

SFRP
6 février

*Méthodes et techniques
d'échantillonnage des
sols et des sédiments
dans l'environnement*

Enjeu : L'échantillonnage sert à prendre des décisions

- Caractériser une zone (teneurs de mailles, volumes)
- Calculer des risques (parfois très sensibles)
- Définir un plan d'action

Les erreurs d'échantillonnage entraînent :

- des décisions incorrectes = perte de confiance client, litiges
- un gaspillage financier (discrédite les études, les tonnages produits...)

Tous les efforts de qualité sont allés au laboratoire mais cela ne concerne qu'une fraction de l'erreur totale...

Sur les sites pollués, l'expérience montre que :

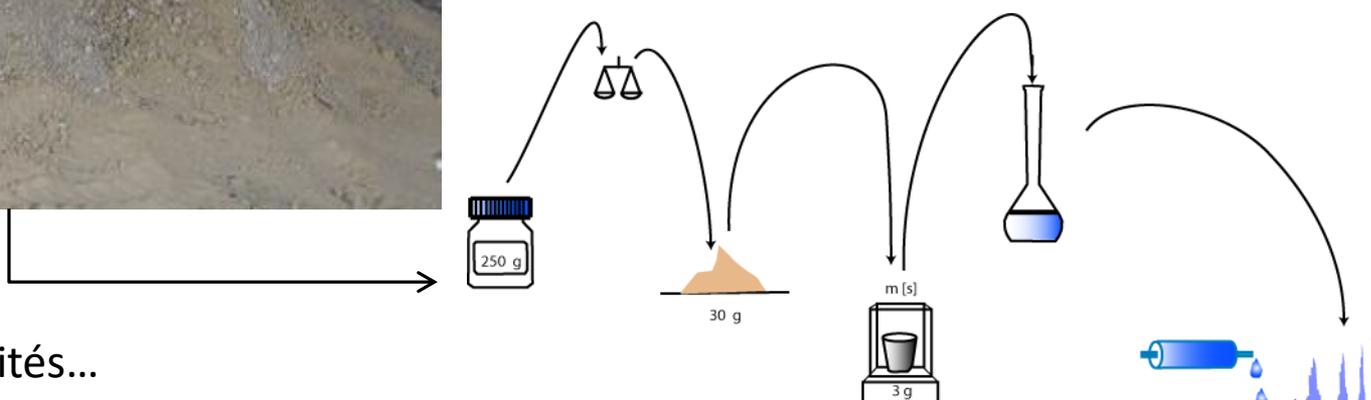
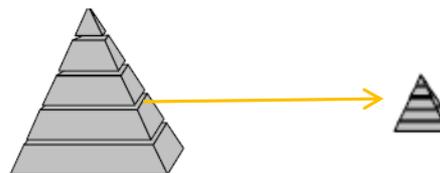
Incertitude liée au laboratoire : 5 %

Incertitude liée à un mauvais échantillonnage : peut aller jusqu'à plus de 200% d'incertitudes!! (cf GT échantillonnages)



Mise en évidence du problème

Une maille de 100 m³ représente environ 170 t soit 17 000 000 g



Un peu de probabilités...

- $M_s/M_I = 3/17\,000\,000 = 1/5\,666\,667$
- $5 \text{ n}^\circ + \text{Complémentaire} = 1/2\,330\,636$



Pour répondre à ces enjeux :

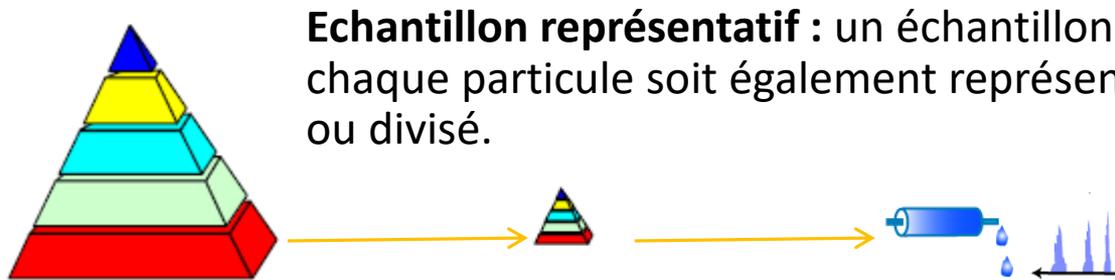
1 - Connaître la théorie de l'échantillonnage

2 - Savoir à quoi s'attendre

3 - Prélever de manière correcte

4 - Projets de recherches menés au BRGM

1 - Connaître la théorie de l'échantillonnage



Echantillon représentatif : un échantillon collecté de telle manière que chaque particule soit également représentée dans l'échantillon commun ou divisé.

