.

Sur le terrain, au droit de chaque station d'échantillonnage, une tranchée d'une superficie d'environ 2 m x 1 m est graduellement excavée afin de séparer les différents matériaux rencontrés avec la profondeur. Pour chaque matériau trouvé, une pile d'homogénéisation est constituée en étalant et en superposant des couches de quelques centimètres d'épaisseur avec une pelle mécanique. Ensuite, pour chaque pile d'homogénéisation, deux incréments perpendiculaires à l'axe longitudinal de la pile sont prélevés sur toute sa hauteur et sur une largeur de 10 cm. Ces deux incréments sont ensuite combinés afin de produire un échantillon primaire entre 15 et 20 kg. Un premier pelletage fractionné est réalisé sur le terrain en vue d'obtenir cinq échantillons secondaires d'environ 3 à 4 kg, puis un second pelletage fractionné est réalisé sur un échantillon secondaire sélectionné aléatoirement afin d'obtenir cinq échantillons tertiaires d'environ 600 g. Un échantillon tertiaire est sélectionné aléatoirement, puis acheminé au laboratoire. Cette procédure de terrain permet de réduire l'ESG (plusieurs incréments sont prélevés à chaque étape) ainsi que l'ED et l'EE (la délimitation et l'extraction des incréments assurent un prélèvement probabiliste). Cependant, comme cette procédure de terrain ne comprend pas de broyage, l'EF augmente au fur et à

mesure que la masse de l'échantillon diminue, c.-à-d. de l'échantillon primaire à l'échantillon tertiaire.

Au laboratoire, l'échantillon tertiaire est broyé afin d'obtenir un taille nominale de particule de 1 mm, ce qui diminue l'EF associée aux étapes de terrain. L'échantillon est ensuite séparé en huit échantillons primaires de laboratoire à l'aide d'un séparateur sectoriel rotatif, desquels un est sélectionné aléatoirement pour l'étape suivante. Cet échantillon primaire de laboratoire est broyé à nouveau, puis séparé en huit échantillons secondaires et ainsi de suite jusqu'à l'obtention d'un échantillon d'environ 1 g ayant une taille nominale de particules de 212 μm . Cette procédure de laboratoire, optimisée à l'aide de la TEMM, permet d'éliminer les ESG, EM et ED étant donné le très grand nombre d'incrémentes prélevés par le séparateur rotatif et de respecter une $s^2(EF)$ théorique maximale de 0,04 (c.-à-d. un coefficient de variation de 20 %).

La méthode de Boudreault *et al.* (2009) a été comparée à un processus d'échantillonnage conventionnel par grappillage, du terrain à l'analyse, et les résultats ont montré qu'elle permettait d'accroître la représentativité des mesures de CTE par plus d'un ordre de grandeur pour une majorité des ÉTM analysés. Par contre, les performances de cette méthode n'ont pas été étudiées séparément pour un échantillonnage de laboratoire exclusivement.

2.6 Synthèse des problèmes de l'échantillonnage conventionnel par grappillage et hypothèses de travail

Puisque la classification des sols contaminés selon un degré de contamination est établie en comparant les CTE mesurées à des critères génériques, la mesure même de la CTE est d'une importance cruciale, car elle est la base de tout le processus décisionnel menant à la réhabilitation d'un terrain. Or, la représentativité de cette mesure dépend en majeure partie du processus d'échantillonnage menant à l'obtention de l'échantillon analytique de 1 g sur lequel la CTE est mesurée. En considérant que la CTE mesurée sur 1 g de matériel sera attribuée à un volume de 625 m^3 *in situ*, soit environ 1 milliards de grammes, il devient

évident qu'il est primordial d'utiliser des méthodes d'échantillonnage permettant de maximiser la préservation de la représentativité du matériel analysé.

Malgré ceci, et surtout par manque de lignes directrices à cet effet dans les guides de pratique en caractérisation des terrains et échantillonnage des sols contaminés, aucune méthode d'échantillonnage probabiliste basée sur la TEMM n'a été développée dans ce domaine. L'échantillonnage par grappillage s'est donc imposé, tant sur le terrain qu'en laboratoire, car la facilité avec laquelle il peut être utilisé demeure son plus grand attrait pour quiconque n'est pas familier avec la TEMM. Alors, ce chapitre a établi les principaux problèmes associés au grappillage, notamment qu'il :

- ne respecte aucun des principes de la TEMM et exacerbe toutes les sources d'erreurs définies par celle-ci;
- il conduit au prélèvement d'échantillon de masse insuffisante en regard des granulométries rencontrées, principalement dans le SAU, et des concentrations correspondant aux critères génériques en vigueur. Ceci produit des coefficients de variation dû à l'EF (c.-à-d. $\sqrt{s^2(EF)} \times 100 \%$) pouvant atteindre plusieurs centaines de %;
- il est généralement réalisé en prélevant un nombre restreint d'incrément, ce qui n'assure d'aucune façon de réduire $s^2(ESG)$ comparativement à $s^2(EF)$. Ceci implique donc que la valeur de $s^2(EF)$ soit additionnée d'une valeur équivalente de $s^2(ESG)$ au moment d'estimer $s^2(ETE)$;
- le grappillage ne peut être considéré comme une méthode d'échantillonnage probabiliste en ce sens qu'il n'assure pas que chaque particule ou groupe de particules du matériau à échantillonné ait la même probabilité d'être sélectionné et extrait. Ainsi, le grappillage maximise $s^2(ED)$ et $s^2(EE)$;
- l'homogénéisation des échantillons réalisée lors du processus de grappillage se limite à un mélange du matériel au laboratoire, une méthode qui ne peut prétendre éliminer l'ESG et qui aura même le potentiel de la promouvoir s'il est mal effectué. Tel que mentionné par Pitard (1993) et Myers (1997), ce type d'homogénéisation est celui qui

bénéficie du plus d'effort, souvent par ignorance, au détriment d'efforts de réduction de l'EF et de l'ESG en optimisant la masse prélevée et la taille des particules ainsi qu'en prélevant de nombreux incréments. Selon ces auteurs, l'homogénéisation devient ainsi un exercice coûteux et futile, ainsi qu'une source importante d'EP;

- aucun broyage des échantillons n'est réalisé dans le processus d'homogénéisation, ce qui favorise l'augmentation de $s^2(\text{EF})$ lors des sous-échantillonnages en vue de réduire la masse de matériel pour l'analyse;
- le choix opérationnel conventionnel de réaliser un écrêtage des échantillons à 2 mm afin d'échantillonner les particules fines accroît l'EP en négligeant l'apport de la fraction grossière en contaminants, particulièrement dans les SAU. Des recherches récentes sur la distribution des ÉTM dans différentes fractions de sol ont mis en évidence l'importance de l'analyse granulométrique dans l'estimation de la concentration en ÉTM des sols anthropiques et que les fractions grossières de ces sols ne peuvent être négligées lors de la mesure de la CTE (Sutherland, 2003; Pratt, 2004; Wang *et al.* 2006; El Khalil *et al.* 2008; Sutherland *et al.* 2008).

Hypothèses de travail et objectifs

Une première hypothèse de cette étude est que, contrairement aux sols naturels, la fraction grossière des SAU contribue à la contamination dans ces sols. Ceci est dû au fait que la fraction grossière des SAU est constituée de débris de construction et de matériaux de remblais constituant une source en ÉTM.

Une seconde hypothèse est que les principes et techniques de la TEMM conduisent au développement d'une méthode d'échantillonnage permettant de mieux représenter la concentration totale en ÉTM que celle obtenue suite à l'utilisation d'une méthode conventionnelle basée sur le prélèvement de la fraction fine et le grappillage. Une sous-hypothèse est que l'utilisation du broyage, afin d'homogénéiser les échantillons de SAU,

permet de diminuer la variabilité des mesures de concentration totale tout en ne diluant pas l'analyte.

Afin de vérifier ces hypothèses, les objectifs spécifiques suivants ont été établis :

1. Étudier le lien entre la concentration totale extractible (CTE) en ÉTM et la distribution granulométrique de particules des échantillons de SAU;
2. Étudier l'influence du broyage sur les CTE en ÉTM mesurées et sur leur variabilité;
3. Comparer, sur la base de la CTE, les concentrations en ÉTM mesurées dans les échantillons de SAU obtenus par une méthode d'échantillonnage conventionnelle par grappillage sur la fraction fine et une méthode d'échantillonnage basée sur la TEMM développée par Boudreault *et al.* (2009);
4. Évaluer le contenu en ÉTM de composants anthropiques identifiés dans les échantillons de SAU.

CHAPITRE 3

MATÉRIEL ET MÉTHODE

Structure méthodologique de l'étude

Une structure méthodologique en trois étapes est décrite dans les sections de ce chapitre, laquelle a été conçue afin de parvenir aux objectifs de cette étude. Elles sont présentées à la Figure 3.1

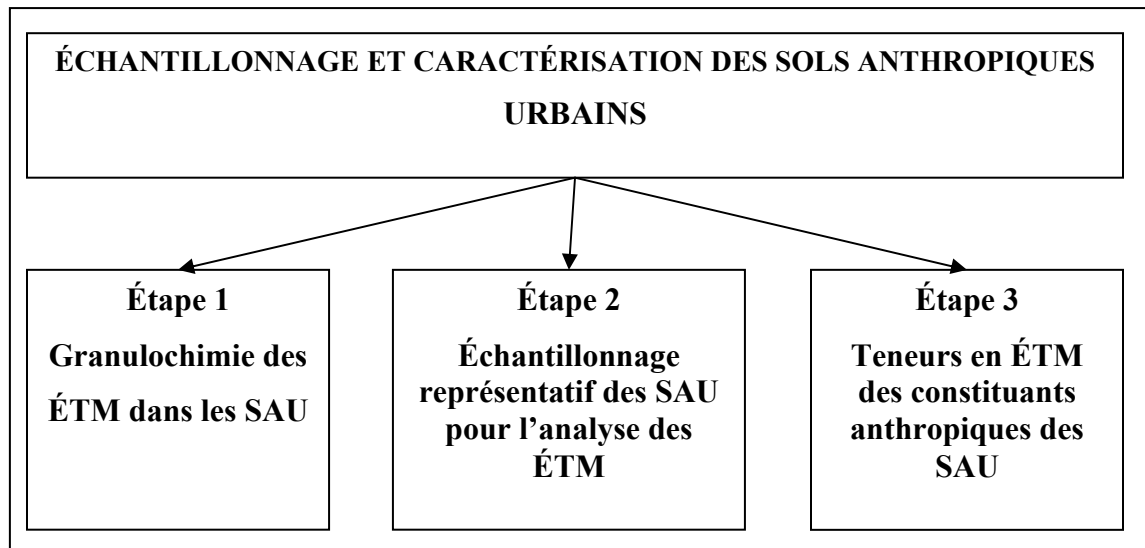


Figure 3.1 Structure méthodologique de l'étude

3.1 Généralités sur les échantillons de SAU et la méthode analytique pour la mesure des concentrations en ÉTM

Les échantillons de SAU utilisés pour cette étude proviennent d'un site contaminé au centre-ville de Montréal. Les rapports de caractérisation du terrain réalisés en 2004 par la firme Quéformat ltée (maintenant Groupe Qualitas inc.) ont permis de mettre en évidence que des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), des hydrocarbures pétroliers (HP), des

métaux ainsi que des résidus industriels et domestiques, auxquels s'ajoutent des débris de démolition, rendent ce terrain inutilisable sans une réhabilitation (Quéformat, 2004).

Dans le cadre de travaux de recherche réalisés en 2007, une nouvelle campagne d'échantillonnage a été réalisée sur ce même terrain. Celle-ci couvrait une zone de 28 m × 46 m en suivant un plan d'échantillonnage systématique. Ainsi, 32 stations d'échantillonnage ont été positionnées selon une grille ayant des mailles de 5 m de côté (Figure 3.2). Ces stations d'échantillonnages ont été utilisées dans le cadre d'une étude géostatistique (Boudreault *et al.* 2009).

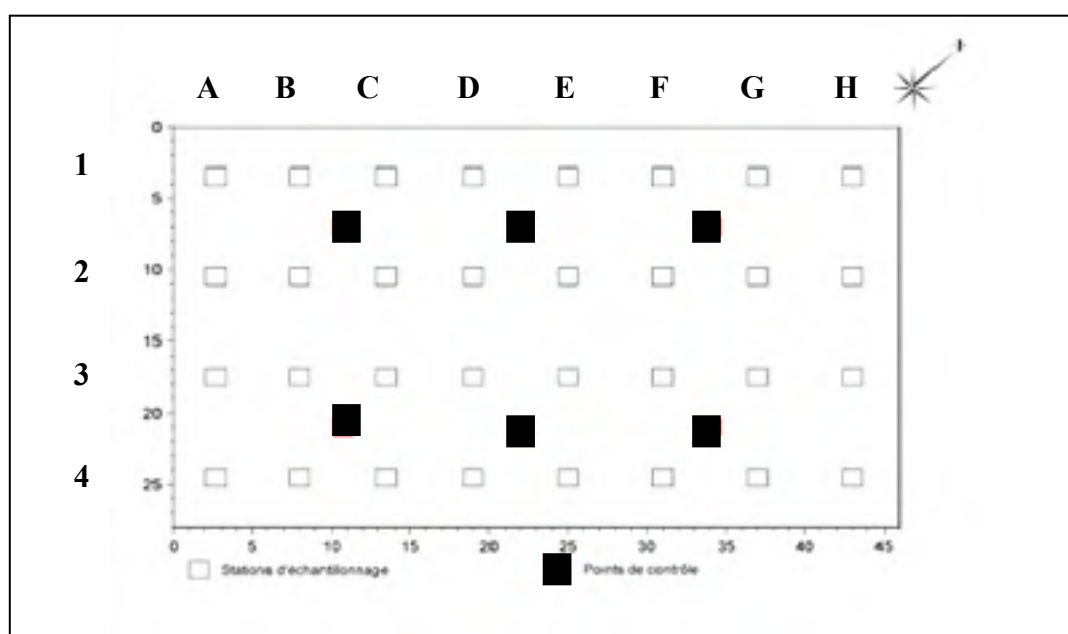


Figure 3.2 Localisation des stations d'échantillonnage et des points de contrôle
Adapté de Boudreault *et al.* (2009)

De plus, six stations d'échantillonnage supplémentaires ont été positionnées à des intervalles systématiques de 10 m tel que montré sur la figure 3.2 par les carrés pleines. Ces stations ont été utilisées comme point de contrôle dans une étude visant à comparer une méthode alternative d'échantillonnage basée sur la TEMM avec une méthode conventionnelle basée sur le grappillage et ce, de l'échantillonnage de terrain jusqu'à l'obtention d'un sous-échantillon pour l'analyse chimique (Boudreault *et al.* 2009). Ces points de contrôle ont été échantillonnés à deux profondeurs, soit entre 0 et 1,0 m dans la couche en surface du remblai

et entre 1,0 m et 1,8 m, la profondeur moyenne maximale du remblai. À chaque profondeur, un échantillon de terrain a été prélevé par type de méthode d'échantillonnage, pour un total de 12 échantillons produits par la méthode alternative de terrain et 12 échantillons produits par un grappillage conventionnel de terrain. En suivant les principes de la TEMM, la méthode alternative de Boudreault *et al.* (2009) comprenait une série d'étapes de réduction de masse sur le terrain et en laboratoire. Ainsi, un échantillon primaire de terrain d'environ 18 kg était réduit à 500 g par pelletage fractionné sur le terrain. Ensuite, des étapes de broyage et de réduction de masse par séparation séquentielle rotative ont été utilisées en laboratoire pour obtenir les sous-échantillons analytiques de 1 g. La méthode conventionnelle nécessitait d'abord le grappillage d'un échantillon primaire de terrain de 300 g, puis le grappillage d'un sous-échantillon analytique de 1 g en laboratoire.

Dans le cadre de la présente étude, 9 échantillons de terrain ont d'abord été retenus, parmi ceux prélevés par la méthode alternative, afin d'établir la granulochimie des métaux (Étape 1, section 3.2). Sur la base des travaux de Boudreault *et al.* (2009), les échantillons de terrain prélevés par la méthode alternative ont été considérés plus représentatifs que les échantillons de terrain grappillés. Ils ont donc servi de références pour l'ensemble de l'étude. Ces neuf échantillons ont également permis d'étudier l'effet du broyage sur la mesure de la CTE.

Ensuite, les 12 échantillons primaires de terrain obtenus par grappillage (méthode conventionnelle) ont été utilisés à des fins de comparaisons entre les méthodes d'échantillonnage de laboratoire (alternative et conventionnelle) (Étape 2, section 3.3). Ainsi, chaque méthode a été utilisée pour sous-échantillonner les échantillons primaires résultant du grappillage de terrain, puis les échantillons analytiques ainsi obtenus ont été analysés pour en déterminer les CTE en ÉTM. Ces dernières ainsi que leur variance ont alors été comparées pour statuer sur la représentativité des méthodes d'échantillonnage.

Il a également été possible de comparer les méthodes d'échantillonnage de laboratoire entre-elles en mesurant leur biais par rapport aux CTE mesurées et les CTE références mesurées lors de l'étape 1. La figure 3.3 illustre les étapes mentionnées.

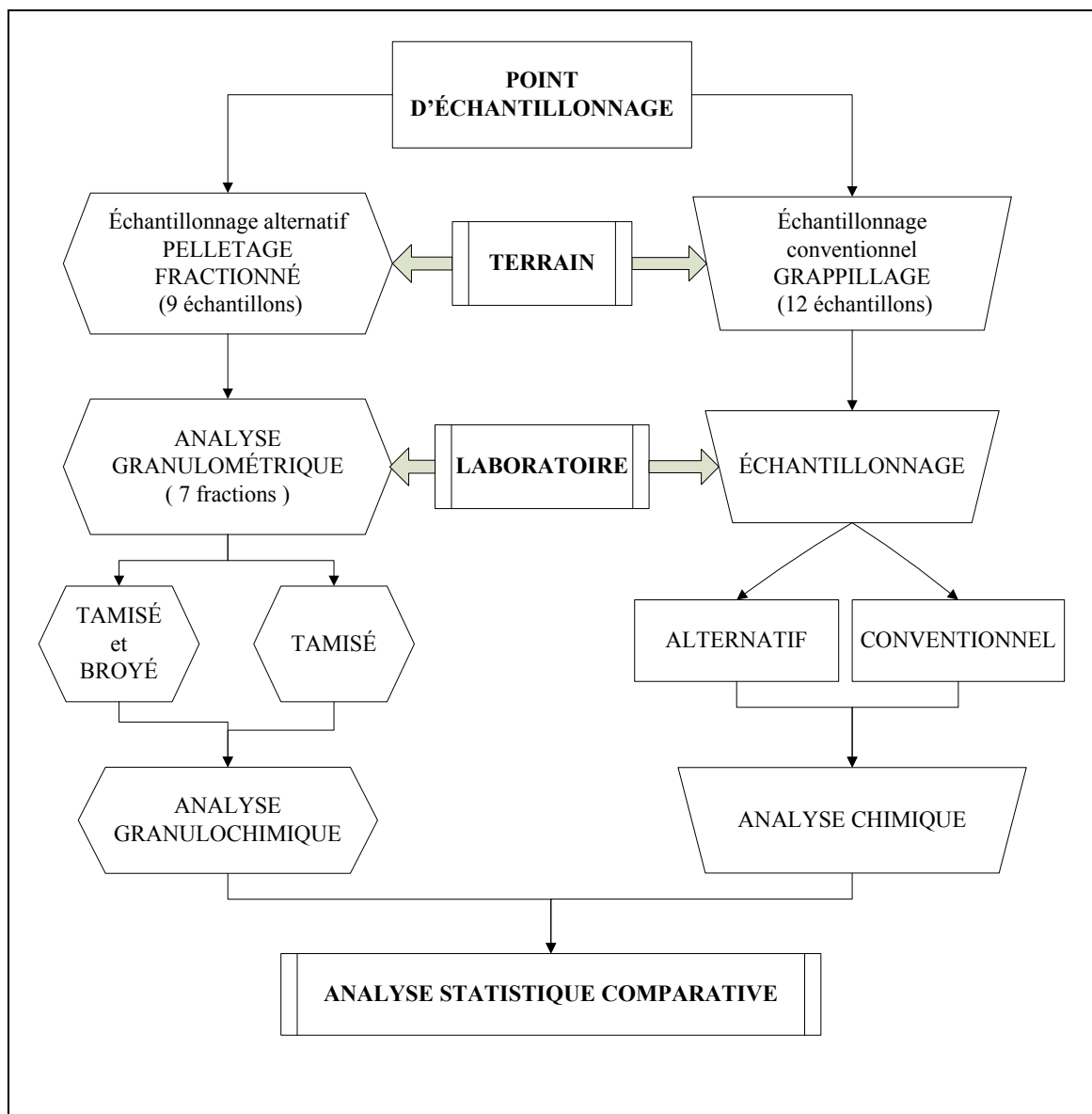


Figure 3.3 Schéma d'échantillonnage et d'analyse de SAU

Tous les échantillons ont été conservés selon les directives du MDDEP-CEAEQ (2008, 2009). Aussi, préalablement aux travaux décrits dans les prochaines sections, les échantillons ont été séchés à l'étuve à la température de 60°C.

Les concentrations totales extractibles (CTE) en ÉTM ont été déterminées dans tous les échantillons suite à une digestion par la méthode de CEAEQ. MA. 200– Mét 1.1 (CEAEQ, 2008) qui consiste en la minéralisation d'un gramme de sol avec 4 mL d'acide nitrique

(HNO₃) 50 % (v/v) et 10 mL acide chlorhydrique (HCl) 20 % (v/v) dans un bloc de digestion, Varian, à 95 °C, pendant 30 minutes.

Après la digestion complète des échantillons analytiques et le refroidissement de l'extrait de sol, une filtration sous vide a été réalisée en utilisant des digi-filtres en polyéthylène de 1 µm (SCP Science). Chaque échantillon a été ensuite jaugé à 50 ml et conservé au réfrigérateur. Les filtrats ont été analysés par spectrométrie d'émission atomique au plasma d'argon (ICP-AES, de type VISTA-MPX).

Pour calculer les CTE en ÉTM, l'équation 3.1 a été utilisée.

$$D = \frac{A \times B \times F}{C} \quad (3.1)$$

Où :

- D : concentration du métal dans l'échantillon, ou CT (mg ÉTM/kg de sol sec) ou (ppm) ;
 A : concentration du métal dans la solution dosée (mg/L) ;
 B : volume final de l'échantillon (mL) ;
 C : poids de l'échantillon utilisé exprimé sur base sèche (g) ;
 F : facteur de dilution (si nécessaire).

Les ustensiles utilisés en laboratoire étaient en polypropylène, céramique ou aluminium afin d'éviter une contamination des échantillons. Avant chaque utilisation, la vaisselle a été lavée avec de l'eau savonneuse, rincée à l'eau distillé, trempée dans une solution d'acide nitrique dilué (1 :10 v/v) et rincée à l'eau distillée afin d'éviter la contamination croisée.

3.2 Granulochimie des ÉTM et analyse statistique-fractions granulométriques

L'objectif de cette étape a été de caractériser la répartition des ÉTM dans les différentes fractions granulométriques des échantillons de SAU analysés. La méthodologie d'analyse de répartition des ÉTM est présentée à la figure 3.4.

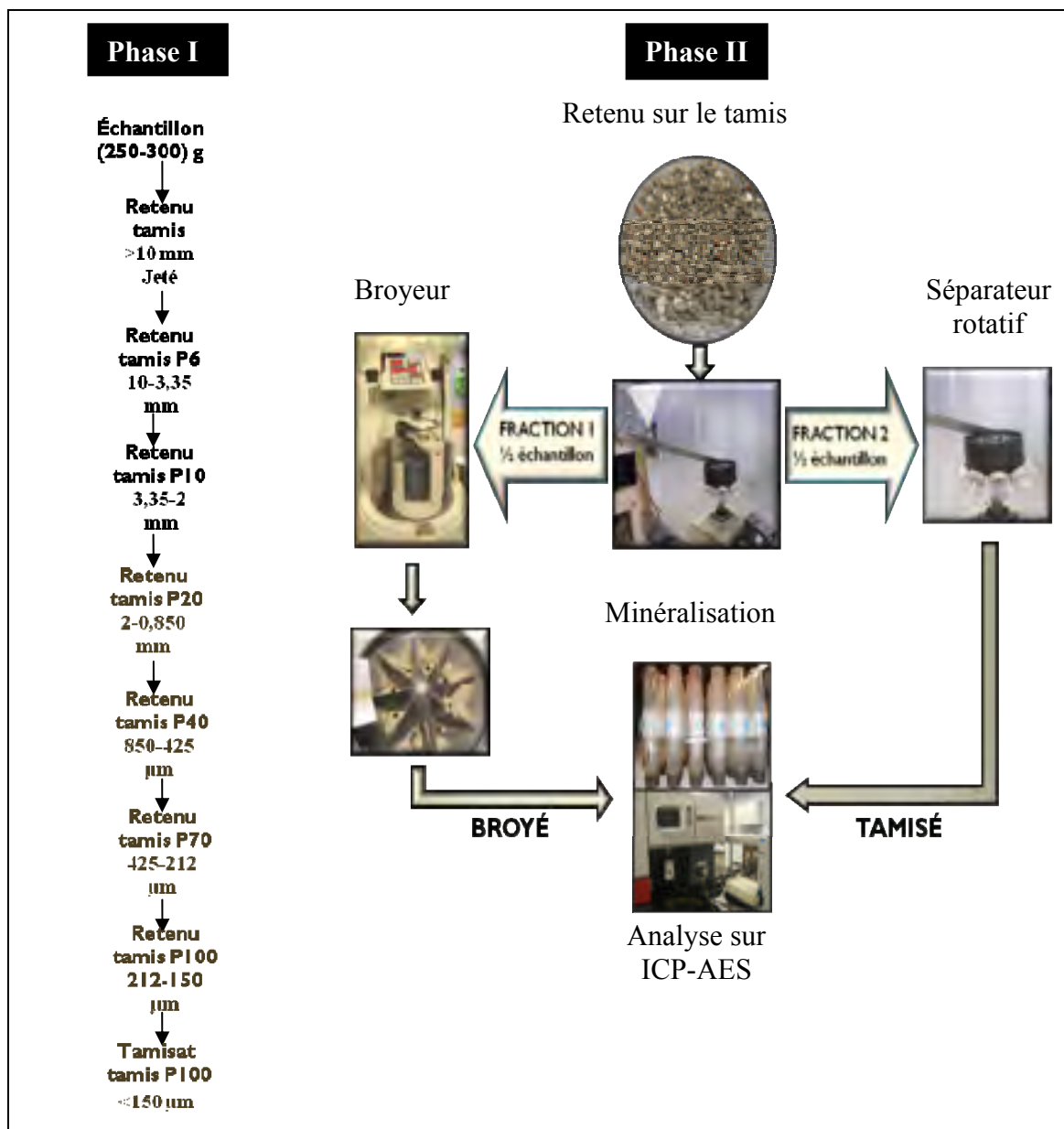


Figure 3.4 Méthode d'analyse des distributions des ÉTM dans différentes fractions granulométriques de SAU

Dans une première phase, les échantillons ont été manuellement séparés en classes granulométriques sur des tamis en plastique ou nylon. Puisque l'étude vise surtout la fraction grossière, l'analyse granulométrique à l'hydromètre de la fraction inférieure à 0,750 mm n'a pas été effectuée. Les classes granulométriques choisies représentent les refus de chaque

tamis, auxquelles s'ajoute le passant de dernier tamis (le fond). Ainsi, les sept classes granulométriques sont représentées dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1 Classes granulométriques de sol soumises aux analyses

Tamis no.	Dimensions des ouvertures (mm)	Classe granulométrique Retenu sur le tamis (mm)
3/8"	10,0	$R > 10$
P6	3,35	$3,35 < R < 10,0$
P10	2,00	$2,00 < R < 3,35$
P20	0,850	$0,850 < R < 2,00$
P40	0,425	$0,425 < R < 0,850$
P70	0,212	$0,212 < R < 0,425$
P100	0,150	$0,150 < R < 0,212$
Fond	-	$R < 0,150$

Les particules ayant un diamètre supérieur à 10 mm (Figure-A II-2) ont été rejetées pour les raisons suivantes :

- le broyeur utilisé pour l'homogénéisation des échantillons lors de l'échantillonnage alternatif de laboratoire n'admettait pas de particules plus grandes que 10 mm de diamètre;
- l'échantillonnage de terrain ayant produit les échantillons utilisés pour cette étape (méthode alternative) ne comprenait pas de broyage des particules grossières. Ces dernières ont dû être enlevées avant la réduction de masse par pelletage fractionné. Chaque échantillon de terrain ainsi produit contenait une fraction granulométrique > 10 mm de diamètre comprenant moins de 10 % de sa masse totale. Par exemple, la fraction rejetée contenait généralement quelques blocs, roches et morceaux du bois de béton dont les dimensions dépassaient généralement 30 mm. (Figure-A II-2).

L'analyse granulométrique a été effectuée selon les normes C-136 et D-422 de l'ASTM (1991). Pour la classification des sols, les coefficients de courbure (C_c) et d'uniformité (C_u) ont été calculés avec les équations 3.2 et 3.3 (Holtz et Kovacs, 2008).

$$C_u = \frac{D_{60}}{D_{10}} \quad (3.2)$$

$$C_c = \frac{D_{30}^2}{D_{10} \times D_{60}} \quad (3.3)$$

où

D_{60} : diamètre des grains (en mm) correspondant à 60 % de passant;

D_{30} : diamètre des grains (en mm) correspondant à 30 % de passant;

D_{10} : diamètre des grains (en mm) correspondant à 10 % de passant;

La classification de sols a été faite selon l'ASTM avec la spécification que les échantillons considérés n'étaient pas constitués de sol naturel, mais d'un mélange de sol naturel et de matériaux techniques (Annexe VI). Pour cette raison, dans la classification de sols de cette étude, le terme « sol de type [*classe de sol*] » sera employé. Ainsi, la classification des particules de sols naturels est présentée dans le tableau 3.2.

Contrairement à la classification des sols naturels, comme les guides de caractérisation environnementale des sols en vue d'échantillonnage considèrent la fraction fine celle inférieure à 2 mm, dans cette étude l'appellation « fine » sera utilisée pour les particules dont la taille est <2 mm.

Dans une deuxième phase, l'influence du broyage sur la mesure des concentrations en ÉTM a été déterminée pour les différentes classes granulométriques de sol. Pour ce faire, le sol de chaque classe granulométrique a été divisé en deux fractions à l'aide d'un séparateur séquentiel rotatif.

Tableau 3.2 Classification de sols
Adapté d'ASTM (1991)

Textures de sols		Granulométrie (mm)
Fraction fine	Argiles	< 0,005
	Silt	0,005-0,075
Fraction grossière	Sable fin	0,075-0,425
	Sable moyen	0,425-2
	Sable grossier	2-4,75
	Gravier	4,75-75
	Cailloux	75-300
	Blocs	>300

Une première fraction a été broyée jusqu'à ce que les particules de sol aient un diamètre inférieur à 0,150 mm. Ensuite, huit sous-échantillons de 1g de sol broyé ont été obtenus en utilisant à nouveau le séparateur rotatif. Trois d'entre-deux ont été sélectionnés aléatoirement pour l'analyse chimique. Dans cette étude, le terme « BROYÉ » a été utilisé pour désigner la fraction broyée.

Une deuxième fraction non broyée a été identifiée par le terme « TAMISÉ » et elle a été divisée en huit sous-échantillons au séparateur séquentiel rotatif. Trois d'entre-eux ont été retenus aléatoirement pour analyses chimiques.

Par ailleurs, afin de représenter la distribution de la masse d'ÉTM parmi les fractions granulométriques (*FG*), le pourcentage de la masse d'ÉTM dans chaque fraction a été calculé en utilisant l'équation 3.4 de Sutherland (2003) :

$$\% \text{ masse ETM dans FG} = 100 \times \frac{CT_i \times P_i}{\sum_{i=1}^n (CT_i \times P_i)} \quad (3.4)$$

où

CT_i : concentration totale d'ÉTM individuelle dans une fraction granulométrique (ppm);

P_i : pourcentage de masse par fraction individuelle

Analyse statistique-fractions granulométriques

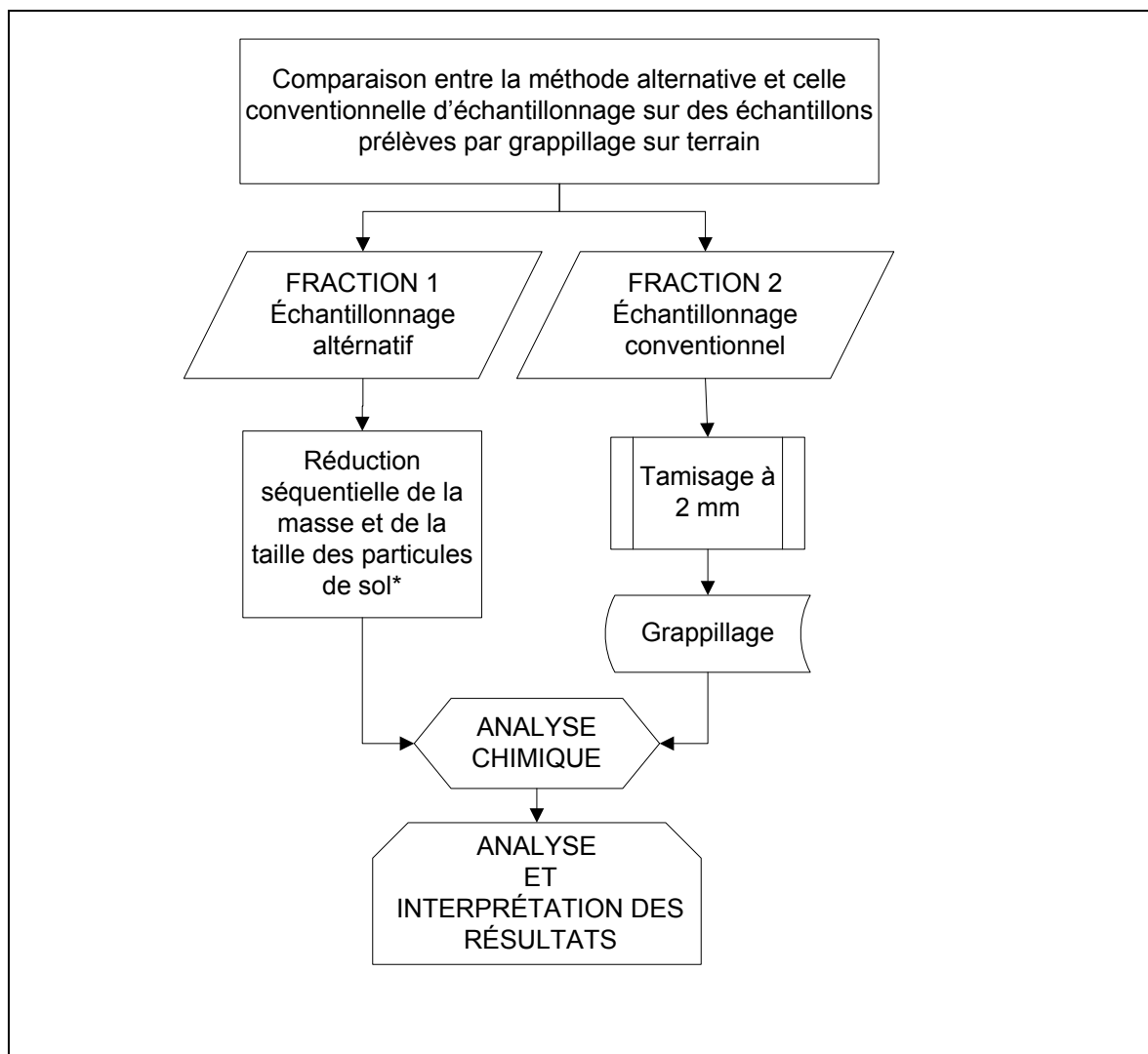
Le test non-paramétrique de Kruskal-Wallis a été utilisé dans un premier temps afin de déterminer s'il existait des différences significatives entre les CTE de chaque ÉTM mesurées dans les fractions granulométriques grossières (c.-à-d. > 2 mm) et fines (c.-à-d. < 2 mm), Kruskal-Wallis.

Par la suite, le même test a été utilisé dans le but d'identifier et de quantifier des différences significatives en CTE et en variance suite au broyage et ce, Kruskal-Wallis pour chaque fraction granulométrique et pour chaque ÉTM.

Le logiciel Minitab (Minitab Inc. 2009) a permis l'application du test Kruskal-Wallis pour l'analyse comparative.

3.3 Comparaison entre les méthodes d'échantillonnage

Premièrement, il a été nécessaire de déterminer si les concentrations obtenues par l'application de la méthode alternative d'échantillonnage en laboratoire étaient différentes de celles obtenues par l'échantillonnage conventionnel de laboratoire. Pour ce faire, les neuf échantillons obtenus sur le terrain par la méthode conventionnelle par grappillage ont été sous-échantillonnés selon les deux méthodes d'échantillonnage de laboratoire afin d'obtenir des résultats d'analyse pour chacune. La figure-A II-4 présente des échantillons de chaque point d'échantillonnage prélevés selon la méthode conventionnelle d'échantillonnage de terrain. Le schéma méthodologique de cette phase est illustré dans la figure 3.5.



*Réduction séquentielle présentée dans la figure 3.6

Figure 3.5 Méthode de comparaison échantillonnage alternatif-échantillonnage conventionnel

Les échantillons obtenus par grappillage sur le terrain avaient des masses comprises entre 200 g et 300 g. Chaque échantillon de terrain a été analysé selon les deux méthodes d'échantillonnage aux fins des travaux de l'étape 2.

Une première part a été sous-échantillonnée selon la méthode alternative d'échantillonnage de laboratoire, en ajustant les étapes séquentielles à la masse de l'échantillon de manière à obtenir trois échantillons analytiques d'environ 1 gramme aux fins d'analyse des CTE en

ÉTM. Le schéma de réduction de la taille des particules et de la masse de l'échantillon par broyages successifs et séparations rotatives est présenté à la figure 3.6. Les résultats obtenus pour ces échantillons ont été identifiés par le terme « ALTERNATIF ».

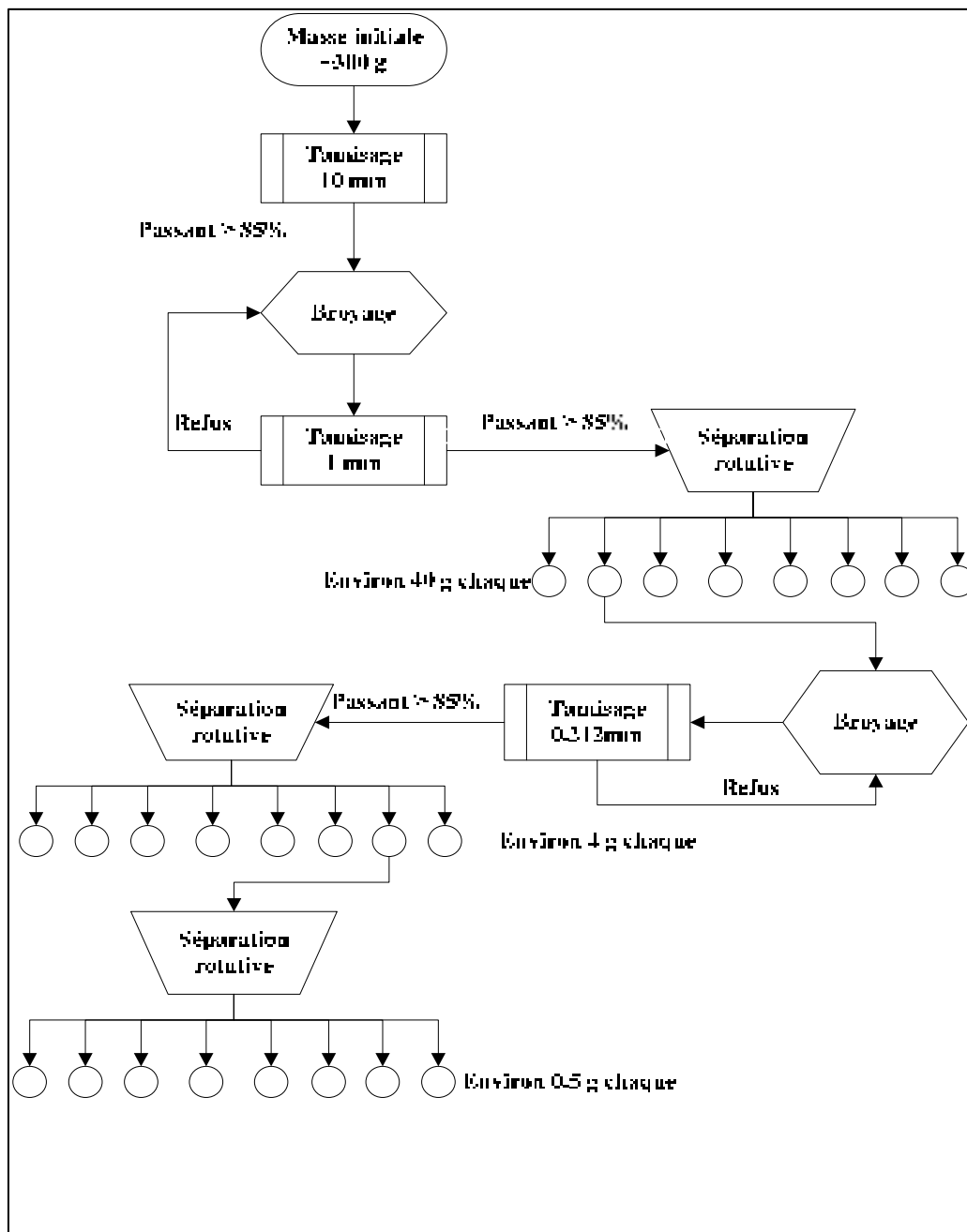


Figure 3.6 Schéma d'échantillonnage alternatif en laboratoire

Un second sous-échantillon a été tamisé à 2 mm, puis sous-échantillonné par grappillage afin d'obtenir trois sous-échantillons analytiques d'environ 1 gramme. Les résultats obtenus pour ces échantillons ont été identifiés par le terme « CONVENTIONNEL ».

Par ailleurs, afin de statuer sur la capacité de la méthode alternative d'échantillonnage de laboratoire à mieux représenter les CTE en ÉTM que la méthode de laboratoire conventionnelle basée sur le grappillage, les CTE mesurées dans les échantillons produits par chaque méthode ont été comparées aux CTE de référence pondérées selon la granulochimie. Rappelons que ces CTE de référence ont été mesurées à l'étape 1 sur des échantillons de terrain obtenus par la méthode alternative d'échantillonnage de terrain.

Analyse statistique-méthodes d'échantillonnage

Les deux méthodes d'échantillonnage de laboratoire ont pu être comparées sur la base de leur représentativité (dont le concept a été développé à la section 2.5.1). Ainsi, le test de Kruskal-Wallis a d'abord été utilisé afin d'identifier et de quantifier tout biais significatif entre elles sur la base de leurs CTE et de leurs CTE pondérées, ainsi qu'avec les CTE références mesurées à l'étape 1. Ensuite, le même test a été utilisé dans le but de quantifier les différences significatives dans les variances des CTE attribuables à chaque méthode.

Le coefficient de variation (CV), soit la racine carrée de la variance relative, a également été utilisé comme indicateur qualitatif de la reproductibilité des méthodes d'échantillonnage de laboratoire étudiée.

Un schéma montrant les deux étapes de comparaison entre les méthodes d'échantillonnage en laboratoire appliquées aux concentrations pondérées est présenté à la figure 3.7.

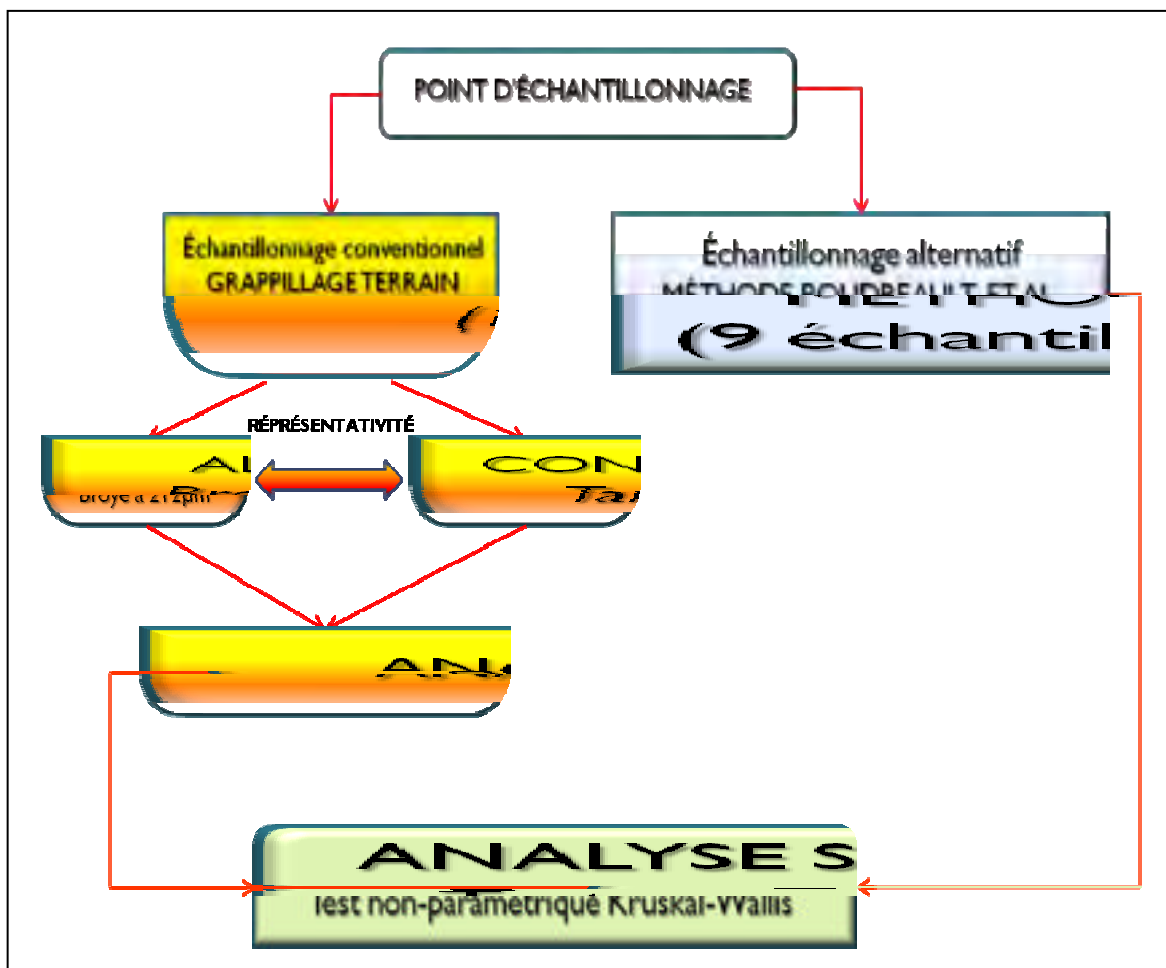


Figure 3.7 Comparaison entre les méthodes d'échantillonnage

3.4 Distribution des ÉTM dans les constituants anthropiques de SAU

Cette étape visait à déterminer les concentrations en ÉTM dans différents matériaux anthropiques retrouvés dans les échantillons de SAU. Les matériaux anthropiques typiquement identifiés ont été des fragments de brique, de béton, de pierre concassée, de schiste, de mâchefers. Des graviers ont également été identifiés (Figure-A II-5).

Les échantillons de matériaux anthropiques, dont la masse variait entre 30 g et 100 g pour chaque matériel ont été prélevés à partir des échantillons produits par la méthode conventionnelle d'échantillonnage de terrain, c.-à-d que des fractions grossières provenant

des échantillons de chaque point d'échantillonnage ont été prélevées. Ceci a permis d'obtenir des échantillons de ces matériaux pour chaque point d'échantillonnage sur le terrain. La taille des particules de ces matériaux variait de 2 mm à 30 mm. Après un brossage et un lavage à l'eau du robinet afin de les libérer de toute particule fine adhérente, les matériaux ont été rincés à l'eau distillée, puis séchés pendant 24 heures à 60°C. Ensuite, ils ont été broyés à 0,212 mm et subdivisés par séparation rotative, jusqu'à l'obtention de sous-échantillons analytiques d'environ 1 gramme. Trois sous-échantillons analytiques ont été sélectionnés aléatoirement pour chaque matériau et chaque point d'échantillonnage.

3.5 Méthode quantitative – Test de Kruskal-Wallis

Les méthodes de comparaison utilisent le test d'hypothèse, qui est une démarche consistant à rejeter ou accepter une hypothèse statistique, appelée nulle (H_0). Dans le cas de rejet de l'hypothèse nulle, il faut accepter une hypothèse alternative (H_1). Le test est fait sur des échantillons indépendants, c.-à-d. que les résultats de l'un n'influencent pas les probabilités de l'autre. En général, l'hypothèse nulle suppose l'homogénéité entre les échantillons, tandis que celle alternative (H_1) admet qu'au moins deux échantillons parmi les échantillons comparés soient différents l'un de l'autre.

Cette analyse permet d'obtenir une approximation associée à une probabilité p que l'hypothèse nulle soit vraie selon les échantillons analysés. Donc, plus la valeur de p est petite, plus le test met en évidence l'hypothèse nulle. Un seuil de décision ou risque d'erreur (α) est associé à p . Si $p \geq \alpha$ l'hypothèse nulle est acceptée et elle est rejetée lorsque $p < \alpha$. (Conover, 1998). Dans cette étude, le risque d'erreur (α) a été fixé de manière conventionnelle à 0,05.

Le test de Kruskal-Wallis est un test d'homogénéité non-paramétrique, c'est-à-dire qu'il permet de ne faire aucune hypothèse sur la forme des distributions des données testées. Il est l'équivalent non-paramétrique de l'analyse de variance. Le test n'utilise pas les valeurs des

observations de chaque ensemble de données, mais les rangs occupés par ces observations une fois qu'elles ont été réunies dans un seul « supra-ensemble ». (Logiciel Minitab 15). Les rangs occupés par chaque ensemble sont ensuite comparés. Par exemple, si un ensemble occupe globalement des rangs plus grands qu'un autre au sein du « supra-ensemble », on conclura à une différence significative entre les deux ensembles. L'expression des résultats est généralement sous la forme d'une comparaison des observations médianes de chaque ensemble accompagnée de la probabilité, p , que cette comparaison résulte en une erreur d'inférence.

CHAPITRE 4

RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS

4.1 Distribution granulométrique et degré d'étalement

Le but de cette section est de déterminer la contribution massique de chaque élément trace dans différentes classes granulométriques afin d'avoir un aperçu de la contribution des fractions grossières à la CTE en ÉTM des échantillons de SAU.

Les courbes granulométriques des échantillons prélevés selon la méthode alternative de Boudreault *et al.*, (2009) sont présentées à la figure 4.1. En premier lieu, le graphique montre que les particules ayant un diamètre entre 10 et 3,35 mm représentent de 28 % à 50 % de la masse totale, et que les particules dont le diamètre est entre 10 et 2 mm constituent 28 % à 67 % de la masse totale de l'échantillon. Cela signifie que, de manière générale, près de la moitié de la masse de sol soumise aux analyses ne serait pas prise en considération lors d'un échantillonnage conventionnel, alors que seulement la fraction inférieure à 2 mm est préservée. Les échantillons analysés contenaient, en moyenne, 56 % de particules de type gravier et sable grossier, 24 % de type sable moyen et 20 % de type sable fin.

Le tableau 4.1 présente les diamètres des particules correspondant à 60 % (D_{60}), 50 % (D_{50}), 30 % (D_{30}) et 10 % (D_{10}) de passant massique, ainsi que les coefficients d'uniformité (Cu) et de courbure (Cc). Pour quatre échantillons, les diamètres des particules correspondant à 10% de passant en masse, (D_{10}) n'ont pas pu être établis, car ils étaient inférieurs à 0,150 mm.

Les tailles des particules correspondant à 50% de passant massique D_{50} montrent que plus de la moitié des échantillons sont constitués de particules > 2 mm. Par ailleurs, les coefficients d'uniformité (Cu) varient entre 11 et 38 tandis que les coefficients de courbure (Cc) sont tous dans la gamme $1 < Cc < 3$, ce qui indique que les cinq échantillons pour lesquels l'analyse des coefficients a pu être faite étaient bien étalés selon Holtz et Kovacs (2008).

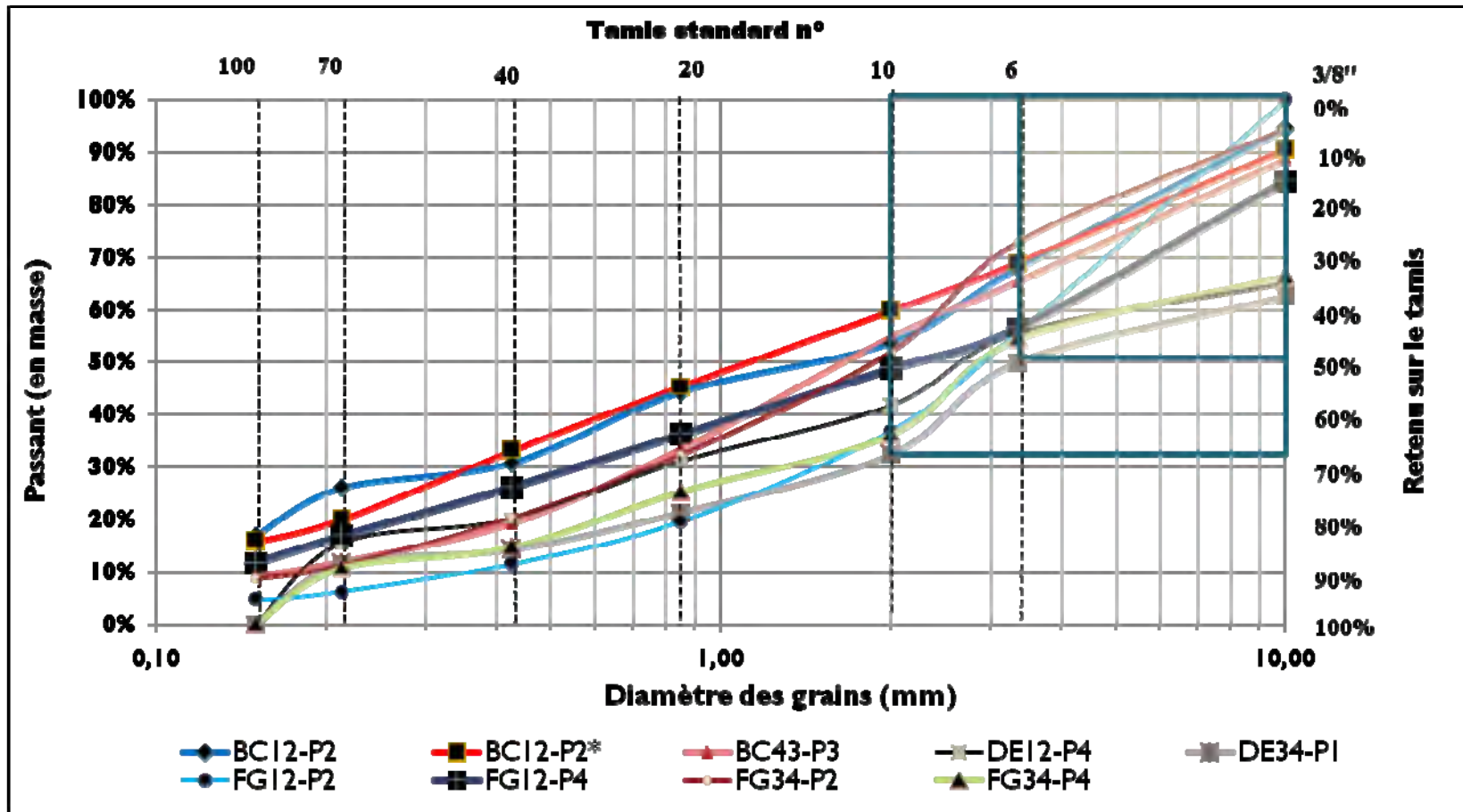


Figure 4.1 Courbes granulométriques

Tableau 4.1 Paramètres granulométriques

Échantillons	D₆₀	D₅₀	D₃₀	D₁₀	Cu	Cc
BC12-P2	2,50	1,50	0,43	nd	nd	nd
BC12-P2*	2,00	1,25	0,38	nd	nd	nd
BC34-P3	2,70	1,85	0,72	0,18	15,0	1,07
DE12-P4	5,00	2,6	0,8	0,13	38,5	0,98
DE34-P1	8,0	3,4	1,85	0,18	44,4	2,38
FG12-P2	3,80	2,90	1,60	0,35	10,9	1,92
FG12-P4	4,00	2,25	0,55	nd	nd	nd
FG34-P2	2,50	1,90	0,75	0,18	13,9	1,25
FG34-P4	5,00	2,80	1,40	0,2	25,0	1,96

*Duplicata de l'échantillon BC12-P2

En plus de l'analyse granulométrique, une description visuelle sommaire des échantillons a été effectuée et présentée au tableau 4.2.

Tableau 4.2 Description des échantillons

Échantillon	Description
BC12-P2	sable fin, béton, gravier grossier, briques, mâchefer
BC12-P2*	sable fin, béton, gravier grossier
BC34-P3	gravier grossier, briques
DE12-P4	gravier grossier, béton, briques, bois, mâchefer
DE34-P1	sable fin, béton, briques, gravier grossier
FG12-P2	sable fin aggloméré
FG12-P4	gravier grossier, béton, briques, mâchefer
FG34-P2	gravier grossier, briques, sable fin aggloméré, mâchefer
FG34-P4	gravier grossier, béton, briques, sable fin

Le premier refus grossier (supérieur à 10 mm) était principalement constitué de cailloux et de morceaux de bois. Les matériaux anthropiques, tels que les morceaux de brique, de béton et de mâchefer, étaient plutôt typiques de la fraction granulométrique entre 2 mm et 10 mm. El Khalil *et al.* (2007, p36) ont souligné que « la fraction grossière technique est quasi-absente dans les sols faiblement anthropisés et atteint plus de 14 % en masse dans les Technosols » et que cette fraction grossière, « habituellement négligée dans les analyses [...] a une contribution remarquable à l'alimentation de la solution du sol ».

Ainsi, il est possible d'appuyer l'hypothèse que dans les SAU, la fraction supérieure à 2 mm ne devrait pas être négligée aux fins d'analyse, car elle représente une partie importante de la masse des échantillons. De plus, elle est constituée en partie de matériaux anthropiques dont la teneur en ÉTM et leur affinité pour ces contaminants ne sont pas connues mais peuvent s'avérer importants.

4.2 Granulochimie des ÉTM dans les échantillons de SAU

4.2.1 Répartition des ÉTM parmi les fractions granulométriques tamisées

Le tableau-A III-1 présente les CTE mesurées pour chaque métal dans chaque fraction granulométrique. Le test de Kruskal-Wallis a été utilisé afin de quantifier les différences entre les CTE mesurées dans les fractions > 2 mm et celles mesurées dans les fractions < 2 mm. Les résultats du test sont présentés au tableau 4.3.

Les différences entre les ensembles de CTE pour chaque groupe de fractions granulométriques sont représentées par les différences de leur valeur médiane respective. Ainsi, aucune différence significative n'a été détectée entre les CTE mesurées dans les fractions granulométrique grossières (> 2 mm) et fines (< 2 mm), sauf pour le Pb. Dans ce dernier cas, la concentration en Pb des fractions grossières est significativement plus petite que celle des fractions fines. Cela peut être expliqué par la manque d'homogénéisation des échantillons.