Un échantillon est **juste** si son biais est bas ou nul

Un échantillon est **reproductible** si sa variance est basse ou nulle

On ne peut jamais déterminer à partir d'un échantillon s'il est représentatif ou non

- Représentatif = Homogène



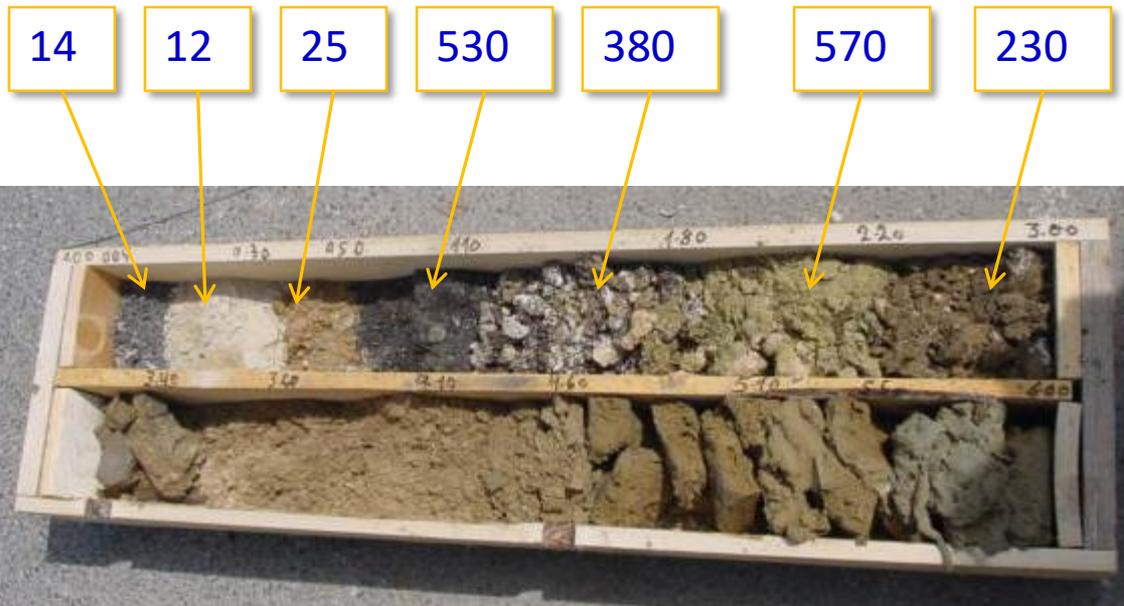
ECHANTILLON
OU ?
COMMENT ?



Bords de fouille à la pelle mécaniques montrant une « tranche de remblai ».

Erreur lors de la réalisation de l'échantillon moyen

Weighting Sampling Error (WSE)



Grappillage
de 7 sous
échantillons
dans un
flacon

Projet SOLSTICE 2007
S BELBEZE

$$m = \frac{14 + 12 + 25 + 530 + 380 + 570 + 230}{7} = 251.57 ??$$

$$m^* = \frac{0.05 * 14 + 0.25 * 12 + 0.2 * 25 \dots + 0.8 * 230}{3} = 334.9 !!$$

- Un échantillon représentatif n'a pas de sens sans spécification de son échelle spatiale (=support)
- En moyenne WSE jusqu'à 39% d'erreur sur la moyenne.
 - **résolu par la collecte d'information sur le support (surface, poids, débit) et le calcul de poids**
 - Si la densité du matériau varie et que des incréments de même volumes sont prélevés alors la moyenne est erronée
- Pour les composites, WSE = "proportional sampling"
 - Selon notre REX sur un matériau hétérogène 20 incréments donnent une erreur de 30% à 95% confidence
 - Il faut dépasser 50 pour approcher les 20 %

- **Rappels sur les composites**
 - économique
 - Peut donner une bonne estimation de la moyenne
 - Attention on dilue !! peut "rater" un spot
 - on perd l'info sur la variabilité
- **Quelques trucs**
 - Toujours garder un duplicate des incréments au cas ou une grosse valeur était trouvée
 - Bon mixage indispensable



Placettes d'échantillonnage de surface

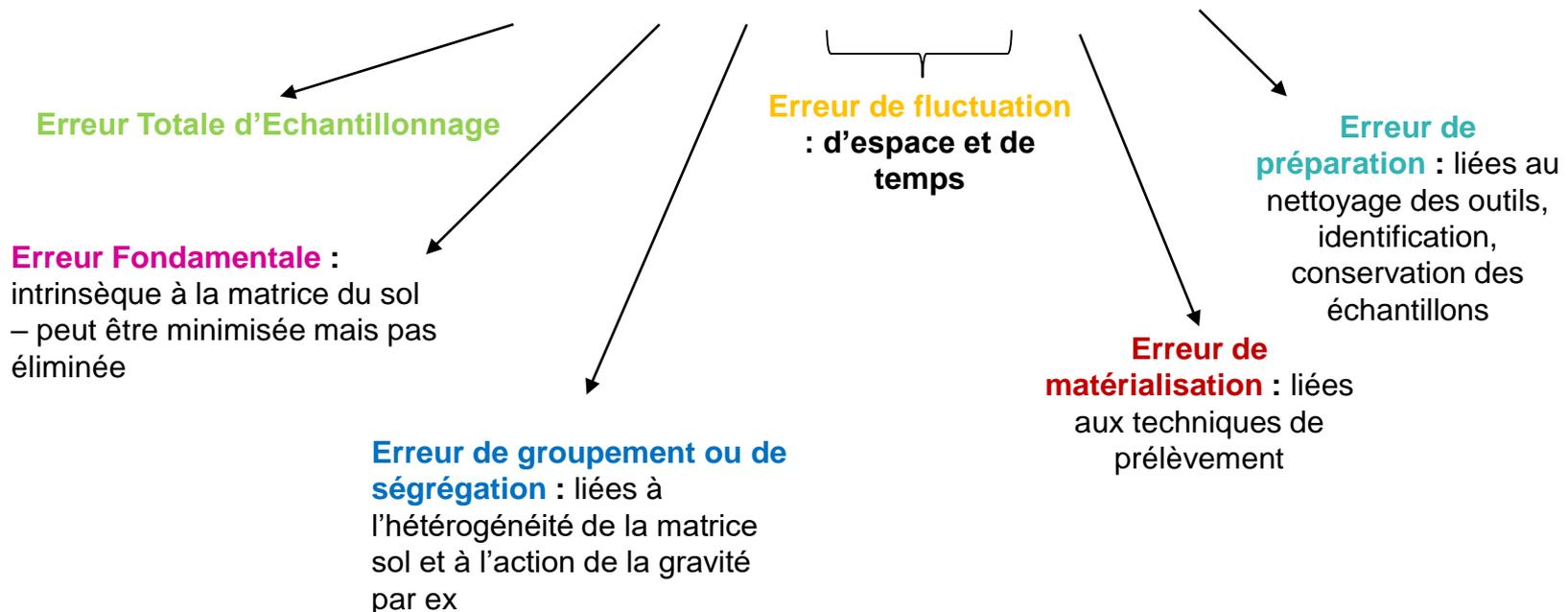
La théorie de l'échantillonnage (TOS : Theory Of Sampling)

→ Utilisée en contexte minier

→ A pour objectif de minimiser toutes les sources d'erreur connues

Travaux de Gy (1967, 1979, 1983, 1992)

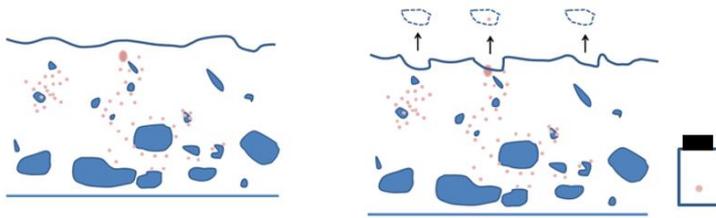
$$ETE = FE + GSE + CE2 + CE3 + ME + PE$$



La théorie de l'échantillonnage

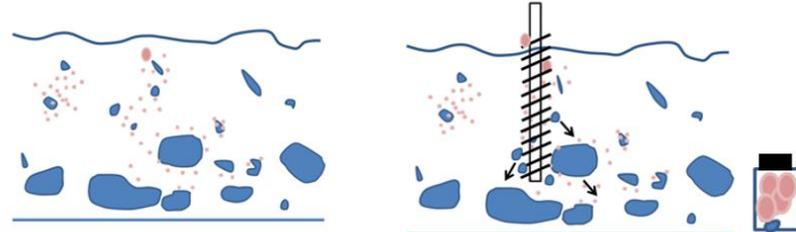
→ Modeles des bonnes pratiques d'échantillonnage (F.PITARD S-BELBEZE)