Tableau 4.3 Analyse des CTE médianes des fractions granulométriques

Échantillons tamisés		ÉTM							
		Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
CTE médiane (ppm)	Fraction. > 2 mm	8,65	7,30	15,9	40,3	480,9	19,1	208,1	150,2
	Fraction < 2 mm	9,20	7,80	20,3	52,3	484,4	23,8	532,0	234,5
Différence entre les CTE médianes		-0,55	-0,50	-4,45	-12,0	-3,50	-4,75	-324	-84,3
<i>p</i>		0,89	0,45	0,07	0,05	0,84	0,17	0,01	0,07

($p < 0,05$ indique une différence significative)

Dans une étude sur les débris de démolition (béton, briques, asphalte, gypse, papier et bois), dont la taille des particules variait de 0,6 à 5 cm, Townsend *et al.* (2004) rapportent des concentrations élevées en Cr, Cu Ni, Pb et Zn. L'influence de la présence des matériaux techniques (matériaux de construction, métal, papier et tissus) dans la fraction grossière de sol sur les concentrations en ÉTM est soulignée aussi par El Khalil *et al.* (2008). Par exemple, ces auteurs ont rapporté que la présence de Zn, Cd, Cu et parfois de Ni peut être rattachée à cette fraction.

La masse totale d'ÉTM dans une fraction granulométrique (la concentration pondérée) est obtenue en multipliant la concentration totale en ÉTM de cette fraction par le pourcentage de masse qu'elle représente (Dubé, 1997). Les valeurs obtenues pour les échantillons analysés sont présentées au tableau A-III-2. Le test de Kruskal-Wallis a été réalisé sur les CTE pondérées et les résultats sont présentés au tableau 4.4.

Ainsi, contrairement aux résultats précédents obtenus avec les CTE non pondérées, on remarque maintenant des différences significatives entre les CTE pondérées mesurées dans les fractions grossières et fines et ce, pour tous les ÉTM sauf le Cu, le Pb et le Zn. Dans tous ces cas, les CTE pondérées étaient plus grandes dans les fractions grossières, soulignant ainsi

que ces fractions contiennent davantage de masse d'ÉTM que les fractions fines. Le cas du Pb demeure particulier en ce sens que lorsque l'on considère les CTE pondérées, aucune différence significative ne subsiste entre celles mesurées dans les fractions grossières et fines. Ainsi, bien que les CTE non pondérées en Pb soient significativement plus grande dans les fractions fines, le pourcentage massique de celles-ci n'était pas suffisant pour représenter une masse plus importante en Pb que celle contenu dans les fractions grossières.

Tableau 4. 4 Analyse des CTE médianes pondérées des fractions granulométriques

Échantillons tamisés		ÉTM							
		Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
CTE médiane pondérée(ppm)	Fraction > 2mm	1,15	1,20	2,40	7,10	84,0	4,00	20,0	28,7
	Fraction < 2mm	0,80	0,80	1,90	4,80	44,5	2,30	26,8	20,9
Différence entre les CTE médianes pondérées		0,35	0,40	0,50	2,30	39,5	1,70	-6,80	7,75
<i>p</i>		0,00	0,01	0,02	0,11	0,00	0,01	0,73	0,11

($p < 0,05$ indique une différence significative)

L'étude d'El Khalil *et al.* (2008) souligne également que dans la fraction granulométrique supérieure à 2 mm les concentrations pondérées étaient plus grandes que celles obtenues dans les fractions inférieures à 2 mm pour le Cd, Co, Cr, Mn et Ni. Cela démontre que la fraction grossière peut contenir une partie importante de la masse d'ÉTM dans les sols anthropiques.

De plus, Freyssinet *et al.* (1998) ont montré que les plus grandes concentrations en Zn, Pb, Ni et Cr se trouvent dans les fractions granulométriques de 1,25 mm à 5 mm et même dans la fraction de 5 mm à 20 mm (pour le Cr en particulier) dans les mâchefers et les résidus d'incinération.

4.2.2 Influence du broyage sur la CTE en ÉTM mesurée dans les fractions granulométriques de sol

Le broyage d'un échantillon granulaire permet son homogénéisation en prévision d'un sous-échantillonnage ou d'une analyse. L'effet du broyage sur les CTE mesurées et la variabilité de ces mesures a été étudié afin de déterminer l'utilité de cette technique en caractérisation des sols contaminés par des ÉTM.

Les Figures-A III-1; A III-8 1 (Annexe III) comparent les CTE en ÉTM mesurées suite au broyage de chaque fraction granulométrique avec les CTE mesurées sur les échantillons simplement tamisés (c.-à-d. non broyés). Ces dernières CTE sont les mêmes que celles présentées au tableau-A III-1. En examinant ces figures, on constate qu'il puisse exister des différences engendrées par le broyage sur les CTE mesurées dans les fractions grossières principalement.

Le test de Kruskal-Wallis a également été utilisé avec ces données afin de mesurer les différences significatives pouvant exister entre les CTE mesurées dans les échantillons broyés et seulement tamisés (c.-à-d. non-broyés). Les résultats du test sont présentés au tableau 4.5.

Premièrement, ces résultats montrent que le broyage a eu peu d'effet globalement sur les CTE mesurées dans les fractions granulométriques grossières (> 2 mm) et fines (< 2 mm). La différence significative mesurée pour le Pb avec les échantillons tamisés demeure, alors que le broyage a fait apparaître une différence significative dans les CTE de Cd mesurées dans les fractions grossières et fines. Contrairement au Pb, la CTE en Cd dans la fraction grossière est plus grande que dans la fraction fine. Il apparaît donc que le broyage a eu pour effet de libérer davantage de Cd des fractions grossières.

Lorsqu'on analyse les CTE mesurées dans chaque groupe de fractions granulométriques avant et après broyage, on remarque que ce dernier a eu pour effet d'augmenter les CTE des

fractions grossières de manière significative pour le Cd, le Cr et le Ni. Le broyage n'a produit aucune augmentation significative des CTE mesurées dans les fractions fines.

Tableau 4.5 Analyse des CTE médianes des échantillons broyés et non-broyés

Paramètres		ÉTM							
		Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
Échantillons tamisés et broyés									
CTE médiane (ppm)	Fraction > 2mm	11,3	9,03	23,0	61,7	488,5	27,3	286	252
	Fraction < 2mm	9,50	8,23	22,9	55,05	490	24,2	532,3	245,8
Différence entre les CTE médianes		1,80	0,80	0,11	6,61	-1,30	3,13	-246	5,70
<i>p</i>		0,01	0,07	0,35	0,77	0,37	0,21	0,03	0,67
Fractions granulométriques > 2mm									
CTE médiane (ppm)	Échantillons tamisés	8,65	7,30	15,9	40,3	481	19,1	208	150
	Échantillons tamisés et broyés	11,3	9,03	23,0	61,7	489	27,3	286	252
Différence entre les CTE médianes		-2,65	-1,73	-7,19	-21,4	-7,60	-8,28	-78,3	-101
<i>p</i>		0,01	0,05	0,01	0,06	0,43	0,02	0,20	0,28
Fractions granulométriques < 2mm									
CTE médiane (ppm)	Échantillons tamisés	9,20	7,80	20,3	52,3	484	23,8	532	235
	Échantillons tamisés et broyés	9,50	8,23	22,9	55,1	490	24,2	532	246
Différence entre les CTE médianes		-0,30	-0,43	-2,63	-2,75	-5,40	-0,40	-0,30	-11,3
<i>p</i>		0,21	0,54	0,12	0,55	0,64	0,68	0,76	0,99

($p < 0.05$ indique une différence significative)

Concernant les CTE pondérées pour chaque fraction granulométrique analysée, les graphiques de la figure A-IV-1, indiquent que les ÉTM sont distribués dans la fraction grossière (c.-à-d. 10-3,35 mm) en proportion de 40 à 50 % pour les échantillons tamisés et broyés et de 30 à 40 % pour les échantillons seulement tamisés. Dans la fraction la plus fine, soit inférieure à 0,150 mm, ces proportions sont de 10 à 20 % et de 15 à 25 % respectivement. Il semblerait donc que le broyage a eu pour effet de libérer davantage de métal pour l'analyse dans les fractions grossières principalement.

Les résultats du test de Kruskal-Wallis réalisé sur CTE pondérées mesurées dans les échantillons tamisés et broyés a révélé des différences significatives entre les CTE pondérées des fractions granulométriques grossières et fines pour tous les ÉTM, sauf pour le Pb (Tableau 4.6). Ainsi, comparativement à l'analyse effectuée sur les CTE pondérées des échantillons seulement tamisés, les CTE pondérées en Cu et en Zn des fractions grossières apparaissaient significativement plus grande suite au broyage des échantillons. Cet effet est probablement dû à la diminution significative des variances des CTE mesurées suite au broyage, ce qui a permis de distinguer plus facilement les ensembles de CTE correspondant aux fractions grossières ou fines.

En effet, en analysant les résultats du test de Kruskal-Wallis visant à quantifier l'effet du broyage sur les CTE pondérées au sein de chaque groupe de fractions granulométriques, on remarque que ni pour les fractions grossières, ni pour les fractions fines, le broyage a eu un effet significatif sur les CTE pondérées de chaque ÉTM.

L'effet du broyage sur les CTE mesurées dans les fractions granulométriques grossières et fines a également été étudié en termes de la variance associée à la mesure de la CTE. Le test de Kruskal-Wallis, dont les résultats sont présentés au tableau 4.7 permet de constater que le broyage a engendré une importante réduction de la variance des mesures de CTE pour tous les ÉTM. Cette réduction de la variance semble également avoir été plus importante pour les CTE mesurées dans les fractions grossières.

Tableau 4.6 Analyse des CTE médianes pondérées des fractions granulométriques des échantillons tamisés et des échantillons tamisés et broyés

Paramètres		ÉTM (ppm)							
		Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
Échantillons tamisés									
Fractions > 2 mm		1,15	1,20	2,40	7,10	84,0	4,00	20,0	28,7
Fractions < 2 mm		0,80	0,80	1,90	4,80	44,5	2,30	26,8	20,9
Différence		0,35	0,40	0,50	2,30	39,5	1,70	-6,80	7,75
p		0,00	0,01	0,02	0,11	0,00	0,01	0,73	0,11
Échantillons tamisés et broyés									
Fractions > 2 mm		1,88	1,80	4,36	11,7	87,2	4,38	26,9	35,2
Fractions < 2 mm		0,86	0,82	1,98	4,52	47,3	2,19	27,4	15,1
Différence		1,01	0,98	2,38	7,18	40	2,19	-0,56	20,2
p		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,68	0,03
Fractions granulométriques > 2mm									
Échantillons	Tamisés	1,15	1,20	2,40	7,10	84,0	4,00	20,0	28,7
	Tamisés et broyés	1,88	1,80	4,36	11,7	87,2	4,38	26,9	35,2
Différence		-0,73	-0,60	-1,96	-4,60	-3,23	-0,38	-6,85	-6,59
p		0,09	0,33	0,05	0,06	0,68	0,30	0,45	0,38
Fractions granulométriques < 2mm									
Échantillons	Tamisés	0,80	0,80	1,90	4,80	44,5	2,30	26,8	20,9
	Tamisés et broyés	0,86	0,82	1,98	4,52	47,3	2,19	27,4	15,1
Différence		-0,06	-0,02	-0,08	0,29	-2,78	0,11	-0,61	5,81
p		0,89	0,85	0,55	0,92	0,84	0,93	0,73	0,76

(p< 0.05 indique une différence significative)

Tableau 4.7 Analyse de l'effet du broyage sur les variances médianes des CTE

Paramètres	ÉTM							
	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
Échantillons tamisés								
Granulométrie > 2 mm	0,0505	0,0136	0,0237	0,0302	0,0254	0,0205	0,0416	0,0150
Granulométrie < 2 mm	0,0012	0,0011	0,0014	0,0034	0,0012	0,0007	0,0046	0,0014
Différence	0,0493	0,0125	0,0223	0,0267	0,0242	0,0198	0,0370	0,0136
p < 0.05	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Échantillons tamisés et broyés								
Granulométrie > 2 mm	0,0002	0,0002	0,0003	0,0002	0,0003	0,0002	0,0003	0,0002
Granulométrie < 2 mm	0,0026	0,0002	0,0002	0,0004	0,0002	0,0002	0,0001	0,0001
Différence	-0,0024	0,0000	0,0001	-0,0002	0,0001	-0,0001	0,0002	0,0001
p < 0,05	0,76	0,75	0,31	0,19	0,27	0,57	0,12	0,11
Fractions granulométriques > 2mm								
Échantillons tamisés	0,0505	0,0136	0,0237	0,0302	0,0254	0,0205	0,0416	0,0150
Échantillons tamisés et broyés	0,0002	0,0002	0,0003	0,0002	0,0003	0,0002	0,0003	0,0002
Différence	0,0503	0,0134	0,0234	0,0300	0,0251	0,0203	0,0413	0,0148
p < 0,05	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Fractions granulométriques < 2mm								
Échantillons tamisés	0,0012	0,0011	0,0014	0,0034	0,0012	0,0007	0,0046	0,0014
Échantillons tamisés et broyés	0,0026	0,0002	0,0002	0,0004	0,0002	0,0002	0,0001	0,0001
Différence	-0,0014	0,0008	0,0012	0,0031	0,0010	0,0004	0,0045	0,0013
p < 0,05	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,001	0,00	0,00

(p < 0.05 indique une différence significative)

Ces comparaisons permettent de souligner à nouveau que le broyage a eu peu d'influence sur les CTE mesurées dans les fractions fines, alors que, dans les fractions grossières, il libère davantage de métaux pour l'analyse, notamment de Cd, Cr et Ni. Ces résultats sont soutenus par les études de Pitard (1993); Gy (1996); Gerlach *et al.* (2002); Dubé *et al.* (2008) ainsi que Boudreault *et al.* (2009) dans lesquelles il est indiqué que l'hétérogénéité est un facteur majeur influençant la mesure des CTE en ÉTM dans les sols. De même, le broyage avait occasionné une réduction non négligeable de la variance des mesures de CTE pour tous les ÉTM analysés.

Dans un premier temps, il est possible de constater que la variance des CTE mesurées dans les fractions granulométriques grossières était plus grande, par au moins un ordre de grandeur, que celle des CTE mesurées dans les fractions granulométriques fines et ce, pour tous les ÉTM dans le cas des échantillons tamisés. Par contre, suite au broyage des échantillons les variances des CTE mesurées dans les fractions granulométriques grossières et fines ont significativement diminué pour tous les ÉTM. Ceci a fait qu'aucune différence significative entre les variances des mesures de CTE dans les deux groupes de fractions granulométriques n'a subsisté suite au broyage. La réduction de la variance des CTE mesurées dans les fractions grossières a été plus grande, par plus d'un ordre de grandeur, que celle des CTE mesurées dans les fractions fines.

Dans un second temps, des différences significatives des variances des CTE entre les échantillons tamisés et les échantillons tamisés et broyés ont été observées pour les fractions granulométriques > 2mm ainsi que pour celles < 2 mm et ce, pour tous les ÉTM.

4.3 Distribution des ÉTM dans des matériaux de remblai (briques, mâchefer, béton, pierre concassée)

En vue de déterminer la distribution des ÉTM dans différents matériaux de remblai, les CTE ont été mesurées dans des résidus de brique, de mâchefer, de béton et de pierre (ordinaire et

des schistes) prélevés dans les échantillons de SAU. Les résultats de ces analyses sont présentés au tableau-A IV-2.

Il est possible de constater que la pierre présente des teneurs en Cd qui dépassent la CTE moyenne dans le lot d'échantillonnage. Les CTE moyennes du Cd, Co, Cr et Ni sont supérieures à la moyenne du lot dans le schiste. Quand aux mâchefers, ils présentent des CTE en Cd, Cu, Pb et Zn sous la concentration moyenne du lot.

La littérature fait état de peu de données sur la teneur en ÉTM dans les débris de construction ou les matériaux techniques retrouvés dans les SAU. Les études de Townsend *et al.* (2004), d'El Khalil *et al.* (2008) et de Freyssinet *et al.* (1998) montrent que dans ces matériaux, les concentrations en ÉTM sont plus élevées dans les fractions entre 2 et 5 mm, particulièrement pour les Cd, Co, Cu, Ni, Pb et Zn, montrant ainsi que les fractions grossières, particulièrement dans les sols anthropiques, doivent être prises en compte lors de l'analyse visant à déterminer les CTE en ÉTM.

Dans le cadre de la présente étude, la grande hétérogénéité dans la nature des matériaux anthropiques constituant notamment les fractions grossières (photos de l'Annexe VII sur les échantillons de sols anthropiques analysés) et les CTE plus grandes que celles du lot en Cd, Co, Cr et Ni dans la fraction de 2 à 10 mm confirment également l'apport des fractions grossières anthropique à la contamination du sol.

4.4 Comparaison entre les méthodes d'échantillonnage alternative et conventionnelle

Afin de vérifier l'hypothèse formulée au chapitre 2 à l'effet qu'une méthode d'échantillonnage basée sur les principes de la TEMM permet d'accroître la représentativité des échantillons comparativement à une méthode basée sur le grappillage, une comparaison statistique basée sur le test non-paramétrique de Kruskal-Wallis a été effectuée en vue d'identifier tout biais relatif entre les méthodes d'échantillonnage de laboratoire (c.-à-d. entre

la méthode conventionnelle par grappillage de la fraction < 2 mm et la méthode alternative de Boudreault *et al.* (2009)). Ensuite, une comparaison statistique avec ce même test a également été réalisée dans le but d'identifier tout biais pouvant exister entre l'application d'une ou l'autre méthode d'échantillonnage à un échantillon grappillé de manière conventionnelle sur le terrain et l'application de la méthode alternative de Boudreault *et al.* (2009) à l'ensemble du processus d'échantillonnage, du terrain jusqu'à l'analyse en laboratoire.

4.4.1 Analyse des CTE obtenues par l'application des deux méthodes d'échantillonnage

Les statistiques descriptives pour les échantillons dans les secteurs d'échantillonnage BC, DE et FG sont présentées aux tableaux-A V-1, A V-2 et A V-3.

Afin de comparer les méthodes d'échantillonnage de laboratoire, il est nécessaire de comparer les CTE mesurées dans les échantillons produits par chaque méthode ainsi que les variances de ces mesures. La comparaison des CTE doit être faite à l'aide des CTE pondérées, c'est-à-dire de la portion de la CTE réelle qui est représentée par la fraction granulométrique analysée (ex. : < 2 mm pour les échantillons prélevés par la méthode conventionnelle par grappillage). En effet, une comparaison des CTE telles que mesurées serait équivalente à supposer que ces CTE sont équivalentes aux CTE réelles, ce qui implique que les CTE pondérées des fractions manquantes sont connues, ce qui n'est pas le cas. Le test de Kruskal-Wallis effectué sur les CTE médianes et aussi sur les variances mesurées dans les échantillons analysés selon les deux méthodes d'échantillonnage en laboratoire (ALTERNATIVE et CONVENTIONNELLE) a été utilisé afin de quantifier les différences entre les deux méthodes. Les résultats de ce test sont présentés au tableau 4.8.

Les résultats montrent que la méthode alternative a une influence significative sur le Cd et le Cu seulement. Les différences entre les deux méthodes n'indiquent pas que les CTE mesurées soient systématiquement plus grandes pour une méthode que pour une autre.

Les variances relatives cumulées par ÉTM dans chaque secteur d'échantillonnage sont représentés dans les graphiques de la figure-AV-1. Il semble que la méthode d'échantillonnage alternative ait permis de réduire de manière importante la variance des mesures de CTE. L'utilisation du test de Kruskal-Wallis, dont les résultats sont présentés au tableau 4.8, a montré qu'effectivement cet effet a été significatif pour tous les ÉTM alors que la méthode alternative a permis de réduire la variance des mesures de CTE par plus de deux ordres de grandeur.

Ces résultats mettent en évidence l'influence du broyage lors des analyses des sols contaminés en ÉTM. Comme la variance relative est un indicateur de l'hétérogénéité d'échantillonnage (Pitard, 1993; Gy, 1996; Gerlach *et al.* 2003; Dubé *et al.* 2008; Boudreault *et al.* 2009), les résultats montrent une meilleure homogénéisation pour les échantillons traités selon la méthode alternative, ce qui permet d'affirmer que la méthode alternative (l'analyse en laboratoire) est plus représentative que la méthode conventionnelle pour l'ensemble des ÉTM.

Tableau 4. 8 Comparaison des CTE et des variances médianes des méthodes d'échantillonnage

Paramètres		ÉTM							
		Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
Analyse des CTE									
CTE médiane (ppm)	Échantillonnage alternatif labo	5,25	8,15	20,2	63,1	446,8	22,8	300	271
	Échantillonnage conventionnel labo	10,2	8,35	17,3	46,3	471	25,4	218	227
Différence entre les CTE médianes		-4,95	-0,20	2,85	16,8	-23,7	-2,65	82,6	43,5
<i>p</i>		0,00	0,51	0,07	0,03	0,95	0,56	0,64	0,33
Analyse des variances									
Variance médiane	Échantillonnage alternatif labo	0,0003	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0002	0,0000
	Échantillonnage conventionnel labo	0,0220	0,0210	0,0140	0,0165	0,0299	0,0225	0,1300	0,0725
Différence entre les variances médianes		-0,02	-0,02	-0,01	-0,02	-0,03	-0,02	-0,1	-0,07
<i>p</i>		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

($p < 0.05$ indique une différence significative)

4.4.2 Analyse des CTE pondérées obtenues par l'application des deux méthodes d'échantillonnage

Une analyse similaire à celle réalisée à la section 4.4.1 a été effectuée à l'aide du test de Kruskal-Wallis sur les CTE pondérées par la fraction granulométrique réellement analysée suite à l'application de chaque méthode d'échantillonnage, soit < 10 mm pour la méthode alternative et < 2 mm pour la méthode conventionnelle. Rappelons que la fraction inférieure à 10 mm analysée suite à l'application de la méthode alternative représentait entre 73 % et 95% de la masse totale de l'échantillon dépendamment du secteur d'échantillonnage. En ce qui concerne l'échantillonnage conventionnel, la fraction inférieure à 2 mm analysée représentait entre 40 %-50 % de la masse totale de l'échantillon selon le secteur d'échantillonnage. Les résultats du test sont présentés au tableau 4.9.

Tableau 4.9 Comparaison des CTE pondérées médianes entre les deux méthodes d'échantillonnage

ÉTM (ppm)								
	Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
Échantillonnage alternatif labo.	4,45	6,70	17,3	50,7	407	20,7	267	235
Échantillonnage conventionnel labo.	4,85	4,05	7,70	19,8	190	9,30	79,6	79,8
Différence	-0,40	2,65	9,55	30,9	217	11,4	187	156
<i>p</i>	0,44	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,049	0,00

($p < 0.05$ indique une différence significative)

Ces derniers montrent que pour tous les ÉTM sauf le Cd, l'échantillonnage conventionnel par grappillage de la fraction < 2 mm résulte en une sous-estimation significative de la quantité mesurée en ÉTM. Dans le cas du Cd, les résultats indiquent une absence de différence significative à la CTE en Cd beaucoup plus petite dans les fractions grossières que dans les fractions fines (Tableau 4.8). Rappelons également que les échantillons utilisés pour cette partie de l'étude provenaient d'un échantillonnage sur le terrain distinct de l'échantillonnage visant à étudier la granulochimie des ÉTM et par grappillage de surcroît. Ainsi, il est possible

que les CTE mesurées aient été différentes de celles mesurées dans l'étude granulochimique (Tableau 4.5) et ce, particulièrement dans les cas du Cd et du Pb.

Par ailleurs, l'utilisation du test de Kruskal-Wallis afin de comparer la capacité des méthodes d'échantillonnage de laboratoire à représenter les CTE de référence (c.-à-d. celle mesure par l'application de la méthode alternative complète, du terrain jusqu'au laboratoire) a permis d'obtenir les résultats présentés au tableau 4.10.

Premièrement, ces résultats ont montré que les CTE pondérées des échantillons obtenus selon l'échantillonnage alternatif en laboratoire suite à un grappillage sur le terrain (notés I au tableau 4.10) n'étaient pas significativement différentes des CTE pondérées des échantillons obtenus selon l'échantillonnage alternative appliqué dès le terrain et ce, pour tous les ÉTM sauf le Cd. Ainsi, ceci souligne que la méthode d'échantillonnage alternative permet de représenter les CTE de référence. Dans le cas du Cd, la différence est encore une fois due à la CTE plus petite mesurée dans les échantillons provenant du grappillage sur le terrain.

Deuxièmement, les CTE pondérées des échantillons obtenus selon l'échantillonnage conventionnel en laboratoire suite à un grappillage sur le terrain (notés II dans le tableau 4.10) étaient toutes significativement différentes des CTE pondérées des échantillons obtenus selon l'échantillonnage alternatif appliqué dès le terrain et ce, pour tous les ÉTM, à l'exception du Pb. Ceci implique que la méthode d'échantillonnage conventionnelle de laboratoire n'a pas la capacité, suite à un grappillage de terrain, de reproduire les CTE de référence. Le cas du Pb est particulier en ce sens que malgré l'importante différence entre les CTE mesurées (Tableau 4.10 sous *Médiane pondérée (II)* pour le Pb), celle-ci n'a pas été mesurée comme étant significative. Ce résultat s'explique par la très grande variance associée aux CTE mesurées en Pb suite à l'échantillonnage conventionnel (Tableau 4.8).

Tableau 4. 10 Comparaison des CTE médianes des méthodes d'échantillonnage en laboratoire et des CTE médianes de référence

Paramètres		ÉTM (ppm)							
		Cd	Co	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn
Médiane pondérée (I)									
Échantillonnage Granulométrie <10 mm	CONVENTIONNEL terrain + ALTERNATIF labo	4,45	6,70	17,3	50,7	407	20,7	267	235
	ALTERNATIF terrain + labo	7,70	6,50	15,0	39,2	506	21,1	337	155
Différence		-3,25	0,20	2,25	11,5	-98,8	-0,45	-69,6	80,5
p < 0,05		0,00	0,41	0,24	0,08	0,32	0,52	0,94	0,43
Médiane pondérée (II)									
Échantillonnage	CONVENTIONNEL terrain + labo Granulométrie <2 mm	4,85	4,05	7,70	19,8	190	9,30	79,6	79,8
	ALTERNATIF terrain + labo Granulométrie <10 mm	7,70	6,50	15,0	39,2	506	21,1	337	155
Différence		-2,85	-2,45	-7,30	-19,4	-316	-11,8	-257	-75,1
p < 0,05		0,00	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	0,10	0,00

Ainsi, l'échantillonnage des SAU en laboratoire a révélé que l'application de la méthode alternative permet un contrôle significativement plus efficace de la représentativité des mesures de CTE que la méthode conventionnelle et ce, tant en terme de la CTE mesurée que de la variance associée à cette mesure. Tel que discuté précédemment, le contrôle de la variance est principalement due à l'utilisation du broyage lors de l'échantillonnage alternatif de laboratoire. Cependant, il demeure actuellement difficile d'expliquer la concordance entre les CTE mesurées suite à l'échantillonnage alternatif de laboratoire sur des échantillons de terrains grappillés et les CTE mesurées suite à l'application d'un protocole complet d'échantillonnage alternatif du terrain jusqu'à l'analyse. En effet, même si le test de Kruskal-Wallis ne relève pas de différence entre les deux distributions de CTE (Tableau 4.10 sous *Médiane pondérée (I)*), il n'est pas possible de conclure définitivement sur l'absence de biais entre les deux approches, tant qu'une étude approfondie de ce dernier n'a pas été réalisée à l'aide de matériaux dont les CTE sont connues *a priori*.

CONCLUSION

Les SAU contaminés soulèvent non seulement des problèmes environnementaux et de santé publique, mais également socio-économiques, car leur très grande hétérogénéité limite la réhabilitation à l'aide des méthodes de caractérisation et de traitement conventionnelles.

Ainsi, cette recherche avait pour objectif de réviser les notions à la base de l'échantillonnage des SAU en vue de leur caractérisation. Elle a notamment porté sur l'étude de la distribution granulochimiques des ÉTM dans les SAU et sur l'influence de la fraction granulométrique grossière sur la teneur totale en ÉTM. Elle a également porté sur l'influence du broyage sur la représentativité des CTE mesurées. Finalement, cette recherche a permis de comparer la représentativité de la méthode conventionnelle d'échantillonnage des sols basée sur le grappillage à celle d'une méthode alternative basée sur les principes de la TEMM.

Les hypothèses que cette étude visait à vérifier étaient que :

1. Dans les SAU, la fraction grossière contribue de manière significative à la contamination;
2. Les principes de la TEMM permettent une meilleure évaluation de la CTE en ÉTM que celle obtenue suite à l'application de la méthode conventionnelle basée sur le prélèvement de la fraction fine et le grappillage;
3. Le broyage en vue de l'homogénéisation des échantillons de SAU ne dilue pas l'analyte, mais permet de réduire la variabilité des mesures de CTE.

Ainsi, les objectifs suivants ont été poursuivis :

1. Étudier le lien entre la CTE en ÉTM et la distribution granulométrique de particules des échantillons de SAU;

2. Étudier l'influence du broyage sur les CTE en ÉTM mesurées et sur leur variabilité;
3. Évaluer le contenu en ÉTM de composants anthropiques identifiés dans les échantillons de SAU;
4. Comparer, sur la base de la CTE et de sa variance, la représentativité de la méthode d'échantillonnage conventionnelle par grappillage et celle de la méthode d'échantillonnage alternative basée sur la TEMM développée par Boudreault et al. (2009).