LE GRAPILLAGE



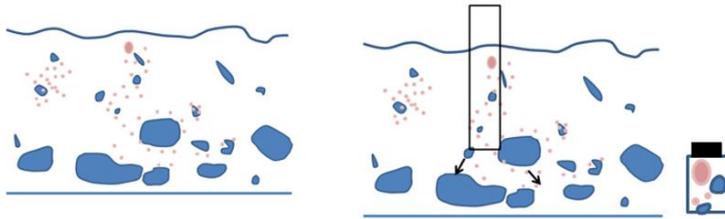
Le « grappillage » n'est pas correct.

LA TARIERE



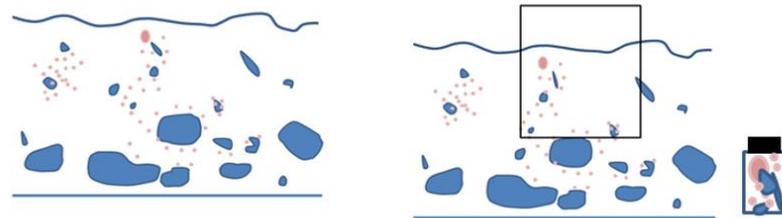
Une tarière privilégie la phase légère et collante au dépens des gros éléments

LE CAROTTIER

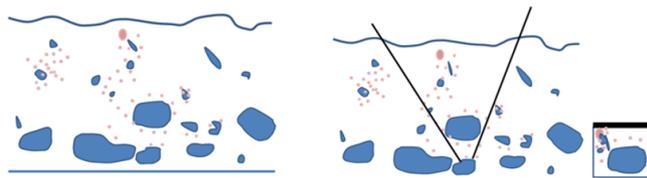


Un carottier écarte certains éléments selon son diamètre et la forme de son

MAUVAISE MATERIALISATION

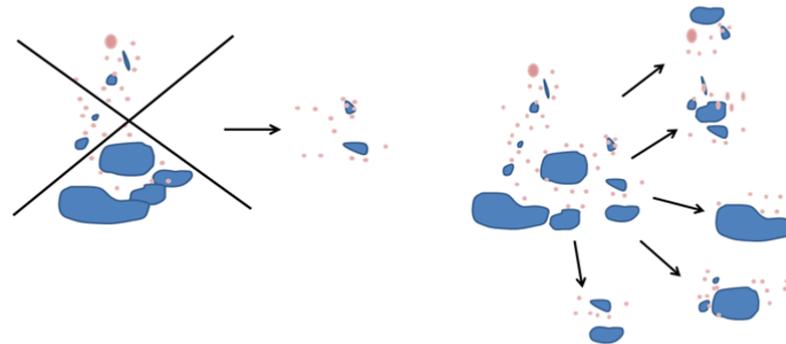


LE RAINURAGE



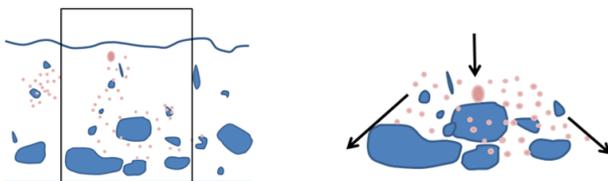
Important, tout rainurage doit être perpendiculaire à la couche pour respecter les proportions (i.e. dans le schéma ci-dessus les traits noirs doivent être verticaux). On constate que certaines portion du matériau peuvent être sur ou sous représentés selon le profil de la découpe

LE QUARTAGE



Le quartage n'est pas suffisant, il faut au moins un pelletage fractionné ou une mécanisation.

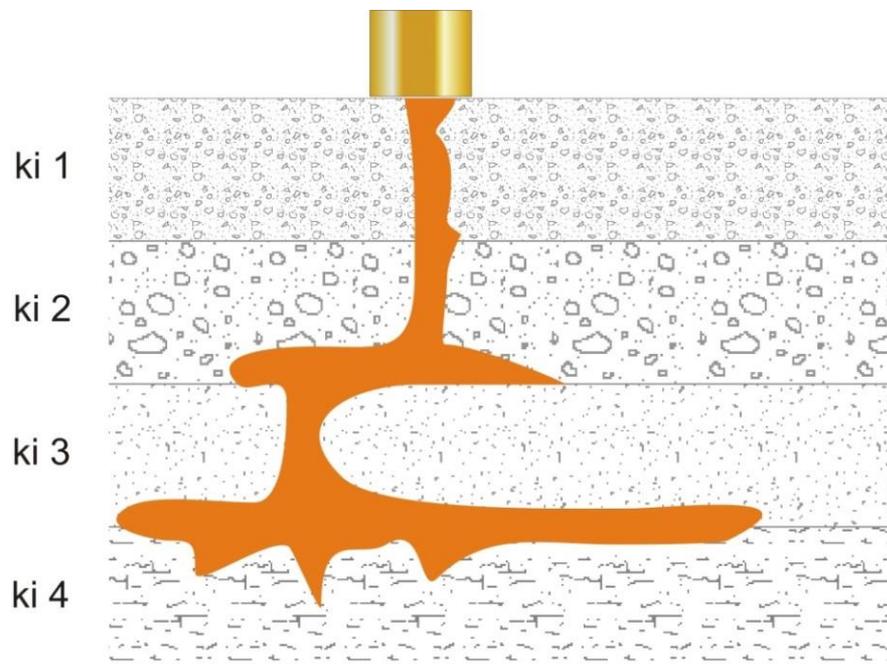
LA SEGREGATION



La taille est juste, les parois sont perpendiculaires et nettes : l'erreur de matérialisation DE et EE sont minimisées. L'échantillon en tas subit un GSE dont il faut tenir compte. Le processus de prélèvement reprend

2 - Savoir à quoi s'attendre

- Variation de la distribution des teneurs en fonction :
 - Configuration du site/installations potentiellement polluantes
 - Nature et structure du sol
 - Existence d'une nappe et de sa profondeur
 - Source(s) de contamination et modalité de la fuite
 - Type de polluants et de son comportement dans les sols et les nappes
 - Age de la contamination
 - Quantités de polluants



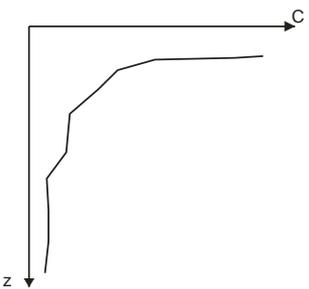
$$k_{i4} < k_{i3} = k_{i1} < k_{i2}$$

$$U_{i4} < U_{i3} = U_{i1} < U_{i2}$$

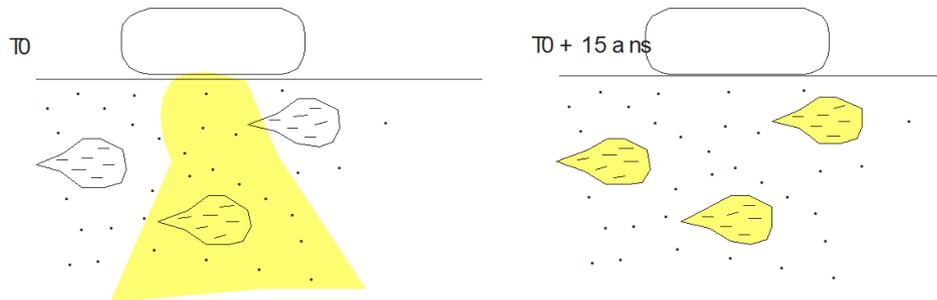
Le milieu, la géologie joue un rôle primordial