Les résultats obtenus ont permis de mettre en évidence les liens qui existent entre les facteurs physico-chimiques (la taille des particules et CTE en ÉTM), mécaniques (la réduction de la taille des particules de sol par broyage ou seulement par tamisage) et constituants (les débris de construction, les résidus industriels). Les principales conclusions de cette étude sont :

- l'analyse granulométrique a montré que plus de la moitié des échantillons de SAU analysés avaient entre 40 % et 60 % de leur masse constituée de particules plus grandes que 2 mm. Par ailleurs, cette fraction grossière était majoritairement constituée de matériaux anthropiques potentiellement porteurs d'ÉTM. Cette analyse granulométrique a permis de souligner que la fraction grossière des SAU ne doit pas être négligée lors des analyses;
- l'analyse granulochimique a permis de déterminer les CTE pondérées pour chaque fraction granulométrique, ce qui a fait ressortir que les fractions grossières (entre 10 mm et 2 mm), systématiquement négligées lors des analyses conventionnelles, ont des concentrations pondérées plus grandes que celles des fractions fines pour la plupart des échantillons analysés et pour plusieurs ÉTM, notamment les Cd, Co, Cr, Mn et Ni. Non seulement ceci supporte la première hypothèse de la présente étude, mais souligne également que la pondération massique offre un outil permettant d'évaluer la concentration réelle d'un contaminant dans l'échantillon;
- il a été démontré que le broyage n'influence pas de manière significative les CTE mesurées dans les fractions fines (< 2 mm) et grossières (> 2 mm) pour la plupart des

ÉTM examinés. Par contre, suite au broyage, les variances associées aux mesures des CTE ont été diminuées d'au moins deux ordres de grandeur comparativement;

- la mesure des CTE en ÉTM dans les matériaux grossiers de remblai (briques, béton, mâchefer, schiste et pierre) a apporté des renseignements importants sur les sources d'ÉTM dans les fractions grossières des SAU. Le Cd se trouve dans chaque matériau analysé en concentrations dépassant le critère B et parfois le critère C du MDDEP. Certains ÉTM se trouvent dans les matériaux analysés en concentrations nettement supérieures aux CTE moyennes des points d'échantillonnage, notamment dans le cas des Cd, Cr, Cu, Pb et Zn. Les mâchefers particulièrement étaient une source importante en ÉTM;
- l'analyse comparative entre la méthode alternative et conventionnelle d'échantillonnage en laboratoire appliquées aux échantillons grappillés sur le terrain a fait ressortir les avantages de l'application de la TEMM lors de l'échantillonnage alternatif des SAU où l'hétérogénéité est très grande. Par exemple, les coefficients de variation, CV (les écarts types relatifs) montent à 117 % pour la méthode conventionnelle et seulement à 4 % pour celle alternative. Des différences significatives ont été remarquées pour les valeurs médianes des CTE de Cd et Cu par l'application du test d'analyse de Kruskal-Wallis;
- la comparaison entre les CTE pondérées mesurées suite à l'application des méthodes alternative et conventionnelle d'échantillonnage a permis de souligner la sous-estimation significative de la quantité d'ÉTM dans un sol lorsque seule la fraction inférieure à 2 mm est analysée;
- l'analyse comparative des CTE pondérées mesurées selon les méthodes d'échantillonnage alternative et conventionnelle en laboratoire a mis davantage en évidence que l'homogénéisation des échantillons par broyage et la séparation sectorielle rotative, employées dans la méthode alternative, permettent de préserver de manière significative la représentativité des concentrations en ÉTM et ce, particulièrement en ce qui concerne la reproductibilité (variance relative) des mesures de CTE.

Basée sur ces conclusions, une révision des méthodes d'échantillonnage conventionnelles serait indiquée afin de : 1) pouvoir inclure les fractions grossières dans l'analyse, 2) rapporter les CTE pondérées selon les fractions granulométriques réellement utilisées et 3) inclure une procédure de broyage et de division de masse conforme à la TEMM afin de contrôler la variabilité des mesures.

Originalité et contribution scientifique

L'originalité et la contribution scientifiques de la présente étude résident dans les éléments suivants :

- la mise en évidence de la distribution granulochimique des ÉTM dans les SAU en soulignant l'importance de la fraction grossière dans la teneur en contaminants;
- montrer l'importance d'établir la pondération massique d'un contaminant afin de rapporter correctement l'apport massique de contaminant des fractions granulométriques;
- mettre en évidence l'importance de l'application de la méthode alternative issue de la théorie d'échantillonnage dans le cas de sols anthropiques urbains;
- souligner la contribution des matériaux anthropiques dans la contamination en ÉTM des SAU.

RECOMMANDATIONS

Le sujet de cette recherche pourrait se poursuivre par :

- l'analyse préliminaire des matériaux de remblai issus directement du processus de fabrication, qui permettra d'estimer leurs concentrations en ÉTM;
- une recherche plus approfondie sur matériaux techniques (béton, briques, plastique, verre) sous différents conditions physico-chimiques des sols contaminés;
- une étude portant sur la concentration des ÉTM dans les sols anthropiques urbains en fonction du pourcentage des matériaux de remblai dans la fraction entre 2 et 10 mm;
- l'observation du comportement des matériaux grossiers du remblai en condition de lixiviation.

ANNEXE I

LE SOL NATUREL, LE SOL ANTHROPIQUE URBAIN, LES ORIGINES DES ÉTM DANS LES SOLS ET LEUR TOXICITÉ

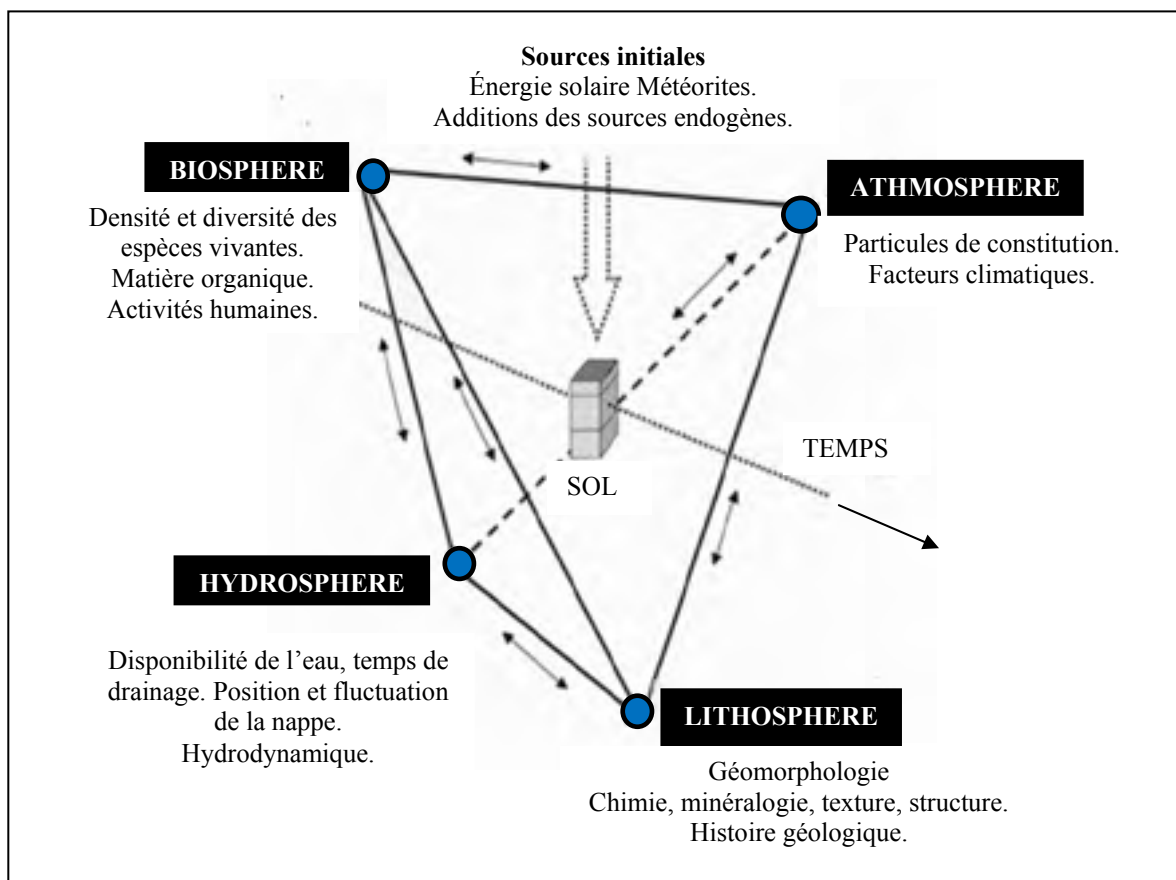


Figure-A I-1 Interactions entre les facteurs majeurs responsables de la formation des sols
Adapté de Chestworth (2008, p. 230)

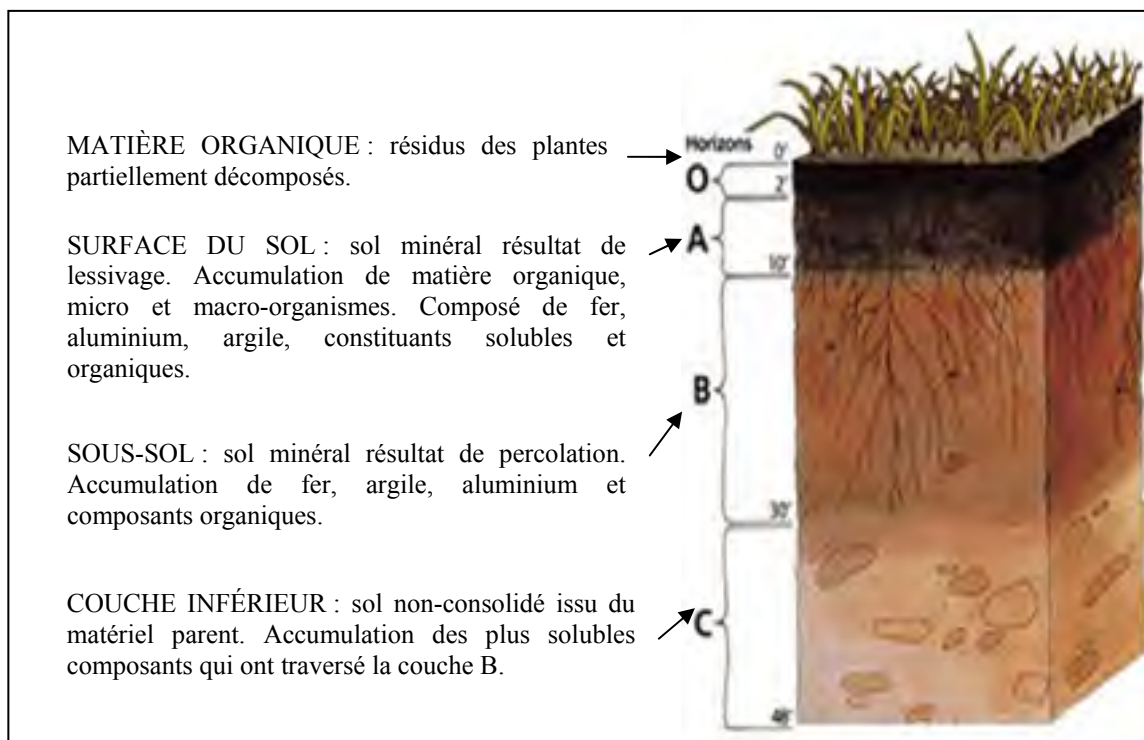


Figure-A I-2 Horizons de sol naturel
Adapté de Harrison (1999)



Figure-A I-3 Profils des sols naturels
Tiré d'USDA (2005)



Figure-A I-4 Profils des sols anthropiques urbains

Tirés de USDA(2005) a et e; WSU Extension (2009), c et site industriel (2009), b et d

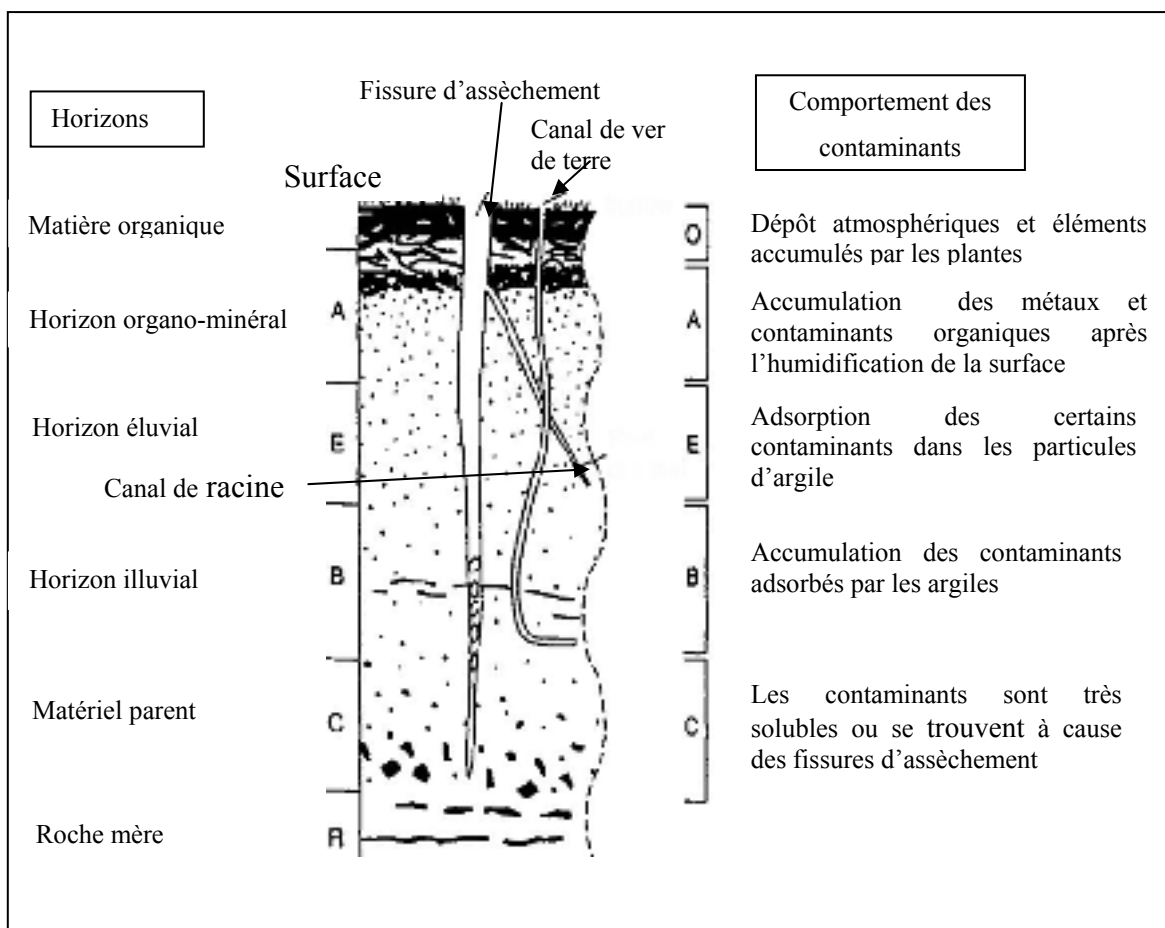


Figure-A I-5 Diagramme de distribution des contaminants dans les horizons de sol
Tiré de Harrison (1999, p. 202)

Tableau-A I-1 Outils et techniques de réduction de masse des échantillons
Adapté de Pitard (1993); Gerlach et Nocerino (2003) et Boudreault *et al.* (2009)

<p><u>Séparateur à chutes (Riffle splitting)</u></p> <p>Ce dispositif est constitué d'un godet, d'un nombre pair de chutes et d'une paire de collecteurs d'échantillon. La largeur des chutes doit être ajustable selon la dimension nominale des particules. L'échantillon est versé sur toute la largeur du godet, d'où il s'écoule par les chutes dans les godets en deux parts de masses égales. Une des deux fractions est retenue pour une séparation subséquente. Cette opération se répète jusqu'à l'obtention de la quantité de matière nécessaire à l'analyse.</p>	
<p><u>Séparateur rotatif</u></p> <p>Le séparateur rotatif est constitué d'une chute vibrante qui déverse le matériel dans un godet rotatif divisé en plusieurs secteurs radiaux (cellules), normalement huit. Un contenant collecteur est fixé au déversoir de chaque secteur. Ce type de séparateur permet une délimitation et une extraction correcte des incréments, soit les particules individuelles ou groupes de particules qui sont déversées par la chute, si la rotation du godet est constante et calibrée de manière à ce que les particules ne rebondissent pas en dehors du godet ou d'un secteur à un autre selon leur masse volumique. Le séparateur rotatif permet ainsi d'annuler les ED et EE, ainsi que l'ESG par le très grand nombre d'incrémentes qu'il permet de prélever pour constituer chacun des sous-échantillons. Un contenant est ensuite sélectionné aléatoirement et son contenu divisé à nouveau afin d'obtenir la quantité nécessaire de sol pour l'analyse.</p>	
<p><u>Pelletage fractionné</u></p> <p>Il se réalise en prélevant des incréments du lot afin de former des sous-piles. Les incréments sont placés successivement dans chaque sous-pile jusqu'à l'épuisement du lot. Le nombre de sous-piles est déterminé en fonction de la taille du sous-échantillon à obtenir. Ceci permet de réduire l'ESG, car plusieurs incréments sont ainsi prélevés et ce, de manière à répartir l'hétérogénéité de distribution du lot parmi chacune des sous-piles. Une des sous-piles est sélectionnée de manière aléatoire pour l'analyse ou pour une réduction de masse supplémentaire au besoin.</p>	

ANNEXE II
MÉTHODOLOGIE



Figure-A II-1 Photos des échantillons de SAU



Figure-A II-2 Fractions granulométriques supérieurs à 10 mm

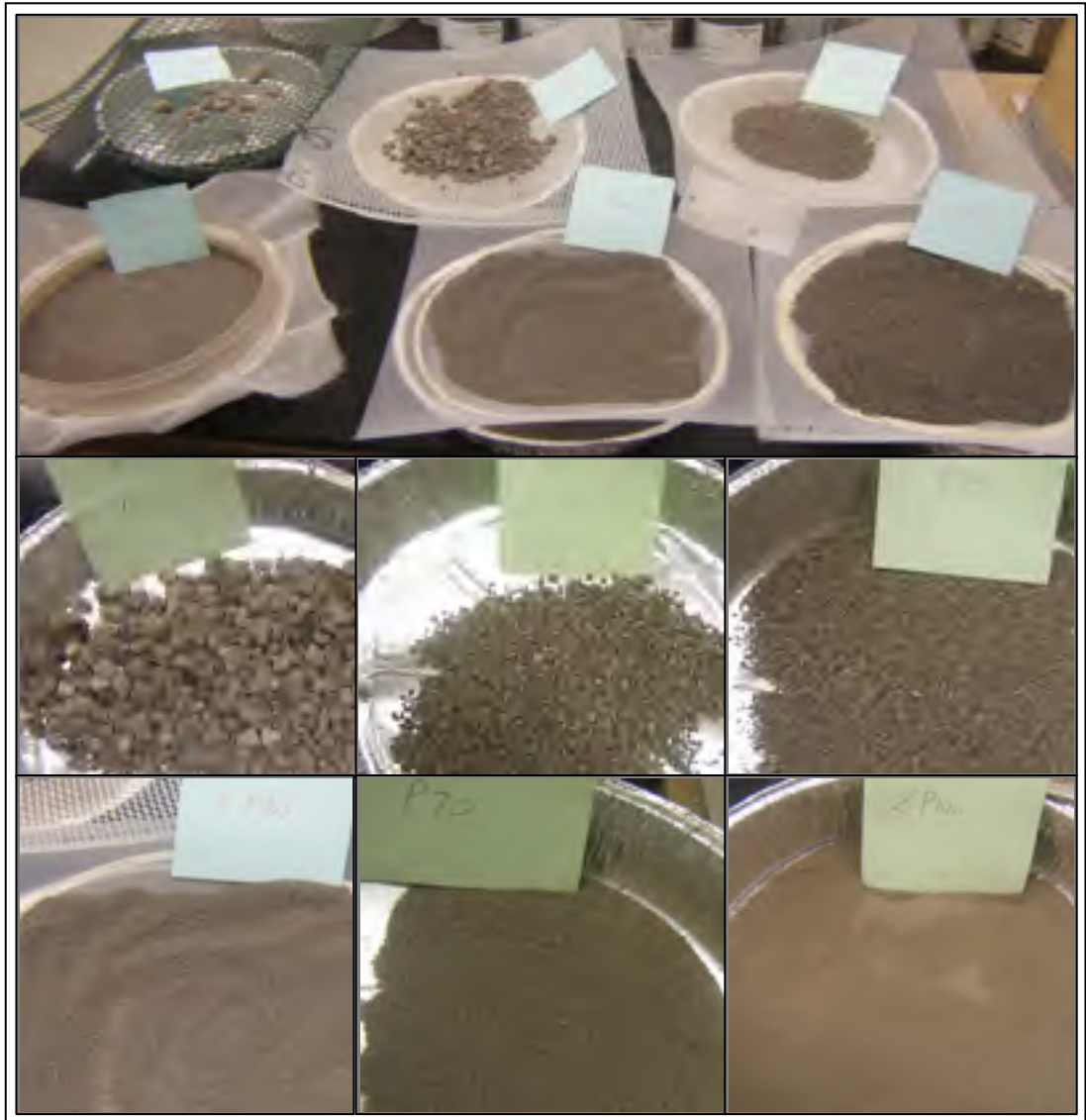


Figure-A II-3 Séparation d'un échantillon en classes granulométriques par tamisage



Figure-A II-4 Échantillons grappillés sur terrain, utilisés dans la comparaison des méthodes d'échantillonnage

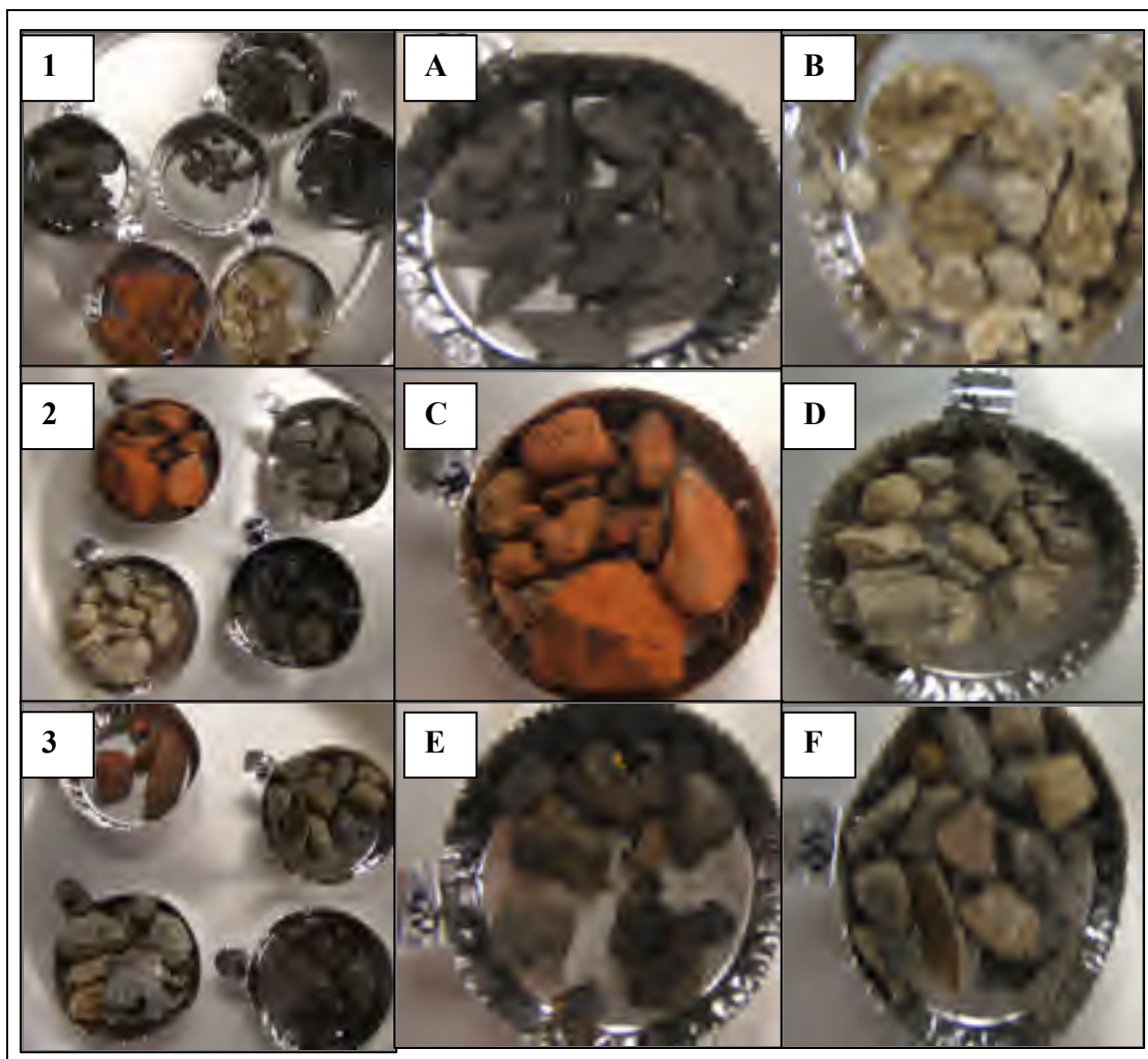


Figure-A II-5 Matériaux techniques

1, 2, 3 Matériaux provenant des points d'échantillonnage BC, DE et FG.
A- schiste, B-béton, C-briques, D-pierre concassée, E-mâchefer, F- gravier

ANNEXE III

DISTRIBUTION DES ÉTM DANS LES FRACTIONS GRANULOMÉTRIQUES DE SOL TAMISÉS

Tableau-A III-1 CTE par classe granulométrique

Échantillon	Classe granulométrique (mm)						
	10-3,35	3,35-2	2-0,850	0,850-0,425	0,425-0,212	0,212-0,150	<0,150
Cd (ppm)							
BC12-P2	5,1	9,8	8,6	7,8	6,2	6,3	9,4
BC12-P2*	5,0	12,2	11,1	9,8	7,2	5,9	10,2
BC34-P3	8,6	8,3	8,7	9,0	7,8	6,7	10,1
DE12-P4	3,1	6,0	9,0	7,9	6,5	4,6	7,9
DE34-P1	8,7	8,6	10,5	8,8	6,4	6,1	11,9
FG12-P2	10,9	11,8	11,6	10,5	9,9	9,3	10,7
FG12-P4	3,9	12,0	10,5	9,6	9,8	9,7	14,2
FG34-P2	15,0	10,6	11,8	9,7	9,2	12,2	6,9
FG34-P4	8,2	9,2	9,5	8,0	7,2	5,5	9,4

Tableau-A III-1 CTE par classe granulométrique (suite)

Échantillon	Classe granulométrique (mm)						
	10-3,35	3,35-2	2-0,850	0,850-0,425	0,425-0,212	0,212-0,150	<0,150
Co (ppm)							
BC12-P2	5,3	9,4	8,4	7,6	6,1	6	8,6
BC12-P2*	4,7	6,7	7,5	7,4	5,7	4,7	8,0
BC34-P3	9,4	8,9	9,0	8,3	8,7	7,6	10,3
DE12-P4	3,3	6,9	6,7	6,8	5,9	4,4	8,1
DE34-P1	6,6	7,1	8,5	7,6	5,4	5,4	10,8
FG12-P2	13,4	14,4	16,3	13,3	12,4	12,0	12,6
FG12-P4	3,8	5,9	7,4	7,3	7,7	7,4	9,7
FG34-P2	12,6	12,0	13,3	11,1	10,4	13,4	7,4
FG34-P4	7,5	8,1	9,0	7,8	7,4	5,9	8,7

Tableau-A III-1 CTE par classe granulométrique (suite)

Échantillon	Classe granulométrique (mm)						
	10-3,35	3,35-2	2-0,850	0,850-0,425	0,425-0,212	0,212-0,150	<0,150
Cr (ppm)							
BC12-P2	13,0	24,0	22,4	23,8	16,9	17,5	27,3
BC12-P2*	11,3	22,3	23,7	20,9	16,3	13,9	26,0
BC34-P3	15,3	16,1	14,5	13,2	13,5	11,6	16,8
DE12-P4	8,1	24,5	20,3	18,2	18,6	14,6	28,0
DE34-P1	14,1	15,6	20,1	19,1	14,7	15,8	35,2
FG12-P2	29,9	31,9	31,5	31,2	28,8	27,9	34,9
FG12-P4	5,3	12,6	17,9	19,9	22,4	22,8	32,1
FG34-P2	24,7	25,3	28,2	24,9	22,4	26,2	22,3
FG34-P4	15,4	16,1	18,0	17,7	17,2	14,4	22,5

Tableau-A III-1 CTE par classe granulométrique (suite)

Échantillon	Classe granulométrique (mm)						
	10-3,35	3,35-2	2-0,850	0,850-0,425	0,425-0,212	0,212-0,150	<0,150
Cu (ppm)							
BC12-P2	41,6	85,8	96,0	84,0	66,4	57,4	142
BC12-P2*	32,9	109	79,8	82,8	58,7	52,3	160
BC34-P3	30,7	31,7	42,4	41,4	34,8	29,0	45,9
DE12-P4	15,2	120	47,6	40,2	41,5	34,4	102
DE34-P1	30,5	55,6	42,7	45,5	34,9	35,2	117
FG12-P2	21,9	23,9	23,5	23,2	20,7	19,9	26,9
FG12-P4	18,9	42,0	56,1	59,7	94,8	73,3	116
FG34-P2	39,0	44,7	46,4	45,1	46,7	50,3	71,0
FG34-P4	74,9	58,2	90,8	94,1	99,3	76,7	167

Tableau-A III-1 CTE par classe granulométrique (suite)

Échantillon	Classe granulométrique (mm)						
	10-3,35	3,35-2	2-0,850	0,850-0,425	0,425-0,212	0,212-0,150	<0,150
Mn (ppm)							
BC12-P2	365	468	517	513	400	387	590
BC12-P2S1	348	494	465	469	361	322	586
BC34-P3	658	650	516	613	433	352	490
DE12-P4	209	297	274	341	253	198	371
DE34-P1	437	382	432	375	320	308	556
FG12-P2	672	669	1021	601	560	532	541
FG12-P4	171	337	361	358	363	342	440
FG34-P2	662	537	585	551	484	501	510
FG34-P4	532	556	650	627	616	514	870