Prise en compte des gradients de concentration pour le choix d'échantillon

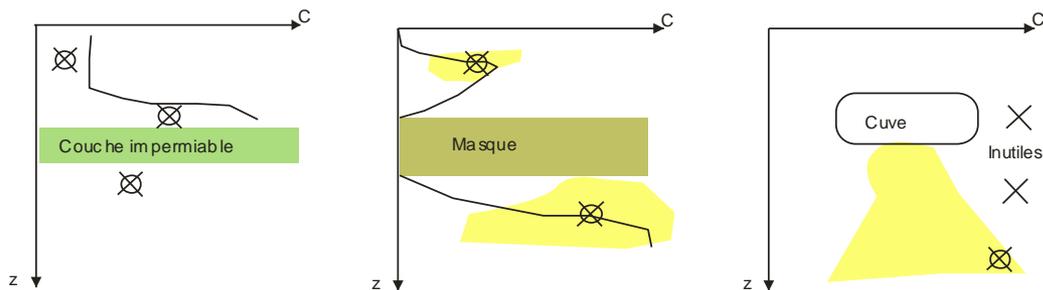
Gradients de concentrations verticaux



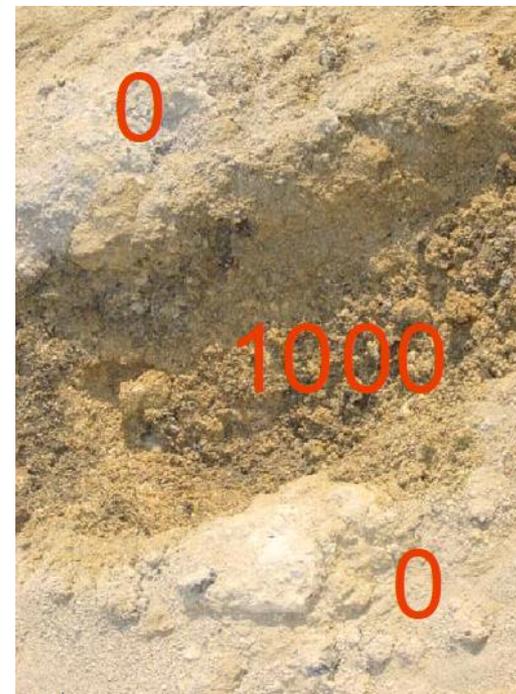
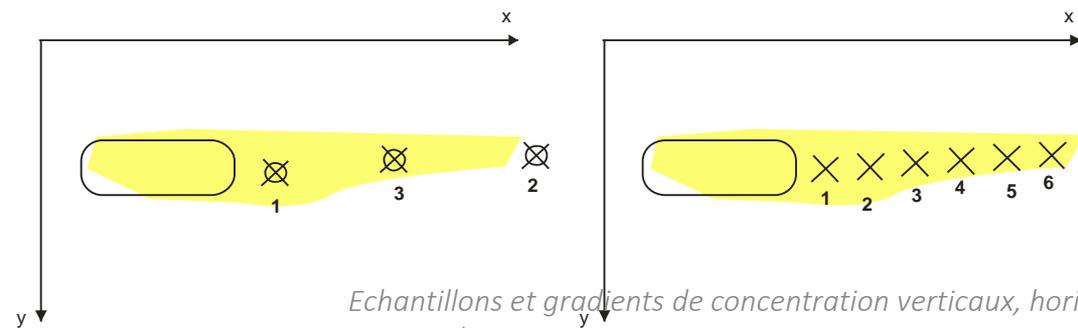
Gradients temporels et échanges physiques



Echantillonnage à la bonne profondeur

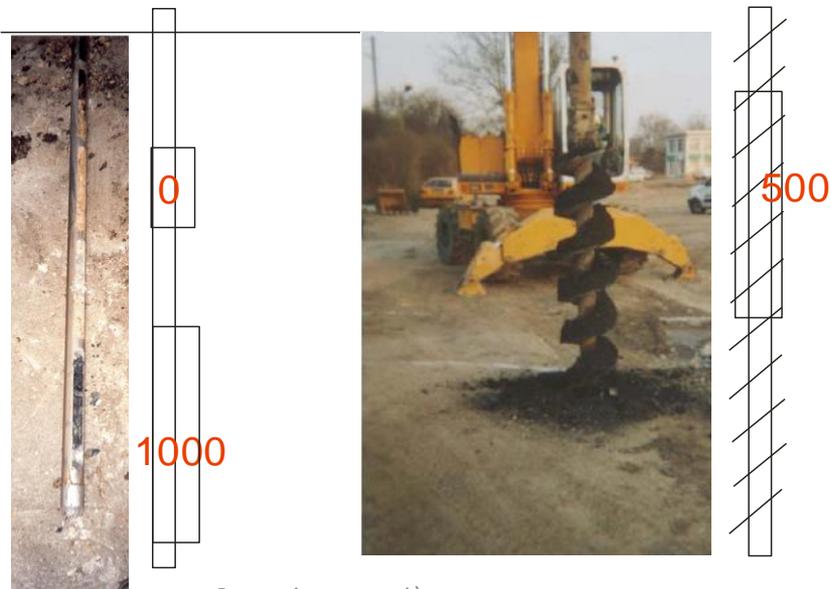


Gradients de concentration horizontaux



Echantillons et gradients de concentration verticaux, horizontaux et temporels – BELBÈZE 2005

- Plusieurs facteurs sont garants de la représentativité d'un échantillon, notamment :
 - Profondeur de l'échantillonnage ;
 - Polluant en présence ;
 - Technique de forage et d'échantillonnage ;
 - Screening (gamasacanning, PID, XRF etc)
 - Conservation de l'échantillon ;
 - Référentiel utilisé pour l'interprétation.