Tableau-A III-1 CTE par classe granulométrique (suite)

Échantillon	Classe granulométrique (mm)						
	10-3,35	3,35-2	2-0,850	0,850-0,425	0,425-0,212	0,212-0,150	<0,150
Ni (ppm)							
BC12-P2	13,3	23,7	21,2	19,8	15,4	14,1	23,1
BC12-P2*	9,4	15,7	19,3	19,1	13,6	11,4	20,6
BC34-P3	26,3	24,5	25,8	24,5	23,0	20,3	27,4
DE12-P4	17,6	47,6	29,8	33,5	25,5	20,3	43,4
DE34-P1	15,2	19,0	22,8	21,7	16,7	16,6	31,7
FG12-P2	31,1	32,1	33,0	31,2	29,5	28,6	34,2
FG12-P4	8,8	19,1	25,6	25,1	26,1	28,4	40,7
FG34-P2	26,8	27,1	30,6	26,4	24,4	27,8	23,8
FG34-P4	17,5	19,0	20,2	18,2	17,0	14,0	21,8

Tableau-A III-1 CTE par classe granulométrique (suite)

Échantillon	Classe granulométrique (mm)						
	10-3,35	3,35-2	2-0,850	0,850-0,425	0,425-0,212	0,212-0,150	<0,150
Pb (ppm)							
BC12-P2	276	677	672	894	770	665	1341
BC12-P2S1	246	750	850	809	721	637	1337
BC34-P3	53,0	20,1	27,6	24,4	28,3	28,6	42,7
DE12-P4	144	284	692	502	659	500	1187
DE34-P1	204	233	364	555	466	532	1149
FG12-P2	28,6	27,6	34,1	31,9	51,7	43,5	52,3
FG12-P4	79,9	212	2003	717	583	535	789
FG34-P2	90,1	97,6	117	239	223	265	357
FG34-P4	336	377	331	608	508	461	776

Tableau-A III-1 CTE par classe granulométrique (suite)

Échantillon	Classe granulométrique (mm)						
	10-3,35	3,35-2	2-0,850	0,850-0,425	0,425-0,212	0,212-0,150	<0,150
Zn (ppm)							
BC12-P2	392	774	783	843,2	711,4	593,7	1204,0
BC12-P2*	437	727	831	953,3	701,2	583,7	1214,2
BC34-P3	117	86,8	107	103,3	99,9	82,5	128,0
DE12-P4	570	542	561	461,9	515,3	387,8	856,0
DE34-P1	211	135	212	234,5	210,6	243,0	503,0
FG12-P2	142	159	169	169,7	156,0	157,5	187,0
FG12-P4	92,8	208	400	494,8	369,1	407,6	590,6
FG34-P2	70,5	85,5	131	116,8	126,4	150,6	192,3
FG34-P4	115	118	163	151,7	148,4	116,2	214,3

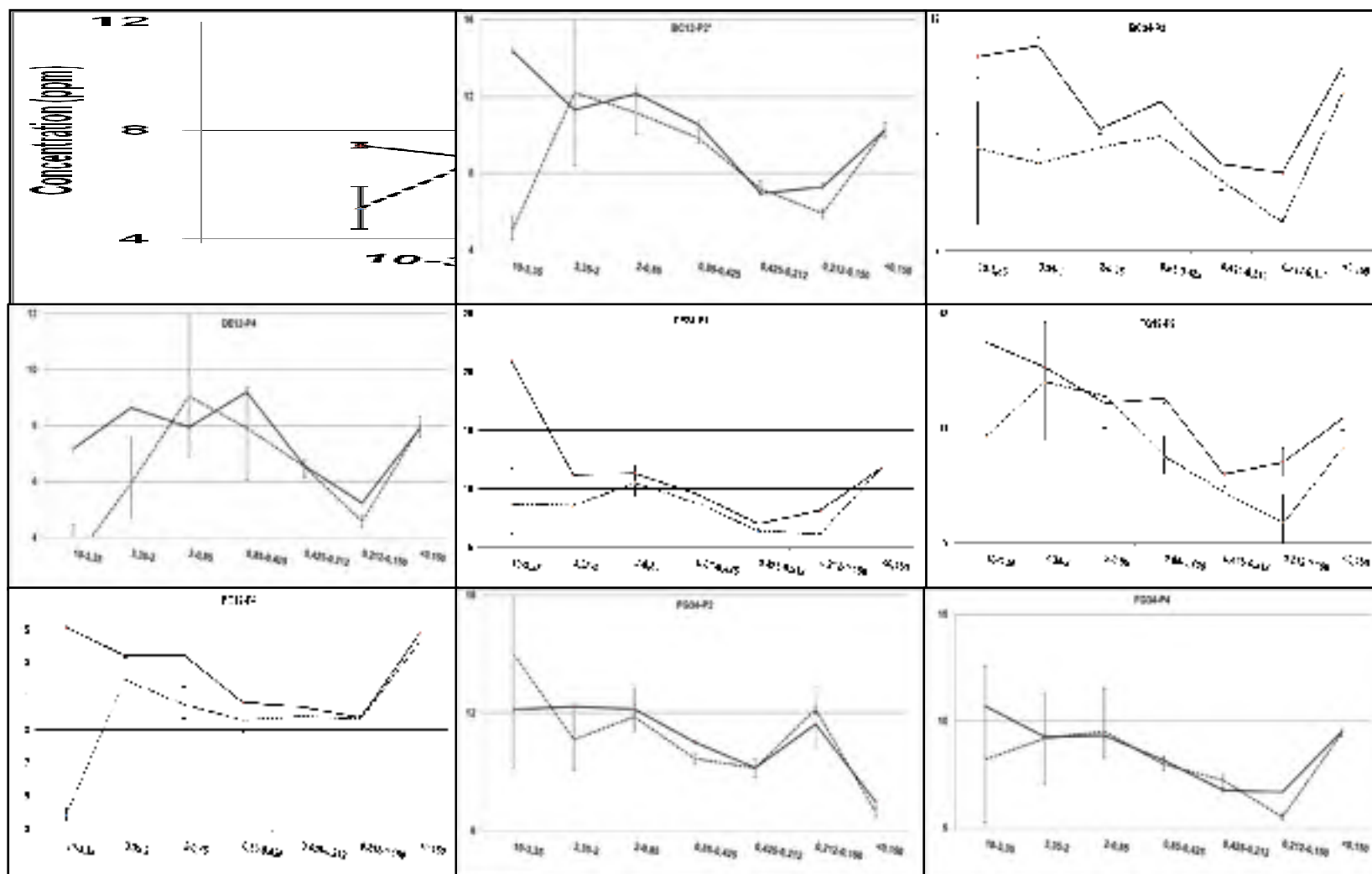


Figure-A III-1 Cd - CTE moyennes et étendues par fraction granulométrique
(Tamisé en pointillé et broyé en continu)

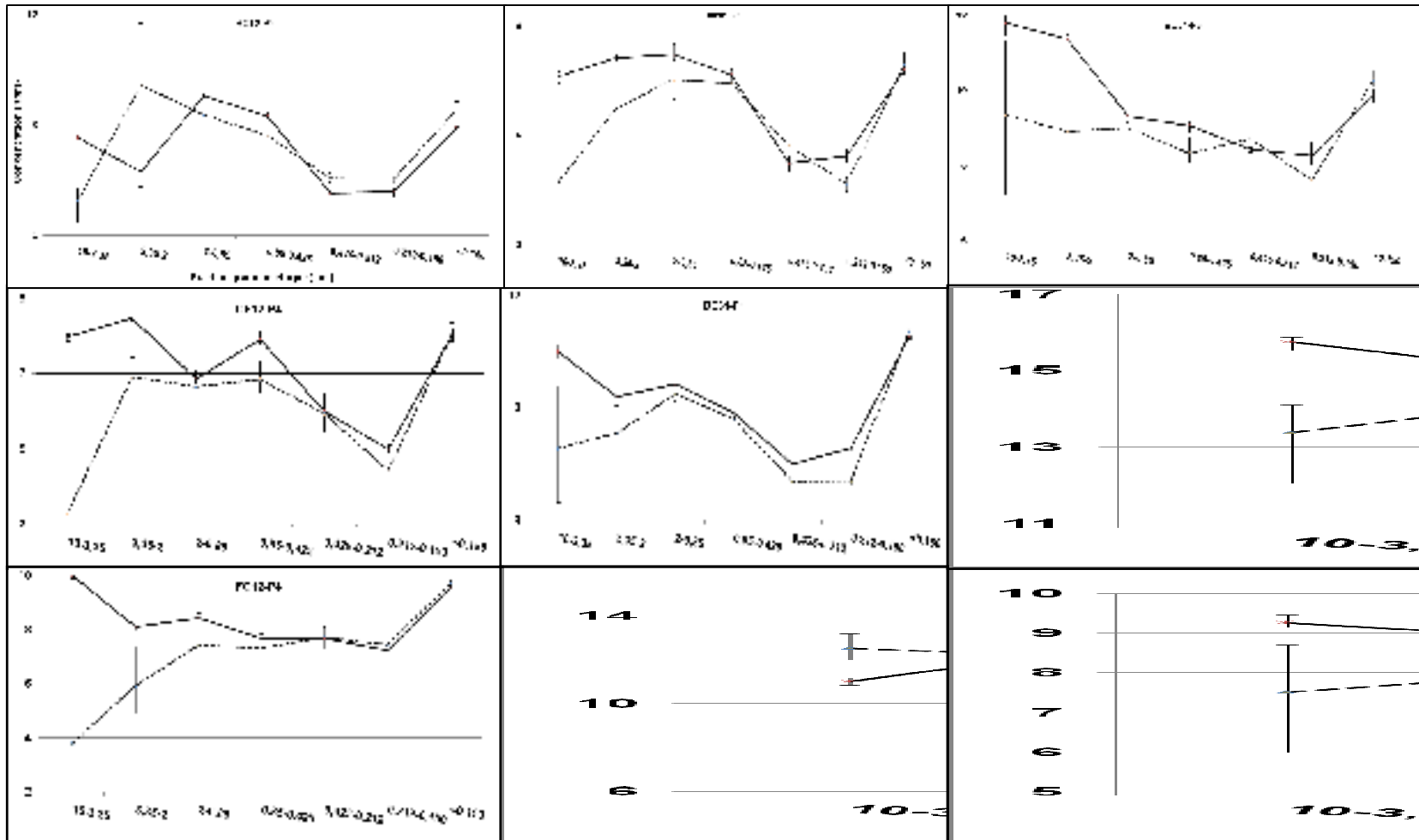


Figure-A II-2 Co - CTE moyennes et étendues par fraction granulométrique
(Tamisé en pointillé et broyé en continu)

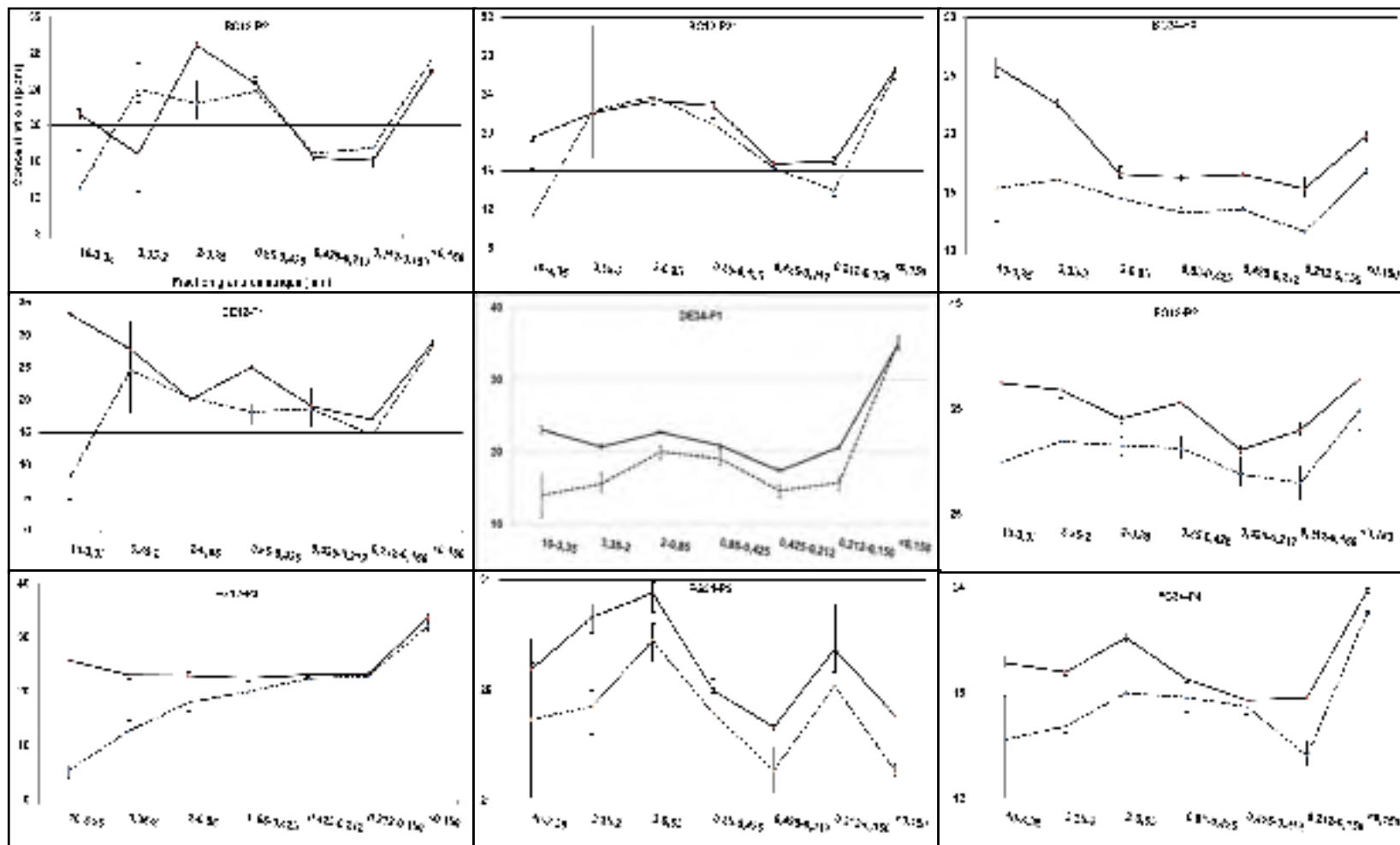


Figure-A III-3 Cr - CTE moyennes et les étendues par fraction granulométrique
(Tamisé en pointillé et broyé en continu)

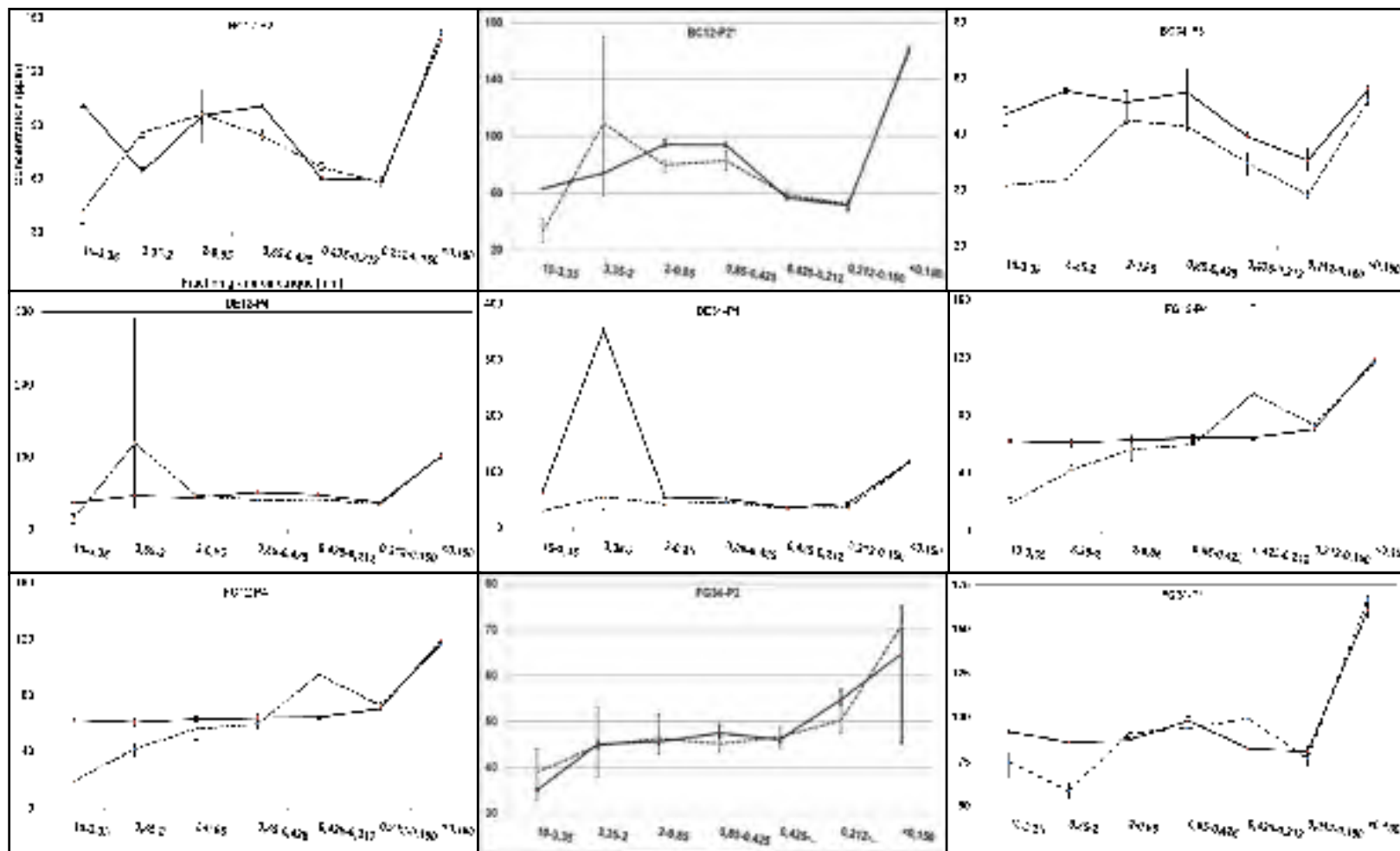


Figure-A III-4 Cu - CTE moyennes et les étendues par fraction granulométrique (Tamisé en pointillé et broyé en continu)

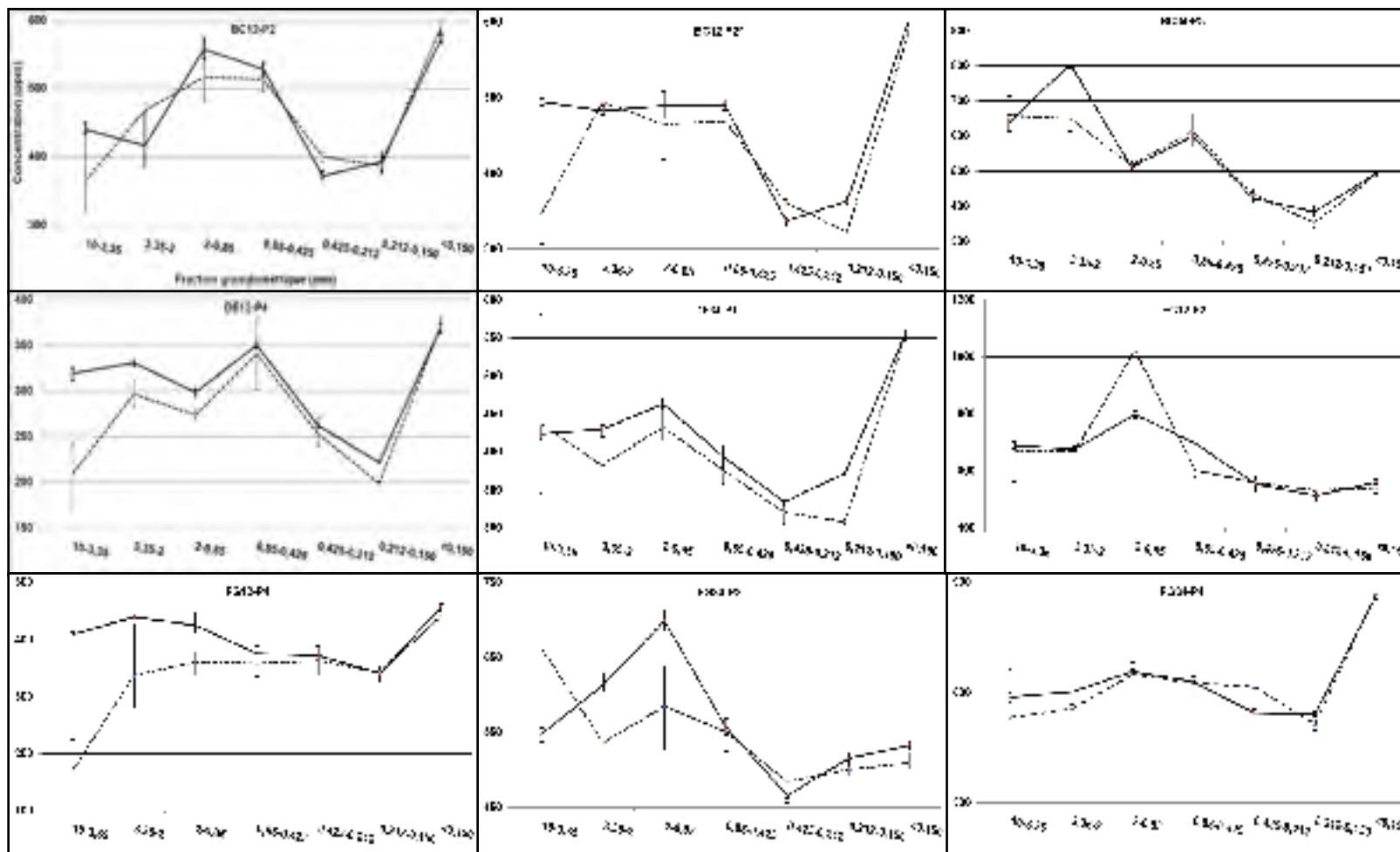


Figure-A III-5 Mn - CTE moyennes et les étendues par fraction granulométrique (Tamisé en pointillé et broyé en continu)

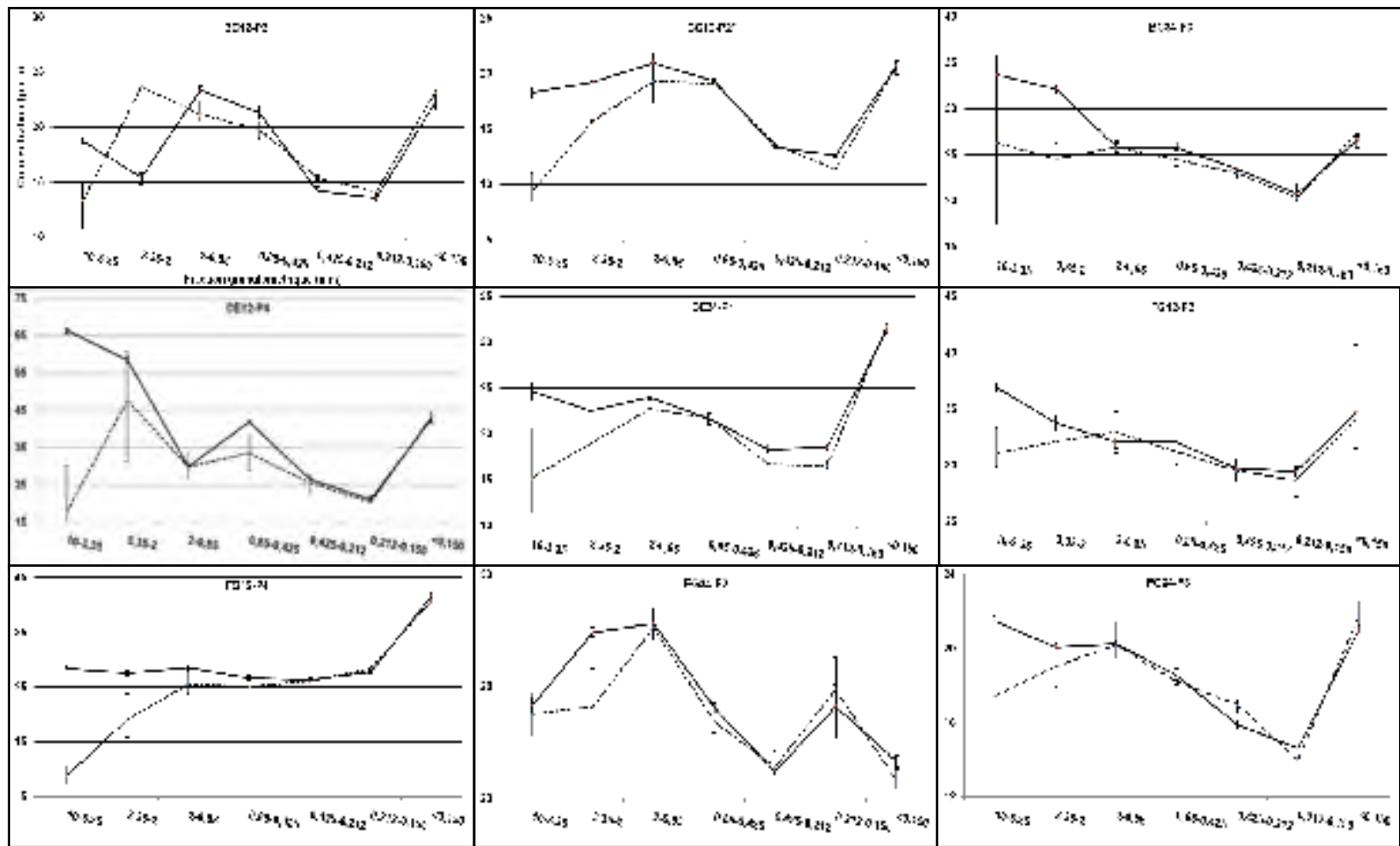


Figure-A III-6 Ni - CTE moyennes et les étendues par fraction granulométrique (Tamisé en pointillé et broyé en continu)

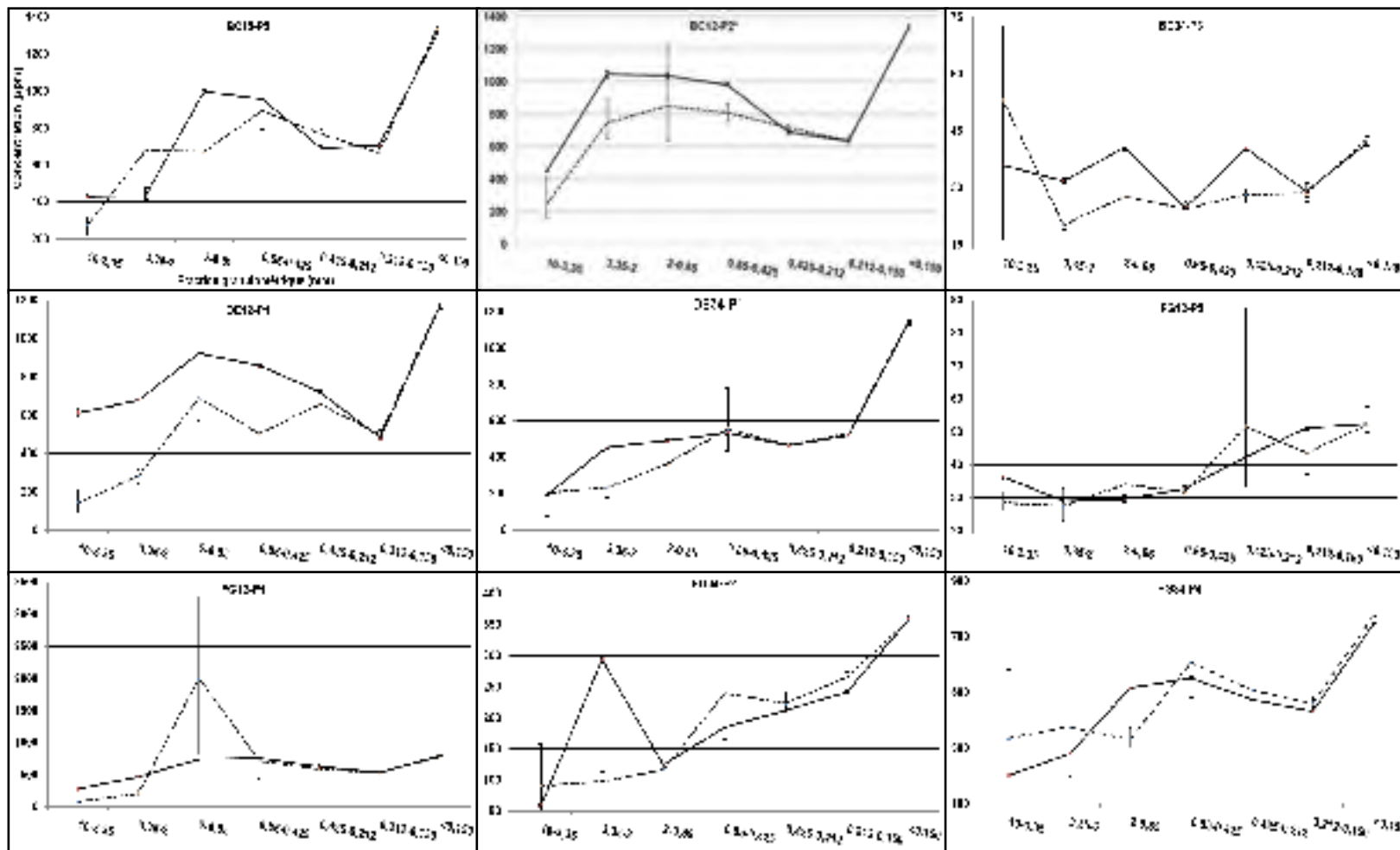


Figure-A III-7 Pb - CTE moyennes et les étendues par fraction granulométrique (Tamisé en pointillé et broyé en continu)

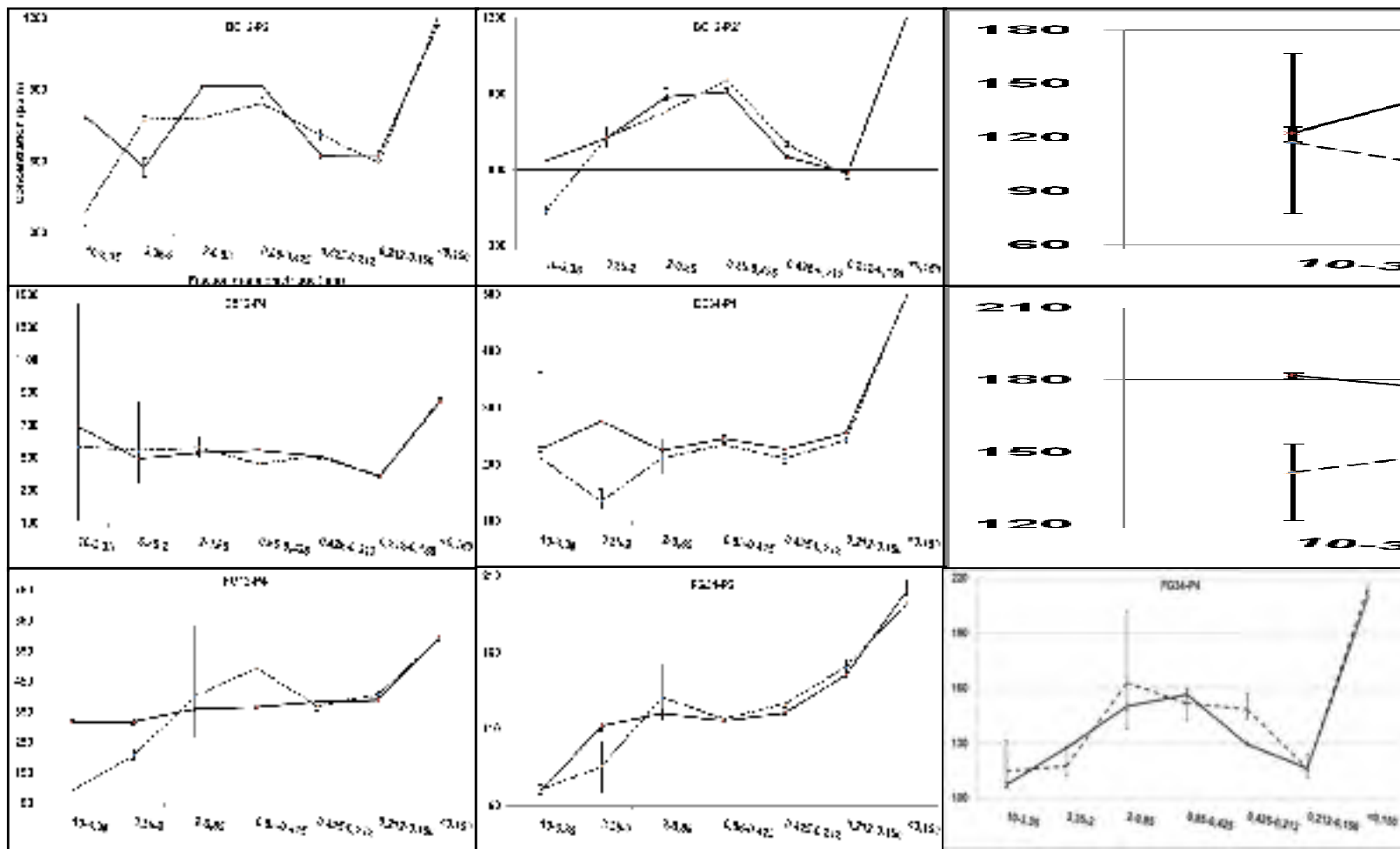


Figure-A III-8 Zn - CTE moyennes et les étendues par fraction granulométrique (Tamisé en pointillé et broyé en continu)

Tableau-A III-2 Concentrations totales (CT) et pondérées (CP) par classe granulométrique

Échantillons	Fractions granulométriques (mm)													
	10-3,35		3,35-2		2-0,85		0,85-0,425		0,425-0,212		0,212-0,150		<0,150	
	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP
Cd (ppm)														
BC12-P2	5,1	2,3	9,8	1,2	8,6	0,8	7,8	1,2	6,2	0,4	6,3	0,6	9,4	1,7
BC12-P2*	5,0	1,1	12,2	1,1	11,1	1,6	9,8	1,2	7,2	0,9	5,9	0,2	10,2	1,6
BC34-P3	8,6	2,0	8,3	0,9	8,7	1,8	9,0	1,3	7,8	0,6	6,7	0,2	10,1	0,9
DE12-P4	3,1	0,8	6,0	0,4	9,0	0,9	7,9	0,6	6,5	0,5	4,6	0,2	7,9	0,9
DE34-P1	8,7	2,7	8,6	0,9	10,5	1,5	8,8	0,8	6,4	0,4	6,1	0,1	11,9	1,1
FG12-P2	10,9	4,8	11,8	2,2	11,6	2,0	10,5	0,8	9,9	0,5	9,3	0,2	10,7	0,5
FG12-P4	3,9	1,1	12,0	0,9	10,5	1,3	9,6	1,0	9,8	0,9	9,7	0,5	14,2	1,7
FG34-P2	15,0	3,0	10,6	2,2	11,8	2,3	9,7	1,2	9,2	0,8	12,2	0,3	6,9	0,6
FG34-P4	8,2	2,6	9,2	1,0	9,5	1,6	8,0	0,8	7,2	0,7	5,5	0,2	9,4	1,0

Tableau-A III-2 Concentrations totales (CT) et pondérées (CP) par classe granulométrique (suite)

Échantillons	Fractions granulométriques (mm)													
	10-3,35		3,35-2		2-0,85		0,85-0,425		0,425-0,212		0,212-0,150		<0,150	
	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP
Co (ppm)														
BC12-P2	5,3	2,5	9,4	1,3	8,4	0,8	7,6	1,1	6,1	0,4	6,0	0,7	8,6	1,7
BC12-P2*	4,7	1,0	6,7	0,6	7,5	1,1	7,4	0,9	5,7	0,8	4,7	0,2	8,0	1,3
BC34-P3	9,4	2,2	8,9	0,9	9,0	1,9	8,3	1,2	8,7	0,6	7,6	0,2	10,3	0,9
DE12-P4	3,3	0,8	6,9	0,5	6,7	0,7	6,8	0,5	5,9	0,5	4,4	0,1	8,1	0,9
DE34-P1	6,6	2,0	7,1	0,7	8,5	1,2	7,6	0,7	5,4	0,3	5,4	0,1	10,8	1,0
FG12-P2	13,4	5,9	14,4	2,7	16,3	2,8	13,3	1,1	12,4	0,7	12,0	0,2	12,6	0,6
FG12-P4	3,8	1,1	5,9	0,5	7,4	0,9	7,3	0,7	7,7	0,7	7,4	0,4	9,7	1,1
FG34-P2	12,6	2,7	12,0	2,5	13,3	2,6	11,1	1,4	10,4	0,9	13,4	0,3	7,4	0,6
FG34-P4	7,5	2,4	8,1	0,9	9,0	1,5	7,8	0,8	7,4	0,7	5,9	0,2	8,7	0,9

Tableau-A III-2 Concentrations totales (CT) et pondérées (CP) par classe granulométrique (suite)

Échantillons	Fractions granulométriques (mm)													
	10-3,35		3,35-2		2-0,85		0,85-0,425		0,425-0,212		0,212-0,150		<0,150	
	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP
Cr (ppm)														
BC12-P2	13,0	4,1	24,0	2,3	22,4	1,4	23,8	1,8	16,9	0,6	17,5	1,1	27,3	2,8
BC12-P2*	11,3	2,5	22,3	2,0	23,7	3,4	20,9	2,6	16,3	2,2	13,9	0,6	26,0	4,1
BC34-P3	15,3	3,6	16,1	1,7	14,5	3,1	13,2	1,9	13,5	1,0	11,6	0,3	16,8	1,5
DE12-P4	8,1	2,1	24,5	1,7	20,3	2,0	18,2	1,4	18,6	1,5	14,6	0,5	28,0	3,2
DE34-P1	14,1	4,3	15,6	1,6	20,1	2,9	19,1	1,7	14,7	0,8	15,8	0,4	35,2	3,3
FG12-P2	29,9	13,2	31,9	6,0	31,5	5,4	31,2	2,5	28,8	1,5	27,9	0,5	34,9	1,6
FG12-P4	5,3	1,5	12,6	1,0	17,9	2,2	19,9	2,0	22,4	2,1	22,8	1,2	32,1	3,7
FG34-P2	24,7	5,3	25,3	5,3	28,2	5,5	24,9	3,0	22,4	2,0	26,2	0,7	22,3	1,9
FG34-P4	15,4	4,9	16,1	1,8	18,0	3,1	17,7	1,8	17,2	1,7	14,4	0,5	22,5	2,3

Tableau-A III-2 Concentrations totales (CT) et pondérées (CP) par classe granulométrique (suite)

Échantillons	Fractions granulométriques (mm)													
	10-3,35		3,35-2		2-0,85		0,85-0,425		0,425-0,212		0,212-0,150		<0,150	
	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP
Cu (ppm)														
BC12-P2	41,6	8,2	85,8	4,5	96,0	4,0	84,0	5,6	66,4	1,6	57,4	2,6	142	7,7
BC12-P2*	32,9	7,1	109,1	9,9	79,8	11,6	82,8	10,2	58,7	7,7	52,3	2,1	160	25,3
BC34-P3	30,7	7,1	31,7	3,4	42,4	9,1	41,4	5,9	34,8	2,5	29,0	0,8	45,9	4,2
DE12-P4	15,2	3,9	119,2	8,2	47,6	4,8	40,2	3,2	41,5	3,3	34,4	1,1	102	11,5
DE34-P1	30,5	9,3	55,6	5,8	42,7	6,1	45,5	4,2	34,9	2,0	35,2	0,8	117	11,0
FG12-P2	21,9	9,7	23,9	4,5	23,5	4,1	23,2	1,9	20,7	1,1	19,9	0,3	26,9	1,2
FG12-P4	18,9	5,3	42,0	3,2	56,1	7,0	59,7	6,1	94,8	8,8	73,3	3,7	116	13,6
FG34-P2	39,0	8,4	44,7	9,4	46,4	9,1	45,1	5,5	46,7	4,2	50,3	1,2	71,0	6,2
FG34-P4	74,9	23,7	58,2	6,5	90,8	15,6	94,1	9,7	99,3	9,9	76,7	2,8	167	16,9

Tableau-A III-2 Concentrations totales (CT) et pondérées (CP) par classe granulométrique (suite)

Échantillons	Fractions granulométriques (mm)													
	10-3,35		3,35-2		2-0,85		0,85-0,425		0,425-0,212		0,212-0,150		<0,150	
	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP
	Mn (ppm)													
BC12-P2	365	176	468	92,6	517	48,3	513	83,3	400	20,5	387	32,0	590	82,5
BC12-P2*	348	75,4	494	44,9	465	67,5	469	57,5	361	47,6	322	13,3	586	92,6
BC34-P3	658	153	650	68,7	516	110	613	88,0	433	31,6	352	9,4	490	45,1
DE12-P4	209	53,3	297	20,3	274	27,6	341	27,0	253	20,4	198	6,6	371	42,1
DE34-P1	437	134	382	39,7	433	62,0	375	34,2	320	18,4	308	6,9	556	52,4
FG12-P2	672	297	669	126,4	1022	177	601	48,3	560	30,1	532	8,6	541	25,0
FG12-P4	171	47,8	337	25,9	361	45,1	358	36,4	363	33,8	342	17,5	440	51,4
FG34-P2	662	142	537	113	585	115	551	67,3	484	43,2	501	12,4	510	44,5
FG34-P4	532	168	556	62,0	650	111	627	64,5	616	61,2	514	18,7	870	88,2

Tableau-A III-2 Concentrations totales (CT) et pondérées (CP) par classe granulométrique (suite)

Échantillons	Fractions granulométriques (mm)													
	10-3,35		3,35-2		2-0,85		0,85-0,425		0,425-0,212		0,212-0,150		<0,150	
	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP
Ni (ppm)														
BC12-P2	13,3	7,0	23,7	3,5	21,2	2,4	19,8	3,3	15,4	1,1	14,1	1,8	23,1	4,6
BC12-P2*	9,4	2,0	15,7	1,4	19,3	2,8	19,1	2,3	13,6	1,8	11,4	0,5	20,6	3,3
BC34-P3	26,3	6,1	24,5	2,6	25,8	5,5	24,5	3,5	23,0	1,7	20,3	0,5	27,4	2,5
DE12-P4	17,6	4,5	47,6	3,3	29,8	3,0	33,5	2,6	25,5	2,1	20,3	0,7	43,4	4,9
DE34-P1	15,2	4,7	19,0	2,0	22,8	3,3	21,7	2,0	16,7	1,0	16,6	0,4	31,7	3,0
FG12-P2	31,1	13,7	32,1	6,1	33,0	5,7	31,2	2,5	29,5	1,6	28,6	0,5	34,2	1,6
FG12-P4	8,8	2,5	19,1	1,5	25,6	3,2	25,1	2,6	26,1	2,4	28,4	1,5	40,7	4,8
FG34-P2	26,8	5,8	27,1	5,7	30,6	6,0	26,4	3,2	24,4	2,2	27,8	0,7	23,8	2,1
FG34-P4	17,5	5,5	19,0	2,1	20,2	3,5	18,2	1,9	17,0	1,7	14,0	0,5	21,8	2,2

Tableau-A III-2 Concentrations totales (CT) et pondérées (CP) par classe granulométrique (suite)

Échantillons	Fractions granulométriques (mm)													
	10-3,35		3,35-2		2-0,85		0,85-0,425		0,425-0,212		0,212-0,150		<0,150	
	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP
Pb (ppm)														
BC12-P2	2756	14,1	677	2,9	672,2	2,6	894	3,3	770	1,3	665	2,6	1341	7,2
BC12-P2*	246	53,2	750	68,1	850	123	809	99,3	721	95,0	637	26,2	1337	211
BC34-P3	53,0	12,3	20,1	2,1	27,6	5,9	24,4	3,5	28,3	2,1	28,6	0,8	42,7	3,9
DE12-P4	144	36,7	284	19,5	691	69,7	502	39,7	659	53,1	500	16,7	1187	135
DE34-P1	204	62,5	233	24,2	364	52,1	555	50,6	466	26,8	532	12,0	1149	108
FG12-P2	28,6	12,6	27,6	5,2	34,1	5,9	31,9	2,6	51,7	2,8	43,5	0,7	52,3	2,4
FG12-P4	79,9	22,4	21	16,3	2003	250	717	73,0	583	54,3	535	27,3	789	92,1
FG34-P2	90,1	19,4	97,6	20,5	117	23,0	239	29,2	223	19,9	265	6,6	357	31,2
FG34-P4	336	106	377	42,0	331	56,6	608	62,6	508	50,5	461	16,8	776	78,7

Tableau-A III-2 Concentrations totales (CT) et pondérées (CP) par classe granulométrique (suite)

Échantillons	Fractions granulométriques (mm)													
	10-3,35		3,35-2		2-0,85		0,85-0,425		0,425-0,212		0,212-0,150		<0,150	
	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP	CT	CP
Zn (ppm)														
BC12-P2	392	31,3	774	12,4	783	10,1	843	14,0	711	4,7	594	7,5	1204	21,6
BC12-P2*	437	94,8	727	66,0	831	121	953	117	701	92,4	584	24,0	1214	192
BC34-P3	117	27,3	86,8	9,2	107	22,9	103	14,8	99,9	7,3	82,5	2,2	128	11,8
DE12-P4	570	145	542	37,1	561	56,6	462	36,5	515	41,5	388	12,9	856	97,1
DE34-P1	211	64,4	135	14,1	212	30,3	235	21,4	211	12,1	243	5,5	503	47,4
FG12-P2	142	62,5	159	30,0	169	29,3	170	13,6	156	8,4	158	2,5	187	8,6
FG12-P4	92,8	26,0	208	16,0	400	50,1	495	50,4	369	34,4	408	20,9	591	68,9
FG34-P2	70,5	15,2	85,5	18,0	131	25,7	117	14,3	126	11,3	151	3,7	193	16,8
FG34-P4	115	36,3	117	13,1	163	27,9	152	15,6	148	14,8	116	4,2	214	21,7

ANNEXE IV

DISTRIBUTION DES ÉTM PAR FRACTION GRANULOMÉTRIQUE DANS LA MASSE TOTALE DES ÉCHANTILLONS

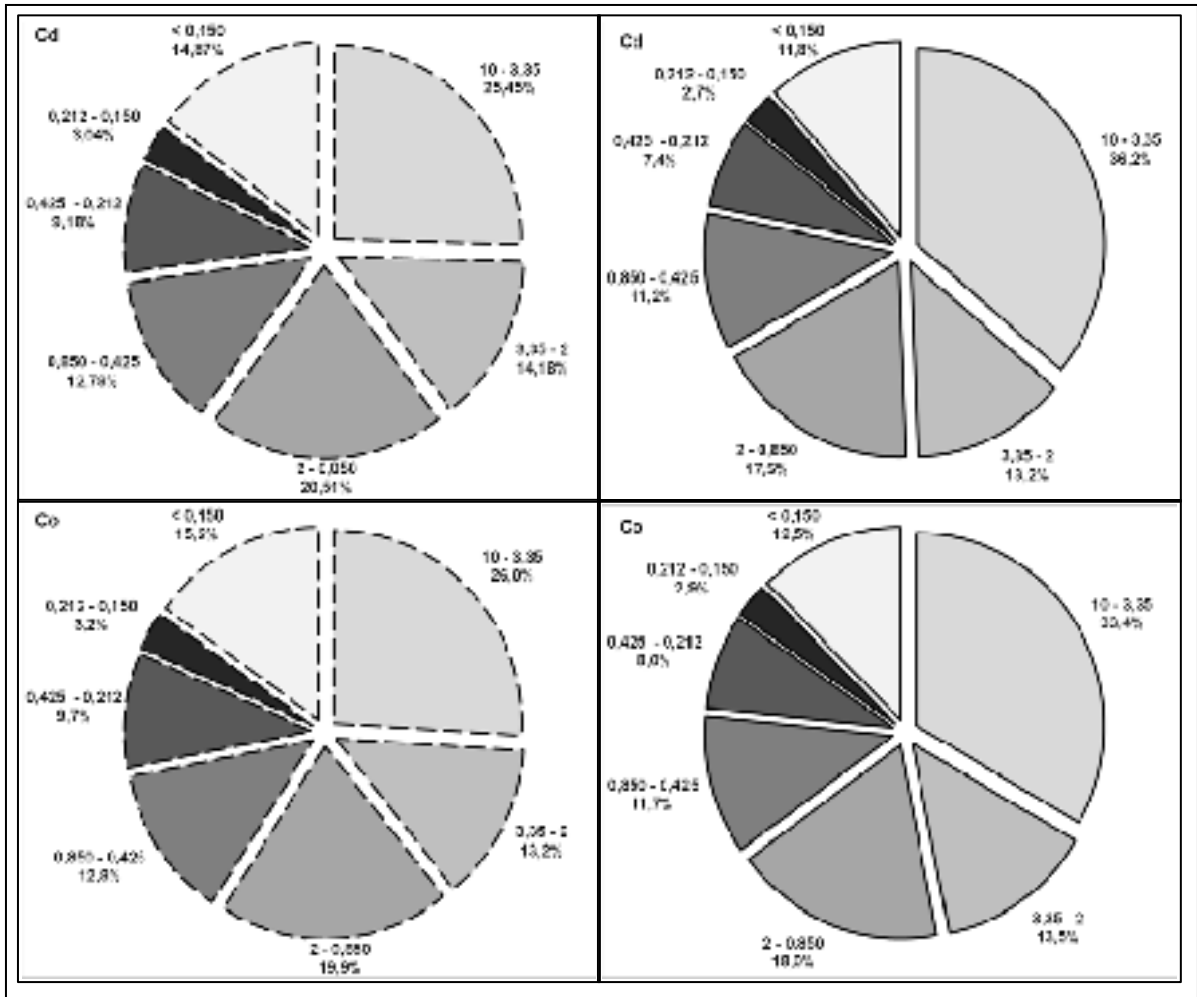


Figure-A IV-1 Pondération de la masse totale en Cd et Co dans chaque fraction granulométrique de sol
(TAMISÉ en ligne pointillée et BROYÉ en ligne continue)

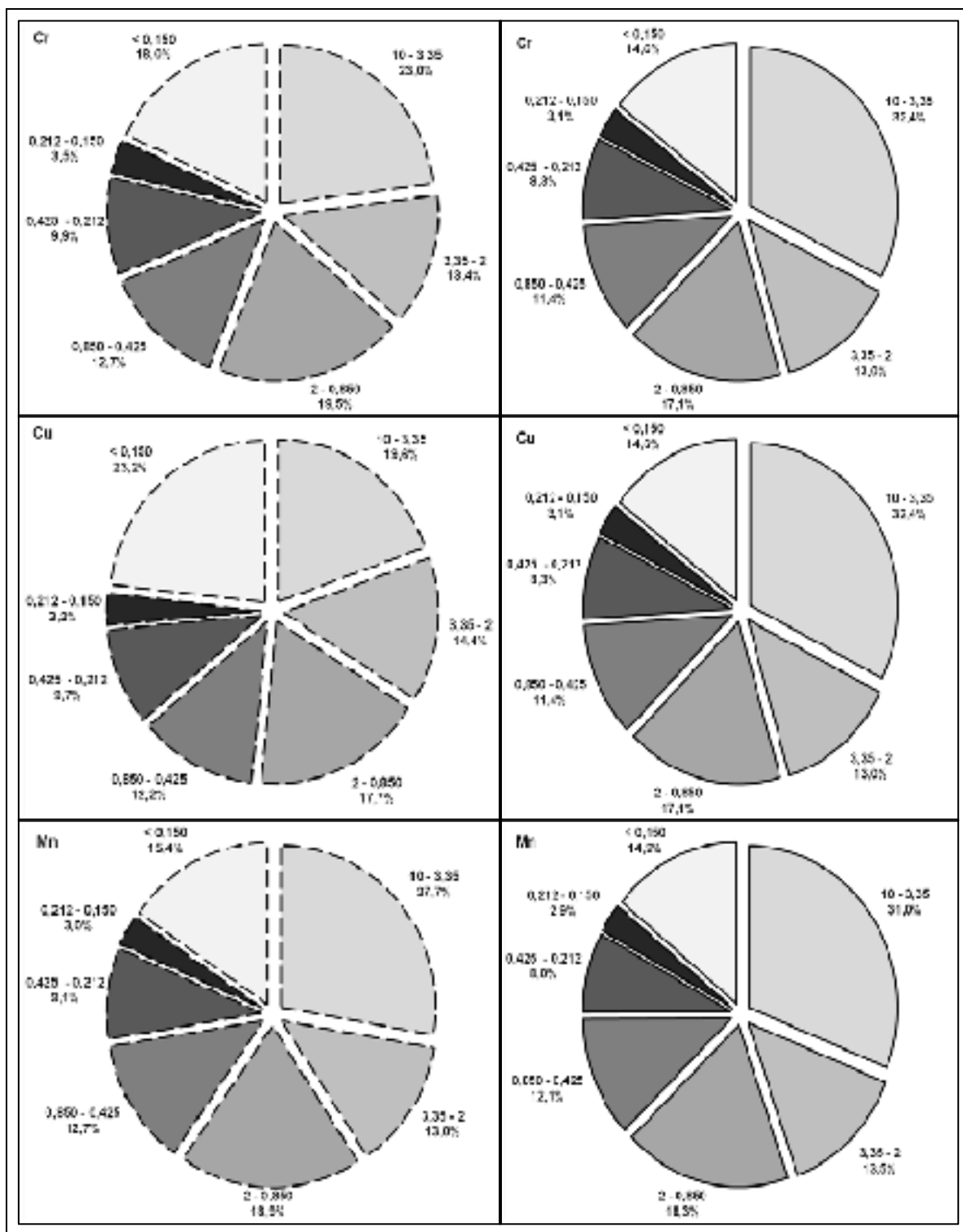


Figure-AIV-2 Pondération de la masse totale en Cr, Cu et Mn dans chaque fraction granulométrique de sol

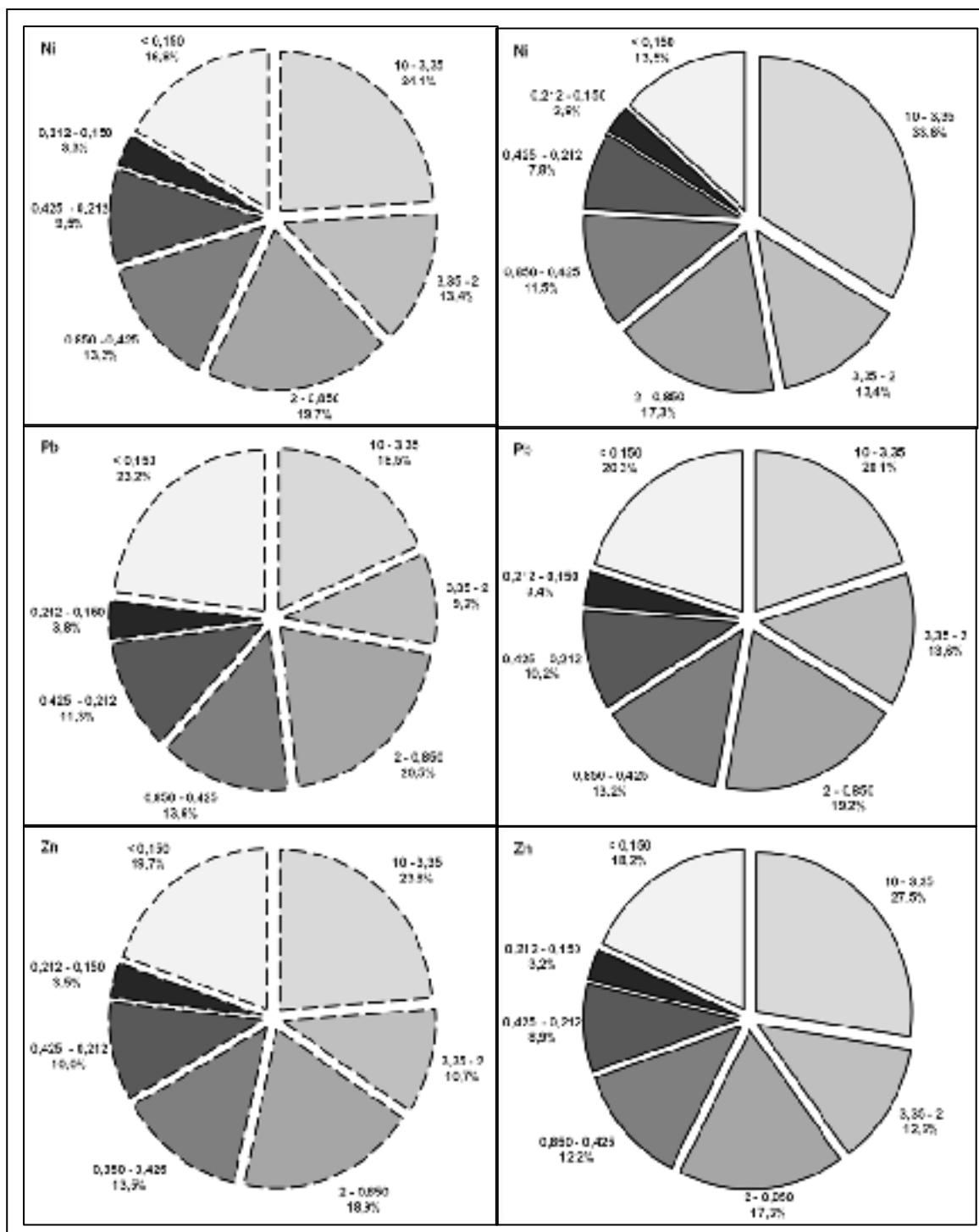


Figure-A IV-3 Pondération de la masse totale en Ni, Pb et Zn dans chaque fraction granulométrique de sol

Tableau-A IV-1 CTE et écarts types pour les matériaux techniques

ÉTM	BRIQUES	PIERRE	BÉTON	SCHISTE	MICA	MÂCHEFER	CTE du lot
Cd	6,7±3,31	13,1±2,71	7,5±1,47	22,0±1,01	8,5±0,38	18,4±16,3	8
Co	4,9±3,08	6,8±1,90	4,0±0,55	14,2±0,34	4,4±0,18	8,0±7,23	8
Cr	18,1±11,2	17,0±4,34	9,5±1,09	26,6±0,74	12,1±0,37	16,5±14,9	20
Cu	10,4±7,01	24,5±9,17	17,7±1,54	57,9±1,88	36,5±0,86	179±158	66
Mn	182±99,1	454±124	188±25,8	415±8,95	190±4,10	303±271	459
Ni	10,2±6,95	14,4±5,75	9,3±1,31	47,1±0,86	10,3±0,24	19,7±17,5	23
Pb	32,6±12,4	34,6±22,7	61,3±34,5	19,4±0,73	41,4±0,43	479±429	345
Zn	62,9±33,0	60,1±14	126±56,4	103,4±2,84	88,0±1,92	422±374	284

Les valeurs dans la colonne grise représentent les moyennes CTE en ÉTM pour le lot d'échantillonnage