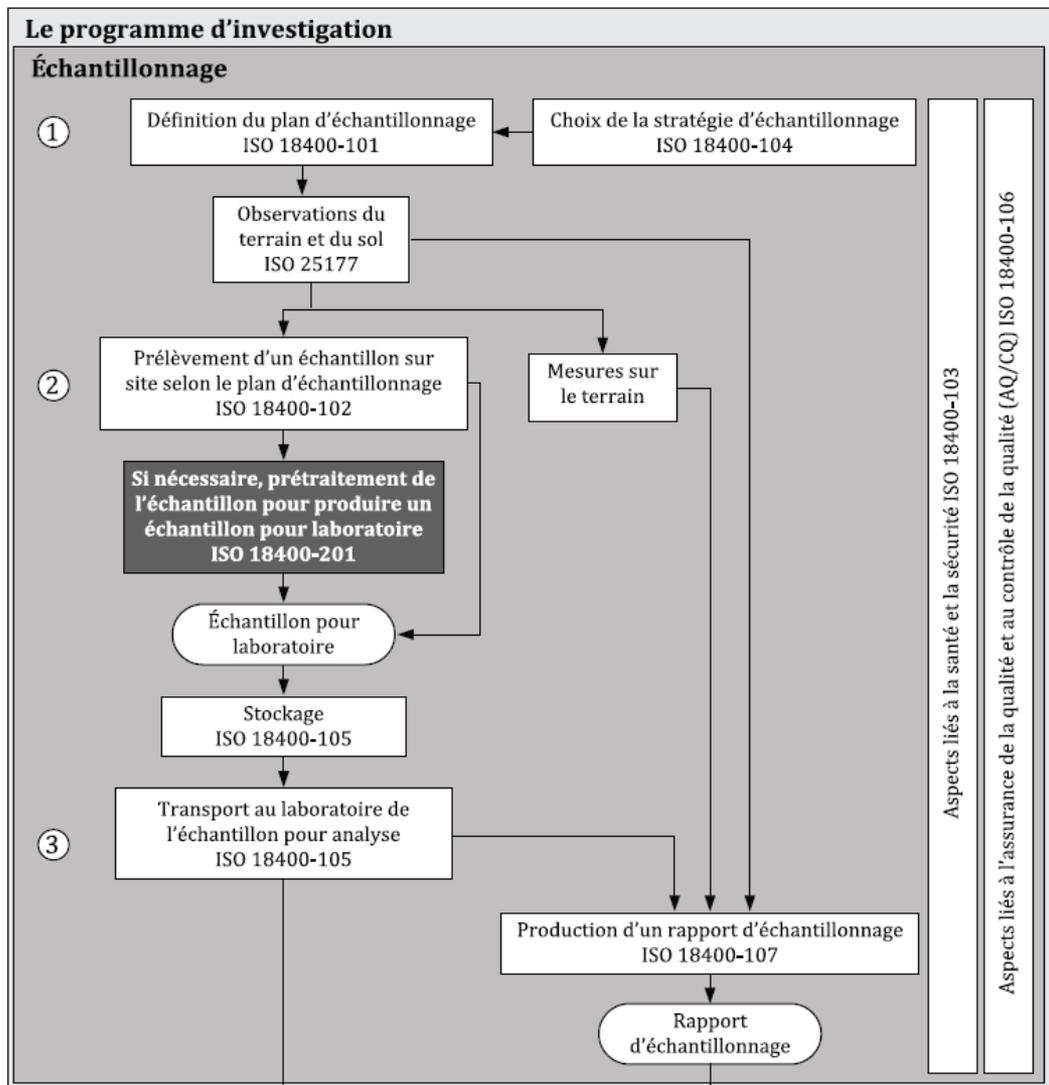
Carottier et tarières



Carottes « sonic »

- Les techniques de forage ne donnent pas le même résultat.
- **Recherche t'on une moyenne, un max ou la distribution des polluants dans le sol**
- Attention à la récupération et au WSE !