ANNEXE V

CONCENTRATIONS TOTALES ET PONDÉRÉES EN ÉTM PAR SECTEUR D'ÉCHANTILLONNAGE

Tableau-A V-1 Statistiques descriptives pour le secteur d'échantillonnage BC

ÉTM	Échant	Concentration totale moyenne \pm écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s^2)		Variances relatives (s_R^2)		Écart type relatif (%) (CV)	
		Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Cd	BC12-P2	5,7 \pm 0,03	10,4 \pm 0,500	9,4E-04	2,5E-01	2,9E-05	2,3E-03	0,5	4,8
	BC12-P3	5,4 \pm 0,20	12,5 \pm 0,793	4,3E-02	6,3E-01	1,5E-03	4,0E-03	3,9	6,3
	BC34-P2	5,2 \pm 0,04	8,2 \pm 0,358	2,0E-03	1,3E-01	7,4E-05	1,9E-03	0,9	4,4
	BC34-P3	5,2 \pm 0,064	10,0 \pm 1,557	4,1E-03	2,4E+00	1,5E-04	2,4E-02	1,2	15,6
Co	BC12-P2	6,4 \pm 0,075	7,5 \pm 0,709	5,7E-03	5,0E-01	1,4E-04	8,9E-03	1,2	9,4
	BC12-P3	9,0 \pm 0,282	9,3 \pm 0,627	8,0E-02	3,9E-01	9,8E-04	4,6E-03	3,1	6,8
	BC34-P2	8,2 \pm 0,048	8,6 \pm 0,366	2,3E-03	1,3E-01	3,5E-05	1,8E-03	0,6	4,2
	BC34-P3	8,4 \pm 0,083	9,8 \pm 1,64	6,8E-03	2,7E+00	9,7E-05	2,8E-02	1,0	16,7

Tableau-A V-1 Statistiques descriptives pour le secteur d'échantillonnage BC (suite)

ÉTM	Échant	Concentration totale moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Variances relatives (s _R ²)		Écart type relatif (%) (CV)	
		Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Cr	BC12-P2	20,0±0,217	19,3±1,37	4,7E-02	1,9E+00	1,2E-04	5,1E-03	1,1	7,1
	BC12-P3	18,8±0,104	16,8±0,59	1,1E-02	3,5E-01	3,1E-05	1,3E-03	0,6	3,5
	BC34-P2	15,8±0,160	14,4±0,53	2,6E-02	2,8E-01	1,0E-04	1,4E-03	1,0	3,7
	BC34-P3	16,5±0,174	15,4±1,91	3,0E-02	3,6E+00	1,1E-04	1,5E-02	1,1	12,4
Cu	BC12-P2	96,3±0,758	86,1±5,40	5,7E-01	2,9E+01	6,2E-05	3,9E-03	0,8	6,3
	BC12-P3	53,5±0,325	59,9±1,92	1,1E-01	3,7E+00	3,7E-05	1,0E-03	0,6	3,2
	BC34-P2	49,4±0,159	41,9±2,39	2,5E-02	5,7E+00	1,0E-05	3,3E-03	0,3	5,7
	BC34-P3	43,5±0,367	42,1±3,57	1,3E-01	1,3E+01	7,1E-05	7,2E-03	0,8	8,5
Mn	BC12-P2	447±4,86	491±38,28	2,4E+01	1,5E+03	1,2E-04	6,1E-03	1,1	7,8
	BC12-P3	525±2,52	575±21,6	6,4E+00	4,7E+02	2,3E-05	1,4E-03	0,5	3,8
	BC34-P2	438±3,65	488±4,42	1,3E+01	2,0E+01	6,9E-05	8,2E-05	0,8	0,9
	BC34-P3	526,0±2,174	557,3±33,541	4,7E+00	1,1E+03	1,7E-05	3,6E-03	0,4	6,0

Tableau-A V-1 Statistiques descriptives pour le secteur d'échantillonnage BC (suite)

ÉTM	Échant	Concentration totale moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Variances relatives (s _R ²)		Écart type relatif (%) (CV)	
		Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Ni	BC12-P2	16,5±0,229	17,4±0,612	5,2E-02	3,8E-01	1,9E-04	1,2E-03	1,4	3,5
	BC12-P3	23,0±0,214	21,8±1,37	4,6E-02	1,9E+00	8,7E-05	3,9E-03	0,9	6,3
	BC34-P2	24,3±0,299	25,7±0,880	8,9E-02	7,8E-01	1,5E-04	1,2E-03	1,2	3,4
	BC34-P3	24,0±0,081	25,9±2,30	6,6E-03	5,3E+00	1,1E-05	7,9E-03	0,3	8,9
Pb	BC12-P2	738±6,16	938±80,3	3,8E+01	6,4E+03	7,0E-05	7,3E-03	0,8	8,6
	BC12-P3	179±1,58	241±23,9	2,5E+00	5,7E+02	7,7E-05	9,8E-03	0,9	9,9
	BC34-P2	126±3,06	95,6±10,9	9,4E+00	1,2E+02	5,9E-04	1,3E-02	2,4	11,4
	BC34-P3	29,9±0,639	39,3±9,05	4,1E-01	8,2E+01	4,6E-04	5,3E-02	2,1	23,0
Zn	BC12-P2	754±5,50	804±68,7	3,0E+01	4,7E+03	5,3E-05	7,3E-03	0,7	8,5
	BC12-P3	180±0,885	242±67,9	7,8E-01	4,6E+03	2,4E-05	7,9E-02	0,5	28,1
	BC34-P2	185±0,959	154±13,6	9,2E-01	1,9E+02	2,7E-05	7,8E-03	0,5	8,8
	BC34-P3	123±0,223	241±233	5,0E-02	5,4E+04	3,3E-06	9,4E-01	0,2	96,7

Tableau-AV-2 Statistiques descriptives pour le secteur d'échantillonnage DE

ÉTM	Échant	Concentration totale moyenne \pm écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s^2)		Variances relatives (s_R^2)		Écart type relatif% (CV)	
		Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Cd	DE12-P1	5,3 \pm 0,044	11,0 \pm 2,68	2,0E-03	7,2E+00	6,9E-05	5,9E-02	0,8	24,3
	DE12-P4	5,9 \pm 0,044	7,3 \pm 4,38	1,9E-03	1,9E+01	5,6E-05	3,6E-01	0,7	60,3
	DE34-P1	6,2 \pm 0,150	8,8 \pm 1,23	2,3E-02	1,5E+00	5,8E-04	2,0E-02	2,4	14,0
	DE34-P2	5,0 \pm 0,035	5,3 \pm 2,17	1,3E-03	4,7E+00	5,1E-05	1,7E-01	0,7	41,1
Co	DE12-P1	8,1 \pm 0,080	11,2 \pm 5,41	6,4E-03	2,9E+01	9,8E-05	2,3E-01	1,0	48,3
	DE12-P4	6,3 \pm 0,159	5,4 \pm 0,970	2,5E-02	9,4E-01	6,3E-04	3,2E-02	2,5	17,9
	DE34-P1	7,3 \pm 0,276	7,5 \pm 1,18	7,6E-02	1,4E+00	1,4E-03	2,5E-02	3,8	15,8
	DE34-P2	7,1 \pm 0,069	6,3 \pm 3,84	4,8E-03	1,5E+01	9,5E-05	3,7E-01	1,0	60,5
Cr	DE12-P1	18,2 \pm 0,115	18,3 \pm 4,48	1,3E-02	2,0E+01	4,0E-05	6,0E-02	0,6	24,5
	DE12-P4	22,4 \pm 0,351	15,8 \pm 0,50	1,2E-01	2,5E-01	2,5E-04	1,0E-03	1,6	3,2
	DE34-P1	32,3 \pm 0,429	26,0 \pm 5,28	1,8E-01	2,8E+01	1,8E-04	4,1E-02	1,3	20,3
	DE34-P2	21,5 \pm 0,097	13,6 \pm 8,49	9,4E-03	7,2E+01	2,0E-05	3,9E-01	0,5	62,4

Tableau-A V-2 Statistiques descriptives pour le secteur d'échantillonnage DE (suite)

ÉTM	Échant	Concentration totale moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Variances relatives (s _R ²)		Écart type relatif% (CV)	
		Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Cu	DE12-P1	39,4±0,254	31,3±8,06	6,5E-02	6,5E+01	4,2E-05	6,6E-02	0,6	25,8
	DE12-P4	66,0±0,260	36,3±20,5	6,8E-02	4,2E+02	1,6E-05	3,2E-01	0,4	56,5
	DE34-P1	90,3±0,207	50,2±16,0	4,3E-02	2,6E+02	5,3E-06	1,0E-01	0,2	32,0
	DE34-P2	127±2,03	48,5±5,02	4,1E+00	2,5E+01	2,6E-04	1,1E-02	1,6	10,3
Mn	DE12-P1	347±3,37	453±197	1,1E+01	3,9E+04	9,5E-05	1,9E-01	1,0	43,6
	DE12-P4	328±5,71	243±84,1	3,3E+01	7,1E+03	3,0E-04	1,2E-01	1,7	34,6
	DE34-P1	395±1,71	352±31,7	2,9E+00	1,0E+03	1,9E-05	8,1E-03	0,4	9,0
	DE34-P2	447±1,62	443±105	2,6E+00	1,1E+04	1,3E-05	5,6E-02	0,4	23,6
Ni	DE12-P1	20,2±0,330	25,1±8,33	1,1E-01	6,9E+01	2,7E-04	1,1E-01	1,6	33,2
	DE12-P4	28,1±0,381	30,9±21,5	1,4E-01	4,6E+02	1,8E-04	4,9E-01	1,4	69,7
	DE34-P1	20,7±0,196	22,3±3,97	3,9E-02	1,6E+01	9,0E-05	3,2E-02	0,9	17,8
	DE34-P2	17,7±0,043	11,7±6,44	1,9E-03	4,1E+01	5,9E-06	3,0E-01	0,2	55,2

Tableau-AV-2 Statistiques descriptives pour le secteur d'échantillonnage DE (suite)

ÉTM	Échant	Concentration totale moyenne \pm écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s^2)		Variances relatives (s_R^2)		Écart type relatif% (CV)	
		Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Pb	DE12-P1	16,9 \pm 0,253	17,4 \pm 11,1	6,4E-02	1,2E+02	2,2E-04	4,1E-01	1,5	63,8
	DE12-P4	773 \pm 16,8	508 \pm 267	2,8E+02	7,1E+04	4,7E-04	2,8E-01	2,2	52,6
	DE34-P1	1089 \pm 5,19	676 \pm 244	2,7E+01	5,9E+04	2,3E-05	1,3E-01	0,5	36,1
	DE34-P2	743 \pm 8,69	307 \pm 136	7,5E+01	1,9E+04	1,4E-04	2,0E-01	1,2	44,3
Zn	DE12-P1	98,3 \pm 0,572	76,6 \pm 19,7	3,3E-01	3,9E+02	3,4E-05	6,6E-02	0,6	25,7
	DE12-P4	623 \pm 4,19	379 \pm 173	1,8E+01	3,0E+04	4,5E-05	2,1E-01	0,7	45,6
	DE34-P1	426 \pm 0,762	225 \pm 72,1	5,8E-01	5,2E+03	3,2E-06	1,0E-01	0,2	32,0
	DE34-P2	302 \pm 2,25	229 \pm 100	5,1E+00	1,0E+04	5,6E-05	1,9E-01	0,7	43,7

Tableau-A V-3 Statistiques descriptives pour le secteur d'échantillonnage FG

ÉTM	Échant	Concentration totale moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Variances relatives (s _R ²)		Écart type relatif% (CV)	
		Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Cd	FG12 P2	9,3±0,179	15,5±2,80	3,2E-02	7,8E+00	3,7E-04	3,3E-02	1,9	18,0
	FG12 P4	3,7±0,185	13,1±1,18	3,4E-02	1,4E+00	2,5E-03	8,1E-03	5,0	9,0
	FG34 P2	3,2±0,149	7,8±5,99	2,2E-02	3,6E+01	2,2E-03	5,9E-01	4,7	76,6
	FG34 P4	3,0±0,184	10,4±0,837	3,4E-02	7,0E-01	3,7E-03	6,5E-03	6,1	8,0
Co	FG12 P2	14,5±0,131	11,1±1,44	1,7E-02	2,1E+00	8,1E-05	1,7E-02	0,9	13,1
	FG12 P4	6,8±0,080	8,1±0,648	6,3E-03	4,2E-01	1,4E-04	6,4E-03	1,2	8,0
	FG34 P2	8,6±0,047	7,2±6,42	2,2E-03	4,1E+01	3,1E-05	8,0E-01	0,6	89,6
	FG34 P4	9,1±0,152	10,7±0,921	2,3E-02	8,5E-01	2,8E-04	7,4E-03	1,7	8,6
Cr	FG12 P2	35,7±0,633	26,5±7,71	4,0E-01	5,9E+01	3,1E-04	8,4E-02	1,8	29,1
	FG12 P4	20,3±0,098	20,8±2,20	9,6E-03	4,8E+00	2,3E-05	1,1E-02	0,5	10,6
	FG34 P2	22,2±0,158	14,6±12,26	2,5E-02	1,5E+02	5,1E-05	7,1E-01	0,7	84,1
	FG34 P4	18,2±0,321	17,8±2,01	1,0E-01	4,0E+00	3,1E-04	1,3E-02	1,8	11,3

Tableau-A V-3 Statistiques descriptives pour le secteur d'échantillonnage FG (suite)

ÉTM	Échant	Concentration totale moyenne \pm écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Variances relatives (s _R ²)		Écart type relatif% (CV)	
		Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Cu	FG12 P2	60,2 \pm 1,28	48,2 \pm 24,7	1,6E+00	6,1E+02	4,5E-04	2,6E-01	2,1	51,1
	FG12 P4	255,3 \pm 2,86	70,2 \pm 4,92	8,2E+00	2,4E+01	1,3E-04	4,9E-03	1,1	7,0
	FG34 P2	69,9 \pm 1,39	25,9 \pm 18	1,9E+00	3,2E+02	3,9E-04	4,8E-01	2,0	69,2
	FG34 P4	47,7 \pm 0,580	44,4 \pm 6,55	3,4E-01	4,3E+01	1,5E-04	2,2E-02	1,2	14,8
Mn	FG12 P2	782 \pm 11,6	515 \pm 115	1,3E+02	1,3E+04	2,2E-04	5,0E-02	1,5	22,3
	FG12 P4	346 \pm 1,67	371 \pm 36,4	2,8E+00	1,3E+03	2,3E-05	9,7E-03	0,5	9,8
	FG34 P2	505 \pm 2,19	327 \pm 266	4,8E+00	7,1E+04	1,9E-05	6,7E-01	0,4	81,5
	FG34 P4	519 \pm 11,35	598 \pm 225	1,3E+02	5,0E+04	4,8E-04	1,4E-01	2,2	37,5
Ni	FG12 P2	32,4 \pm 0,336	27,3 \pm 6,56	1,1E-01	4,3E+01	1,1E-04	5,7E-02	1,0	23,9
	FG12 P4	24,7 \pm 0,345	26,5 \pm 1,46	1,2E-01	2,1E+00	1,9E-04	3,1E-03	1,4	5,5
	FG34 P2	20,7 \pm 0,200	16,0 \pm 14,3	4,0E-02	2,0E+02	9,3E-05	8,0E-01	1,0	89,2
	FG34 P4	22,5 \pm 0,460	26,7 \pm 3,05	2,1E-01	9,3E+00	4,2E-04	1,3E-02	2,0	11,4

Tableau-A V-3 Statistiques descriptives pour le secteur d'échantillonnage FG (suite)

ÉTM	Échant	Concentration totale moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Variances relatives (s _R ²)		Écart type relatif% (CV)	
		Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Pb	FG12 P2	35,1±0,483	27,8±10,1	2,3E-01	1,0E+02	1,9E-04	1,3E-01	1,4	36,3
	FG12 P4	433±0,799	482±175	6,4E-01	3,1E+04	3,4E-06	1,3E-01	0,2	36,4
	FG34 P2	422±6,72	194±227	4,5E+01	5,2E+04	2,5E-04	1,4E+00	1,6	117,0
	FG34 P4	111±1,14	61,2±69,9	1,3E+00	4,9E+03	1,0E-04	1,3E+00	1,0	114,3
Zn	FG12 P2	269±3,42	124±20,4	1,2E+01	4,2E+02	1,6E-04	2,7E-02	1,3	16,4
	FG12 P4	397±1,70	417±95,2	2,9E+00	9,1E+03	1,8E-05	5,2E-02	0,4	22,8
	FG34 P2	272±1,18	81,6±46,5	1,4E+00	2,2E+03	1,9E-05	3,2E-01	0,4	56,9
	FG34 P4	119±2,80	98,1±14,3	7,8E+00	2,0E+02	5,5E-04	2,1E-02	2,3	14,6

Tableau-AV-4 Sommaire des concentrations pondérées pour le secteur BC

Échantill.	Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)	
	Granulométrie <10 mm				Granulométrie <2 mm			
	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Cd								
BC12-P2	5,4±0,03	9,9±0,48	8,5E-04	2,3E-01	3,4±0,02	6,2±0,30	3,3E-04	8,7E-02
BC12-P3	5,1±0,20	11,9±0,75	3,9E-02	5,7E-01	3,2±0,12	7,4±0,47	1,5E-02	2,2E-01
BC34-P2	4,7±0,04	7,3±0,32	1,6E-03	1,0E-01	2,8±0,02	4,4±0,19	5,9E-04	3,7E-02
BC34-P3	4,6±0,06	8,9±1,39	3,2E-03	1,9E+00	2,8±0,03	5,4±0,84	1,2E-03	7,1E-01
Co								
BC12-P2	6,1±0,07	7,1±0,67	5,1E-03	4,5E-01	3,8±0,04	4,4±0,42	2,0E-03	1,7E-01
BC12-P3	8,6±0,27	8,8±0,60	7,2E-02	3,6E-01	5,3±0,17	3,1±0,37	2,8E-02	1,4E-01
BC34-P2	7,3±0,04	7,7±0,33	1,8E-03	1,1E-01	4,4±0,03	4,7±0,20	6,8E-04	3,9E-02
BC34-P3	7,5±0,07	8,7±1,46	5,4E-03	2,1E+00	4,5±0,04	5,3±0,89	2,0E-03	7,9E-01

Tableau-AV-4 Sommaire des concentrations pondérées pour le secteur BC (suite)

Échantill.	Concentration pondérée moyenne \pm écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s^2)		Concentration pondérée moyenne \pm écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s^2)	
	Granulométrie <10 mm				Granulométrie <2 mm			
	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Cr								
BC12-P2	19,0 \pm 0,21	18,3 \pm 1,30	4,3E-02	1,7E+00	11,8 \pm 0,13	11,4 \pm 0,81	1,6E-02	6,5E-01
BC12-P3	17,8 \pm 0,10	15,9 \pm 0,56	9,7E-03	3,2E-01	11,1 \pm 0,06	5,5 \pm 0,35	3,7E-03	1,2E-01
BC34-P2	14,0 \pm 0,14	12,8 \pm 0,47	2,0E-02	2,2E-01	8,5 \pm 0,09	7,8 \pm 0,29	7,5E-03	8,3E-02
BC34-P3	14,7 \pm 0,15	13,7 \pm 1,70	2,4E-02	2,9E+00	8,9 \pm 0,09	8,3 \pm 1,03	8,8E-03	1,1E+00
Cu								
BC12-P2	91,5 \pm 0,72	81,8 \pm 5,13	5,2E-01	2,6E+01	56,8 \pm 0,45	50,8 \pm 3,18	2,0E-01	1,0E+01
BC12-P3	50,8 \pm 0,31	56,9 \pm 1,83	9,6E-02	3,3E+00	31,6 \pm 0,19	19,8 \pm 1,13	3,7E-02	1,3E+00
BC34-P2	44,0 \pm 0,14	37,3 \pm 2,13	2,0E-02	4,5E+00	26,7 \pm 0,09	22,6 \pm 1,29	7,4E-03	1,7E+00
BC34-P3	38,7 \pm 0,33	37,5 \pm 3,18	1,1E-01	1,0E+01	23,5 \pm 0,20	22,7 \pm 1,93	3,9E-02	3,7E+00

Tableau-A V-4 Sommaire des concentrations pondérées pour le secteur BC (suite)

Échantill.	Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)	
	Granulométrie <10 mm				Granulométrie <2 mm			
	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Mn								
BC12-P2	425±4,61	466±36,4	2,1E+01	1,3E+03	264±2,86	290±22,6	8,2E+00	5,1E+02
BC12-P3	498±2,40	546±20,5	5,8E+00	4,2E+02	310±1,49	190±12,7	2,2E+00	1,6E+02
BC34-P2	390±3,24	435±3,93	1,1E+01	1,5E+01	237±1,97	264±2,39	3,9E+00	5,7E+00
BC34-P3	468±1,93	496±29,9	3,7E+00	8,9E+02	284±1,17	301±18,1	1,4E+00	3,3E+02
Ni								
BC12-P2	15,7±0,22	16,5±0,58	4,7E-02	3,4E-01	9,7±0,13	10,3±0,36	1,8E-02	1,3E-01
BC12-P3	21,8±0,20	20,7±1,30	4,2E-02	1,7E+00	13,6±0,13	7,2±0,81	1,6E-02	6,5E-01
BC34-P2	21,6±0,27	22,9±0,78	7,1E-02	6,1E-01	13,1±0,16	13,9±0,48	2,6E-02	2,3E-01
BC34-P3	21,3±0,07	23,0±2,05	5,2E-03	4,2E+00	13,0±0,04	14,0±1,24	1,9E-03	1,5E+00

Tableau-A V-4 Sommaire des concentrations pondérées pour le secteur BC (suite)

Échantill.	Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)	
	Granulométrie <10 mm				Granulométrie <2 mm			
	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Pb								
BC12-P2	701±5,85	891±76,3	3,4E+01	5,8E+03	436±3,63	553±47,4	1,3E+01	2,2E+03
BC12-P3	170±1,50	229±22,7	2,2E+00	5,1E+02	106±0,93	79,6±14,1	8,6E-01	2,0E+02
BC34-P2	112±2,73	85,0±9,70	7,4E+00	9,4E+01	67,8±1,65	51,6±5,89	2,7E+00	3,5E+01
BC34-P3	26,6±0,57	34,9±8,05	3,2E-01	6,5E+01	16,1±0,35	21,2±4,88	1,2E-01	2,4E+01
Zn								
BC12-P2	716±5,23	764±65,3	2,7E+01	4,3E+03	445±3,25	474±40,5	1,1E+01	1,6E+03
BC12-P3	171±0,84	230±64,5	7,1E-01	4,2E+03	106±0,52	79,8±40,1	2,7E-01	1,6E+03
BC34-P2	165±0,85	137±12,1	7,3E-01	1,5E+02	100±0,52	83,3±7,36	2,7E-01	5,4E+01
BC34-P3	109±0,20	214±207,1	3,9E-02	4,3E+04	66,2±0,12	130±126	1,4E-02	1,6E+04

Tableau-A V-5 Sommaire des concentrations pondérées pour le secteur DE

Échantill	Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)	
	Granulométrie <10 mm				Granulométrie <2 mm			
	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Cd								
DE12 P1	3,9±0,03	8,0±1,95	1,0E-03	3,8E+00	2,2±0,02	4,5±1,10	3,3E-04	1,2E+00
DE12 P4	4,3±0,03	5,3±3,20	1,0E-03	1,0E+01	2,4±0,02	3,0±1,80	3,2E-04	3,2E+00
DE34 P1	5,1±0,12	7,1±1,00	1,5E-02	9,9E-01	2,3±0,06	3,2±0,45	3,1E-03	2,1E-01
DE34 P2	4,0±0,03	4,3±1,75	8,3E-04	3,1E+00	1,8±0,01	1,9±0,80	1,7E-04	6,4E-01
Co								
DE12 P1	5,9±0,06	8,2±3,95	3,4E-03	1,6E+01	3,3±0,03	4,6±2,22	1,1E-03	4,9E+00
DE12 P4	4,6±0,12	4,0±0,71	1,4E-02	5,0E-01	2,6±0,06	3,1±0,40	4,3E-03	1,6E-01
DE34 P1	5,9±0,22	6,0±0,96	5,0E-02	9,2E-01	2,7±0,10	2,8±0,44	1,0E-02	1,9E-01
DE34 P2	5,8±0,06	5,1±3,11	3,2E-03	9,7E+00	2,6±0,02	2,3±1,42	6,6E-04	2,0E+00

Tableau-A V-5 Sommaire des concentrations pondérées pour le secteur DE (suite)

Échantill	Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)	
	Granulométrie <10 mm				Granulométrie <2 mm			
	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Cr								
DE12 P1	13,3±0,08	13,4±3,27	7,0E-03	1,1E+01	7,5±0,05	7,5±1,84	2,2E-03	3,4E+00
DE12 P4	16,3±0,26	11,5±0,37	6,6E-02	1,3E-01	9,2±0,14	5,5±0,21	2,1E-02	4,2E-02
DE34 P1	26,2±0,35	21,1±4,28	1,2E-01	1,8E+01	12,0±0,16	9,6±1,95	2,5E-02	3,8E+00
DE34 P2	17,4±0,08	11,0±6,88	6,2E-03	4,7E+01	7,9±0,04	5,0±3,14	1,3E-03	9,9E+00
Cu								
DE12 P1	28,8±0,19	22,8±5,89	3,4E-02	3,5E+01	16,2±0,10	12,8±3,31	1,1E-02	1,1E+01
DE12 P4	48,2±0,19	26,5±15,0	3,6E-02	2,2E+02	27,1±0,11	19,8±8,41	1,1E-02	7,1E+01
DE34 P1	73,1±0,17	40,6±13,0	2,8E-02	1,7E+02	33,4±0,08	18,6±5,93	5,9E-03	3,5E+01
DE34 P2	103±1,64	39,3±4,06	2,7E+00	1,6E+01	46,9±0,75	17,9±1,85	5,6E-01	3,4E+00

Tableau-A V-5 Sommaire des concentrations pondérées pour le secteur DE (suite)

Échantill	Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)	
	Granulométrie <10 mm				Granulométrie <2 mm			
	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Mn								
DE12 P1	253±2,46	331±144	6,1E+00	2,1E+04	142±1,38	186±80,9	1,9E+00	6,5E+03
DE12 P4	240±4,17	177±61,4	1,7E+01	3,8E+03	135±2,34	189,8±34,5	5,5E+00	1,2E+03
DE34 P1	320±1,39	285±25,7	1,9E+00	6,6E+02	146±0,063	130±11,7	4,0E-01	1,4E+02
DE34 P2	362±1,31	359±84,7	1,7E+00	7,2E+03	165±0,60	164±38,7	3,6E-01	1,5E+03
Ni								
DE12 P1	14,7±0,24	18,3±6,08	5,8E-02	3,7E+01	8,3±0,13	10,3±3,42	1,8E-02	1,2E+01
DE12 P4	20,5±0,28	22,5±15,7	7,7E-02	2,5E+02	11,5±0,16	7,2±8,83	2,4E-02	7,8E+01
DE34 P1	16,8±0,16	18,1±3,22	2,5E-02	1,0E+01	7,7±0,07	8,3±1,47	5,3E-03	2,2E+00
DE34 P2	14,4±0,03	9,5±5,22	1,2E-03	2,7E+01	6,6±0,02	4,3±2,38	2,6E-04	5,7E+00

Tableau-A V-5 Sommaire des concentrations pondérées pour le secteur DE (suite)

Échantill	Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)	
	Granulométrie <10 mm				Granulométrie <2 mm			
	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Pb								
DE12 P1	12,4±0,18	12,7±8,11	3,4E-02	6,6E+01	6,9±0,10	7,1±4,55	1,1E-02	2,1E+01
DE12 P4	565±12,3	371±195	1,5E+02	3,8E+04	317±6,90	79,6±110	4,8E+01	1,2E+04
DE34 P1	883±4,21	548±197	1,8E+01	3,9E+04	403±1,92	250±90,2	3,7E+00	8,1E+03
DE34 P2	602±7,03	249±110	4,9E+01	1,2E+04	275±3,21	114±50,4	1,0E+01	2,5E+03
Zn								
DE12 P1	71,8±0,42	55,9±1439	1,7E-01	2,1E+02	40,3±2,3	31,4±8,08	5,5E-02	6,5E+01
DE12 P4	455±3,06	276±12596	9,3E+00	1,6E+04	256±1,72	79,8±70,7	2,9E+00	5,0E+03
DE34 P1	345±0,62	182±5837	3,8E-01	3,4E+03	158±0,28	83,3±26,7	8,0E-02	7,1E+02
DE34 P2	245±1,83	186±8112	3,3E+00	6,6E+03	112±0,83	84,7±37,1	7,0E-01	1,4E+03

Tableau-A V- 6 Sommaire des concentrations pondérées pour le secteur FG

Échantill	Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)	
	Granulométrie <10 mm				Granulométrie <2 mm			
	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Cd								
FG12 P2	7,8±0,15	13,0±2,35	2,3E-02	5,5E+00	3,7±0,07	6,2±1,12	5,1E-03	1,3E+00
FG12 P4	3,1±0,16	11,0±0,99	2,4E-02	9,8E-01	1,5±0,07	5,2±0,47	5,5E-03	2,2E-01
FG34 P2	3,0±0,14	7,3±5,63	2,0E-02	3,2E+01	1,6±0,08	4,1±3,11	6,0E-03	9,7E+00
FG34 P4	2,9±0,17	9,8±0,79	3,0E-02	6,2E-01	1,6±0,10	5,4±0,44	9,2E-03	1,9E-01
Co								
FG12 P2	12,2±0,11	9,3±1,21	1,2E-02	1,5E+00	5,8±0,05	4,4±0,58	2,7E-03	3,3E-01
FG12 P4	5,7±0,07	6,8±0,54	4,5E-03	3,0E-01	2,7±0,03	3,1±0,26	1,0E-03	6,7E-02
FG34 P2	8,0±0,04	6,7±6,03	2,0E-03	3,6E+01	4,5±0,02	3,7±3,34	6,1E-04	1,1E+01
FG34 P4	8,5±0,14	10,0±0,87	2,1E-02	7,5E-01	4,7±0,08	5,5±0,48	6,3E-03	2,3E-01

Tableau-A V-6 Sommaire des concentrations pondérées pour le secteur FG (suite)

Échantill	Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)	
	Granulométrie <10 mm				Granulométrie <2 mm			
	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Cr								
FG12 P2	30,0±0,53	22,3±6,48	2,8E-01	4,2E+01	14,3±0,25	10,6±3,08	6,4E-02	9,5E+00
FG12 P4	17,0±0,08	17,4±1,85	6,8E-03	3,4E+00	8,1±0,04	5,5±0,88	1,5E-03	7,7E-01
FG34 P2	20,9±0,15	13,7±11,5	2,2E-02	1,3E+02	11,5±0,08	7,6±6,37	6,8E-03	4,1E+01
FG34 P4	17,1±0,30	16,8±1,89	9,1E-02	3,6E+00	9,5±0,17	9,3±1,05	2,8E-02	1,1E+00
Cu								
FG12 P2	50,6±1,07	40,5±20,7	1,1E+00	4,3E+02	24,1±0,51	19,3±9,86	2,6E-01	9,7E+01
FG12 P4	215±2,40	59,0±4,13	5,8E+00	1,7E+01	102±1,14	19,8±1,97	1,3E+00	3,9E+00
FG34 P2	65,7±1,30	24,4±16,9	1,7E+00	2,8E+02	36,3±0,72	13,5±9,33	5,2E-01	8,7E+01
FG34 P4	44,8±0,55	41,7±6,16	3,0E-01	3,8E+01	24,8±0,30	23,1±3,41	9,1E-02	1,2E+01

Tableau-A V-6 Sommaire des concentrations pondérées pour le secteur FG (suite)

Échantill	Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)	
	Granulométrie <10 mm				Granulométrie <2 mm			
	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Mn								
FG12 P2	657±9,71	433±96,4	9,4E+01	9,3E+03	313±4,62	206±45,9	2,1E+01	2,1E+03
FG12 P4	290±1,41	311±30,6	2,0E+00	9,4E+02	138±0,67	190±14,6	4,5E-01	2,1E+02
FG34 P2	475±2,06	307±250	4,2E+00	6,3E+04	263±1,14	170±139	1,3E+00	1,9E+04
FG34 P4	488±10,7	562±211	1,1E+02	4,5E+04	270±5,90	311±117	3,5E+01	1,4E+04
Ni								
FG12 P2	27,2±0,28	23,0±5,49	8,0E-02	3,0E+01	13,0±0,13	10,9±2,61	1,8E-02	6,8E+00
FG12 P4	20,8±0,29	22,3±1,23	8,4E-02	1,5E+00	9,9±0,14	7,2±0,59	1,9E-02	3,4E-01
FG34 P2	19,5±0,19	15,1±13,4	3,5E-02	1,8E+02	10,8±0,10	8,3±7,43	1,1E-02	5,5E+01
FG34 P4	21,2±0,43	25,1±2,87	1,9E-01	8,2E+00	11,7±0,24	13,9±1,59	5,7E-02	2,5E+00

Tableau-A V-6 Sommaire des concentrations pondérées pour le secteur FG (suite)

Échantill	Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)		Concentration pondérée moyenne ±écart type ($\bar{x} \pm s$) (ppm)		Variances (s ²)	
	Granulométrie <10 mm				Granulométrie <2 mm			
	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.	Altern.	Conv.
Pb								
FG12 P2	29,5±0,41	23,3±8,46	1,6E-01	7,2E+01	14,0±0,19	11,1±4,03	3,7E-02	1,6E+01
FG12 P4	364±0,67	405±147	4,5E-01	2,2E+04	173±0,32	80±70,2	1,0E-01	4,9E+03
FG34 P2	396±6,31	183±214	4,0E+01	4,6E+04	219±3,49	101±118	1,2E+01	1,4E+04
FG34 P4	104±1,07	57,5±66	1,1E+00	4,3E+03	57,7±0,59	31,8±36,4	3,5E-01	1,3E+03
Zn								
FG12 P2	226±2,87	105±17,2	8,3E+00	2,9E+02	108±1,37	49,8±8,17	1,9E+00	6,7E+01
FG12 P4	334±1,43	350±79,9	2,0E+00	6,4E+03	159±0,68	79,8±38,1	4,6E-01	1,4E+03
FG34 P2	256±1,11	76,7±43,7	1,2E+00	1,9E+03	141±0,61	42,5±24,2	3,8E-01	5,8E+02
FG34 P4	112±2,63	92,3±13,4	6,9E+00	1,8E+02	62,1±1,46	51,0±7,43	2,1E+00	5,5E+01

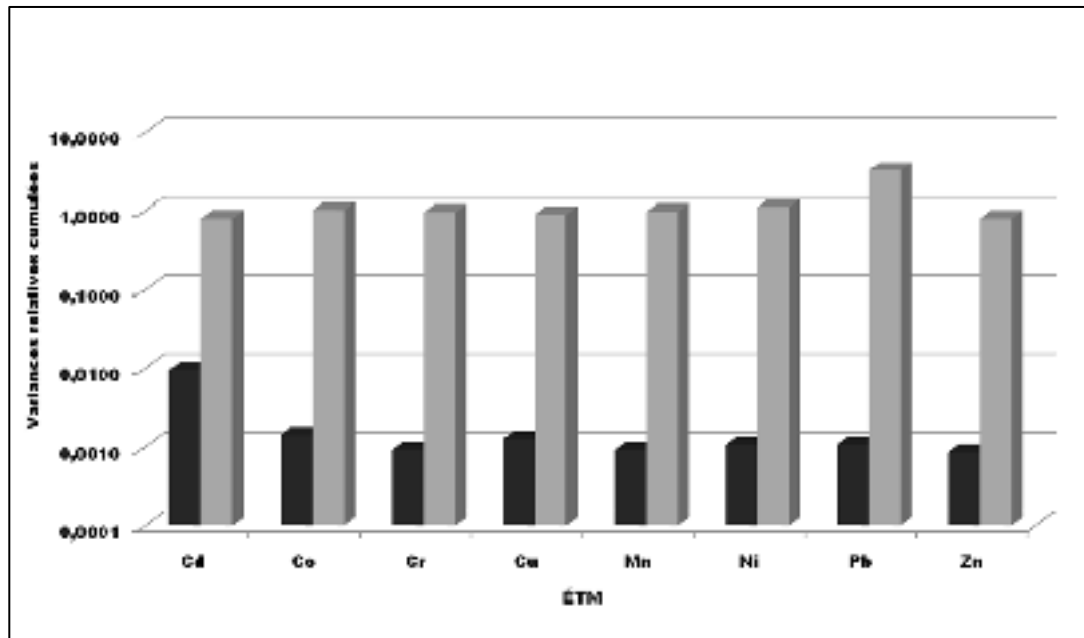


Figure-AV-1 Variances relatives cumulées
(Gris foncé-ALTERNATIF, gris pal-CONVENTIONNEL)

ANNEXE VI

MATÉRIAUX DE REMBLAI ANTHROPIQUE URBAIN

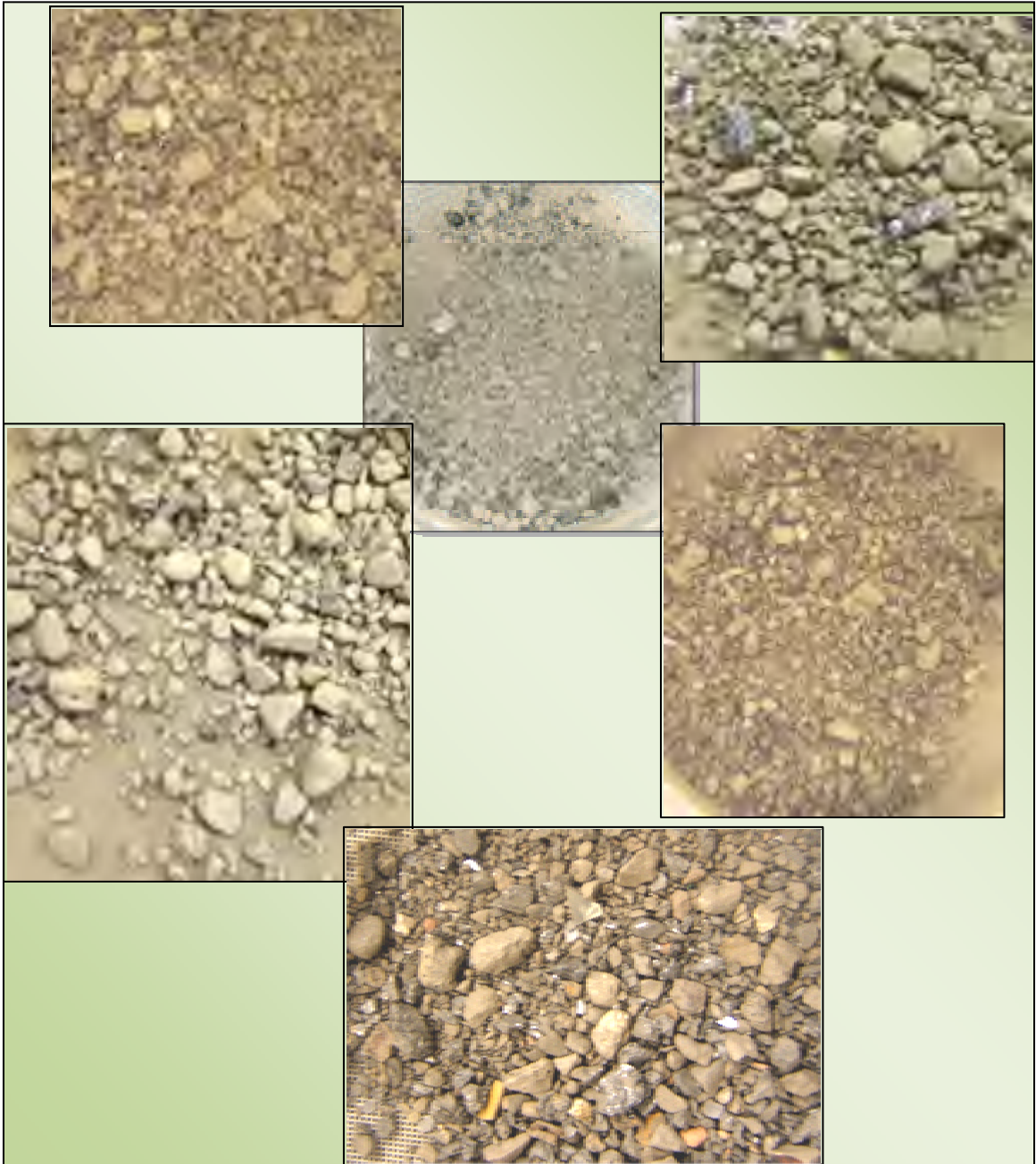


Figure-A VI-1 Scories/ Mâchefer



Figure-A VI-2 Briques



Figure-A VI-3 Béton

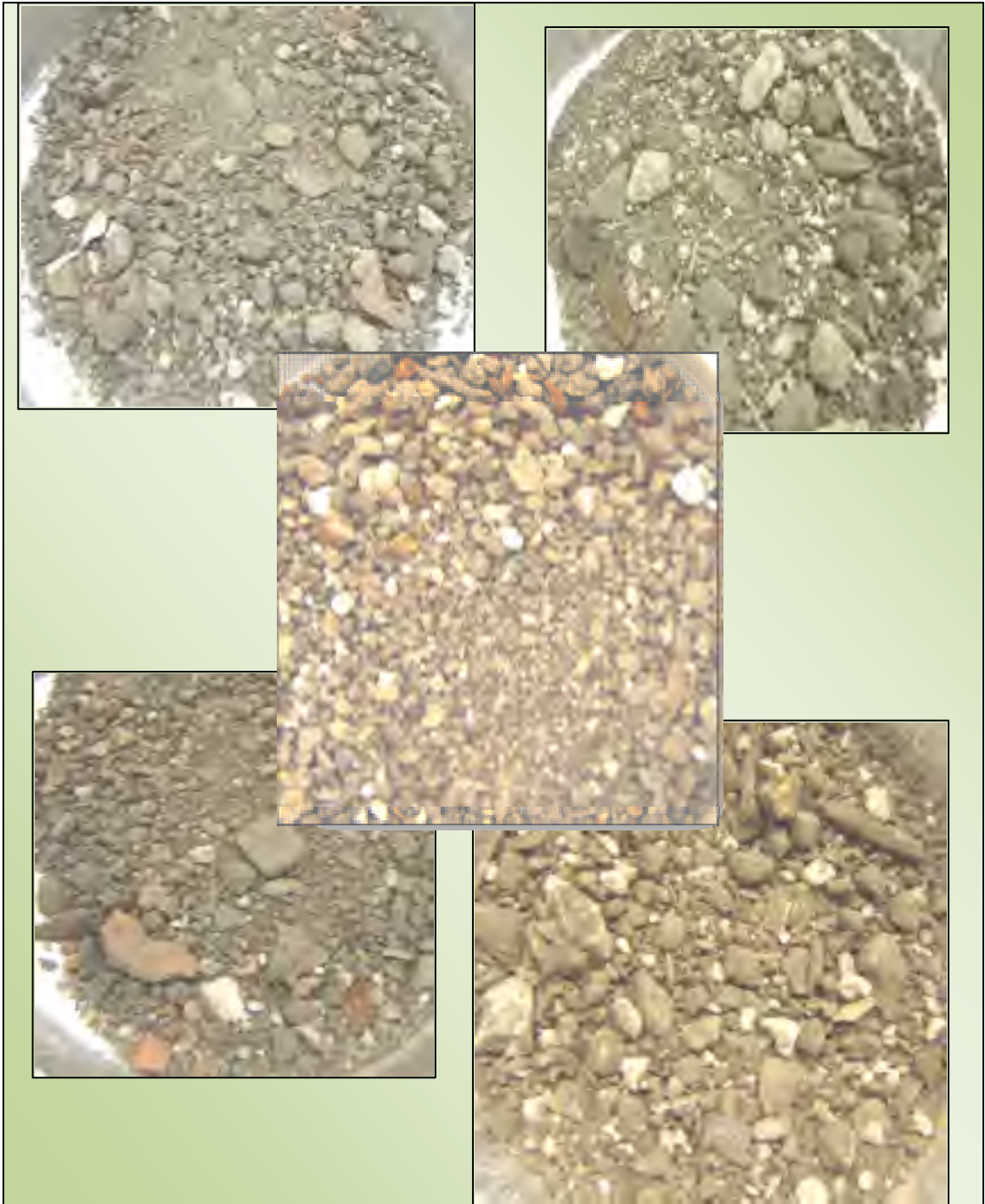


Figure-A VI-4 Échantillons mixtes

BIBLIOGRAPHIE

- American Society for Testing and Materials (ASTM). 1991. *Natural building Stones; soil and rock, Annual Book of ASTM Standards*, 19th part, Philadelphia (USA): 634 p.
- Baize, Denis. 1997. *Teneurs totales en éléments traces métalliques dans les sols. Références et stratégies d'interprétation*. INRA, Paris (France): 410 p.
- Baize, Denis. 2004. *Petit lexique de pédologie*. INRA, Paris (France): 271 p.
- Bartsch, Charles. 2004. « National Lessons and Trends ». In *Brownfields. Redeveloping Environmentally Distressed Properties*, sous la dir. de Harold. J, Rafson et Robert.N, Rafson, p.p. 21-69. New York (USA): McGraw-Hill.
- Berthelin, Jaques et Corinne Leyval. 2000. « Contamination des milieux par les éléments traces. Les conséquences sur les sols et les eaux superficielles ». *Comptes Rendus de l'Académie d'Agriculture*, France, n° 3, p. 25-38.
- Briefert, Claus et Robert Perraud. 2001. *Chimie de l'environnement. Air, eau, sols, déchets*, Paris, Bruxelles : De Boeck Université, 822 p.
- Bockheim, James. G. 1974. « Nature and properties of highly disturbed urban soils, Philadelphia, Pennsylvania ». Paper presented before *Div.S-5, American Soil Science Society, Cicago*, Illinois.
- Boudreault, Jean-Philippe, Jean-Sébastien Dubé, Mirela Sona et Éric Hardy. 2009. « Amélioration de la représentativité lors du prélèvement d'échantillons de sols contaminés: description d'une méthode alternative d'échantillonnage ». Dans *62st Canadian Geotechnical Conference & 10th Joint CGS/IAH-CNC Groundwater Geo-Halifax, 2009*.(Halifax, Sept. 20-24 2009), 7 p. Nouvelle Écosse, Canada.
- Chestworth, Ward. 2008. *Encyclopedia of soil science*. Dordrecht, The Netherlands: Springer, 902 p.
- Conover, William J.1998. *Practical nonparametric statistics*, 3nd ed. New York, (N.Y): Wiley and Sons, 584 p.
- Craul, Phillip J. 1985. « A description of urban soils and their desired characteristics ». *Journal of Arboriculture*, n° 11 (11), p. 330-339.

- Deschamps, Thomas, Mostafa Benzaazoua, Bruno Bussière, Tikou Belem, Mbonimpa Mamert. 2006. « Mécanismes de rétention des métaux lourds en phase solide: cas de la stabilisation des sols contaminés et des déchets industriels ». *VertigO*, Vol. 7, n° 2, p. 11.
- Dubé, Jean.-Sébastien, Jean-Philippe Boudreault, Régis Bost. et Éric Hardy. 2008. « Laboratory sampling of urban anthropogenic soil ». In *CSCE 2008 Annual Conference*. (Québec, June 10-13, 2008), p. 11.
- Dubé, Jean-Sébastien. 1997. « Application d'un protocole analytique à l'évaluation de la distribution géochimique des métaux lourds dans les sols contaminés ». Mémoire de maîtrise en génie civil, Laval, Université Laval, Québec (Canada), 126 p.
- El Khalil, Hicham, Christophe Schwartz, Ouafae Elhamiani, Jochen Kubinok, JeanLouis Morel et Ali Boularbah. 2008. « Contribution of Technic Materials to the Mobile fraction of Metals in Urban Soils in Marrakech (Morocco) ». *Journal of Soils and Sediments*, vol. 8, n° 1, p. 17-22.
- Freyssinet, Philippe., Piantone, P., Azaroual, M., Clozel, B., Baubron, J.C., Hau, J.M., Guyonnet, D., Guillou-Frottier, L., Pillard, F., Jezequel, P. 1998. *Évolution chimique et minéralogique des mâchefers d'incinération d'ordures ménagères au cours de la maturation*, Éditions BGRM (France), 146 p.
- Galvez-Cloutier, Rosa et Pierre J. Lefrançois. 2005. « Les sols contaminés par des métaux lourds: Distribution géochimique et techniques de restauration ». *Vecteur environnement*, vol. 38, n° 3, p. 30-38.
- Galvez-Cloutier, Rosa. 1995. « Study of heavy metals accumulation mechanisms in the Lachine canal sediments ». Thèse de doctorat, Montréal, Université Mc Gill.
- Gerlach, Robert.W et John M Nocerino. 2003. *Guidance for Obtaining Representative Laboratory Analytical Subsamples from Particulate Laboratory Samples*, Report number EPA/600/R-03/027. United States Environmental Protection Agency, Las Vegas, Nevada (USA): 134 p.
- Gerlach, Robert W., David E. Dobb, Gregory A. Raab et John M. Nocerino. 2002. « Gy sampling theory in environmental studies. Assessing soil splitting protocols », *Journal of chemometrics*, n° 16, p. 321-328.
- Gustavsson, Björn, Karin Luthbom et Anders Lagerkvist. 2006. « Comparison of analytical error and sampling error for contaminated soil ». *Journal of hazardous materials*, n° 138, p. 252-260.
- Gy, Pierre. 1996. *L'échantillonnage des lots de matière en vue de leur analyse*, Science de l'ingénieur. Paris (France): Masson 148 p.

- Gy, Pierre. 1992. *Sampling for heterogeneous and dynamic material systems: Theories of heterogeneity, sampling, and homogenizing*. Amsterdam and New York: Elsevier, 653 p.
- Harrison, Roy. M. 1999. *Understanding our environment, an introduction to environmental chemistry and pollution*, 3th ed. Cambridge (UK): The University of Birmingham, 436 p.
- Holtz, Robert D. et William D. Kovacs. 2008. *Introduction à la géotechnique*. 2^e édition. Montréal (Canada): Presses Internationales Polytechnique, 808 p.
- Kabata-Pendias, Alina et Arun B Mukherjee. 2007. *Trace Elements from Soil to Human*. Berlin, Heidelberg, New York: Springer, 550 p.
- Kabata-Pendias, Alina. 2001. *Trace elements in soil and plants*. 3rd edition. Boca Raton, London, NY, Washington, D.C: CRC Press. Inc., 413 p.
- Manceau, Alain, Matthew A Marcus. et Nobumichi Tamura. 2002. « Quantitative speciation of heavy metals in soils and sediments by Synchrotron X-ray techniques ». In *Applications of Synchrotron Radiation in Low-Temperature Geochemistry and Environmental Science. Reviews in Mineralogy and Geochemistry, Mineralogical Society of America*, n° 49, p. 341-428.
- Mason, Benjamin G. 1992. *Preparation of Soil Sampling Protocols :Sampling techniques and Strategies, Report number EPA/600/R/92/128*. United States Environmental Protection Agency, Las Vegas, Nevada, 169 p.
- McLean, Joan E. et Bert E. Bledsoe. 1992. « Behavior of Metals in Soil ». *Ground Water Issue*. EPA/5040/S-92/018, 25 p.
- Ministère du Développement Durable de l'Environnement et des Parcs du Québec. 2001. « Bilan sur les terrains contaminés ». En ligne. <http://www.mddep.gouv.qc.ca/sol/terrains/bilan2001/chapitre_2.htm#2_statistiques>. Consulté le 12 novembre 2009.
- Ministère du Développement Durable de l'Environnement et des Parcs du Québec. 2003. « Guide de caractérisation des terrains ». En ligne. <<http://www.mddep.gouv.qc.ca/sol/terrains/guide/guidecaracterisation.pdf>>. Consulté le 14 juillet 2010.
- Ministère du Développement Durable de l'Environnement et des Parcs du Québec. 2002. « Projet de loi no.72 (2002, chapitre 11). Loi modifiant la Loi sur la qualité de l'environnement et d'autres dispositions législatives relativement à la protection et à la réhabilitation des terrains ». Dans *Publications du Québec* En ligne. <<http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=5&file=2002C11F.PDF>>. Consulté le 12 novembre 2009.

- Ministère du Développement Durable de l'Environnement et des Parcs du Québec. 2010. « Règlement sur la protection et la réhabilitation des terrains (c. Q-2, r.18.1.01). Loi sur la qualité de l'environnement (L.R.Q., c. Q-2, a.31, 31.69, 109.1 et 124.1) ». Dans *Publications du Québec*. En ligne. <http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=3&file=/Q_2/Q2R18_1_01.htm>. Consulté le 14 juin 2010.
- Ministère du Développement Durable de l'Environnement et des Parcs du Québec. 2001. « Règlement sur l'enfouissement des sols contaminés (c. Q-2, r. 6. 01). Loi sur la qualité de l'environnement (L.R.Q., c. Q-2, a.31, 31.52, 86, 101.9 et 124.1) ». Dans *Publications du Québec* En ligne. <http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=3&file=/Q_2/Q2R6_01.HTM>. Consulté le 7 décembre 2009.
- Ministère du Développement Durable de l'Environnement et des Parcs du Québec 2005. « Bilan sur les terrains contaminés ». En ligne. <<http://www.mddep.gouv.qc.ca/sol/terrains/bilan2005/Bilan2005-tc.pdf>>. Consulté le 12 janvier 2010.
- Ministère du Développement Durable de l'Environnement et des Parcs du Québec. 2001. « Politique de protection des sols et de réhabilitation des terrains contaminés ». En ligne. <http://www.mddep.gouv.qc.ca/sol/terrains/politique/annexe_2_tableau_2.htm>. Consulté le 11 janvier 2010.
- Ministère du Développement Durable de l'Environnement et des Parcs du Québec.2009. « Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales: Cahier 5-Échantillonnage des sols » Dans *Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec*. En ligne. <<http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/échantillonnage/solsC5.pdf>>. Consulté le 16 décembre 2009.
- Ministère du Développement Durable de l'Environnement et des Parcs du Québec. 2008. « Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales : Cahier 8-Échantillonnage des matières dangereuses ». Dans *Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec*. En ligne. <http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/échantillonnage/mat_dang_C8.pdf> Consulté le 16 décembre 2009.
- Ministère du Développement Durable de l'Environnement et des Parcs du Québec. 2008. *Détermination des métaux: méthode par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon*. MA. 200 – Mét 1.1, Rév. 4 Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, p. 34.
- Minitab Inc. 2009. *Minitab*, version 15. Statistical Software (USA).
- Morel, Jean.Louis, Christophe Schwartz, Louis Florentin et Christian De Kimpe. 2004. « Soil Management and Conservation: urban soils ». In *Encyclopedia of Soils in the Environment*, Elsevier Ltd., Academic Press, London (UK): D. Hillel p. 202-208.

- Myers, Jeffrey. C. 1997. *Geostatistical Error Management. Quantifying Uncertainty for Environmental Sampling and Mapping*. John Wiley and Sons, New York, 571 p.
- Pansu, Marc et Jacques Gautheyrou. 2003. *L'analyse du sol. Minéralogique, organique et minérale*. Springer-Verlag, Paris (France): 998 p.
- Pavao-Zuckerman, Mitchell. A. 2008. « The nature of urban soils and their role in ecological restoration in cities ». *Restoration Ecology*, vol. 16, n° 4, p. 642-649.
- Pitard, Francis. F. 1993. *Pierre Gy's sampling theory and sampling practice. Heterogeneity, Sampling Correctness and statistical Process Control*, 2nd ed. Boca Raton (Fla): CRC Press, 488 p.
- Pratt, Chris. 2004. « Remediation of heavy metal impacts in roadside corridors, Wet Tropics World Heritage Area », *The New Zealand Society for Sustainability Engineering and Science*, NZSSES, New Zealand, Australia, 15 p.
- Quéformat Ltée. 2004. *Rapport no S-11603-A. Caractérisation préliminaire phase I. Propriétés situées dans le quadrilatère délimité par les rues De la Montagne, Notre-Dame, Eleanor et William*. Montréal, Québec. 274 p.
- Reichl, Franz-Xaver, Robert Perrault et Edouard Krahe. 2004. *Guide pratique de toxicologie*, 2^e éd. Bruxelles, Paris (France): De Boeck Université 368 p.
- Schwartz, Christophe, Louis Florentin, D. Charpentier, S Muzika et Jean. Louis Morel. 2001. « Le pédologue en milieux industriels et urbains, I. Sols d'une friche industrielle ». *Étude et Gestion des Sols*, vol. 8, n° 2, p. 135-148.
- Schwartz, Christophe. 2008. « Pédogenèse et fonctionnement des sols très anthropisés » Dans *SSP/AFES Congrès annuel, Université de Neuchâtel (Neuchâtel, Fév.7-8 2008)*, 2p. En ligne. <http://www.soil.ch/doku/verein_jt08_dossier.pdf>. Consulté le 7 mars 2010.
- Semlali, R. M. Laurence Denaix et F van Oort. 2002. « Estimation des stocks et des flux dans un Andosol jeune ». Dans *Les éléments traces métalliques dans les sols: approches fonctionnelles et spatiales*, sous la dir. de Denis, Baize, et Martine, Tercé, p. 17-18. Paris : Institut National de la Recherche Agronomique.
- Sutherland, Ross A, Graham D. Pearson, Chris J Ottley. 2008. « Grain size partitioning of platinum-group elements in road-deposited sediments: Implications for antropogenic flux estimates from autocatalysts ». *Environmental Pollution*, vol. 151, p. 503-515.
- Sutherland, Ross. 2003. « Lead in grain size fractions of road-deposited sediment » *Environmental Pollution*, vol. 121 n° 2, p. 229-237.

- Townsend, Timothy, Thabet Tolaymat, Kevin Leo et Jenna Jambeck. 2004. « Heavy metals in recovered fines from construction and demolition debris recycling facilities in Florida ». *Science of Total Environment*, n° 332, p. 1-11.
- Trébord, Loïc. 2002. « Le sol : une ressource vulnérable et méconnue ». Dans le journal interne *Galileo* de Veolia Propreté (France) p.4-7. En ligne. < http://www.veolia-proprete.com/pdf/Pages4a7_GALILEO_4_FR.pdf>. Consulté le 8 décembre 2009.
- Tutoriel Kruskal-Wallis. En ligne. <http://www.aiaccess.net/French/Glossaires/GlosMod/f_gm_kruskal.htm>. Consulté le 12 février 2011.
- United States Department of Agriculture. 2005. « Urban Soils Primer ». 77 p. En ligne. <[http://soils.usda.gov/use/urban/downloads/primer\(screen\).pdf](http://soils.usda.gov/use/urban/downloads/primer(screen).pdf)>. Consulté le 12 mars 2010.
- United States Environmental Protection Agency. 1993. *Remediation Technologies Screening Matrix and Reference Guide*. EPA 542-B-93-005 United States Environmental Protection Agency, Washington, U.S.A.
- Wang, Xue-Song, Young Qin, Young-Kang Chen. 2006. « Heavy metals in urban roadside soils, part 1: effect of particle size fractions on heavy metals partitioning ». *Environmental, Geology*, vol. 50, p. 1061-1066.
- Washington State University Extension. 2009. « The Garden Professors », no. 22. En ligne. <<https://sharepoint.cahnrs.wsu.edu/blogs/urbanhort/archive/2009/09.aspx>>. Consulté le 12 mars 2010.
- Zanganeh, A. H. P., Lakhan, V. C. et Vazyari, M. 2008. « Geochemical Associations and Grain size Partitioning of Heavy Metals in Nearshore Sediments Along the Iranian Coast of the Sea ». Dans *The 12th World Lake Conference*. (Jaipur, 29th October-2nd November 2009), p. 198-202. Jaipur, India.