3 – Prélever de manière correcte



Normes et référentiels

Il convient de systématiser le protocole de prélèvement des sols pour obtenir les jeux de données les plus homogènes possibles et d'indiquer des pratiques facilitant le traitement statistique et géostatistique des données



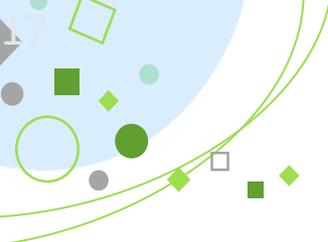
Découpe en serpent



Découpe des carottes



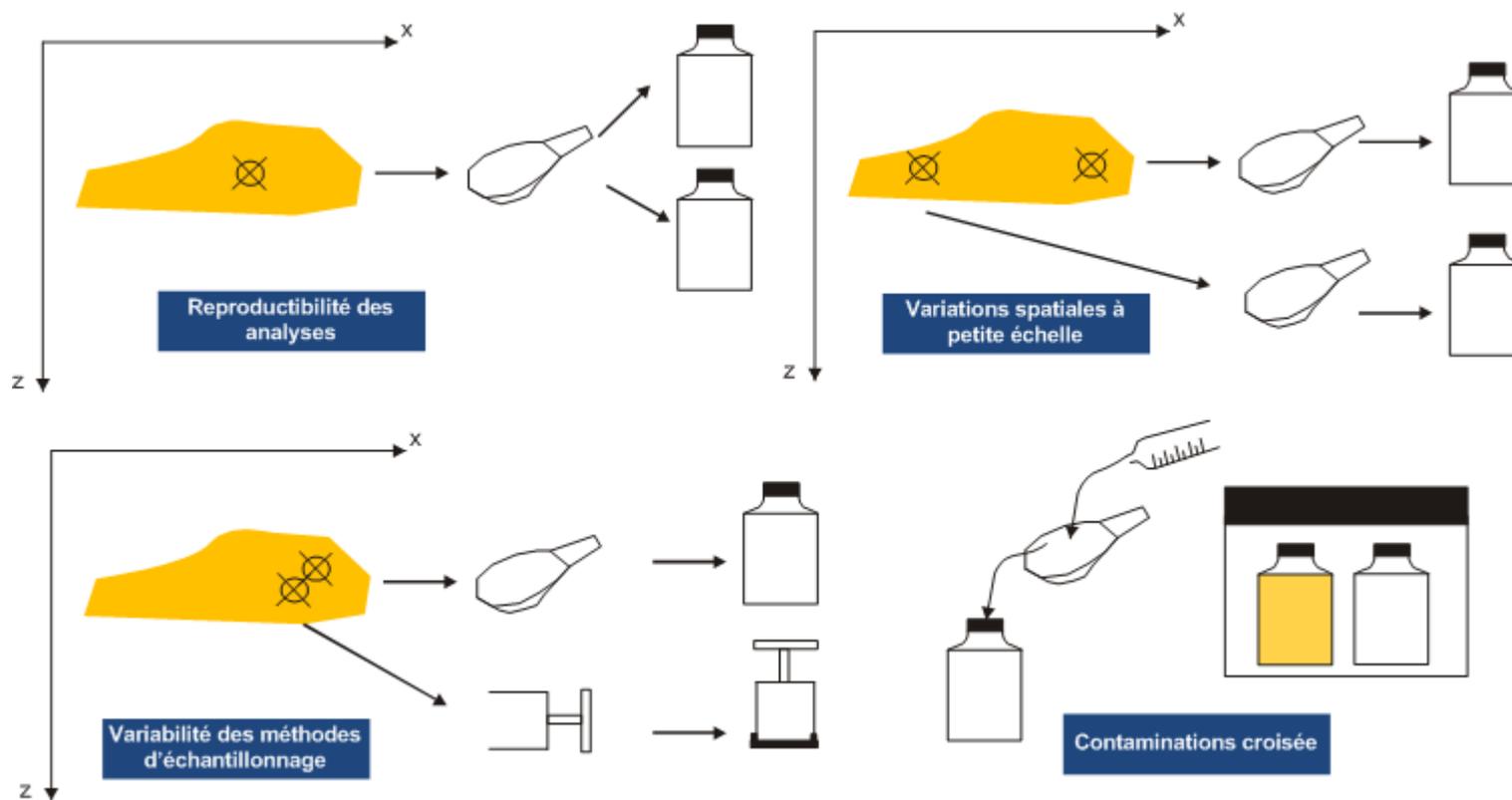
Fractions



Etablir la qualité des prélèvements

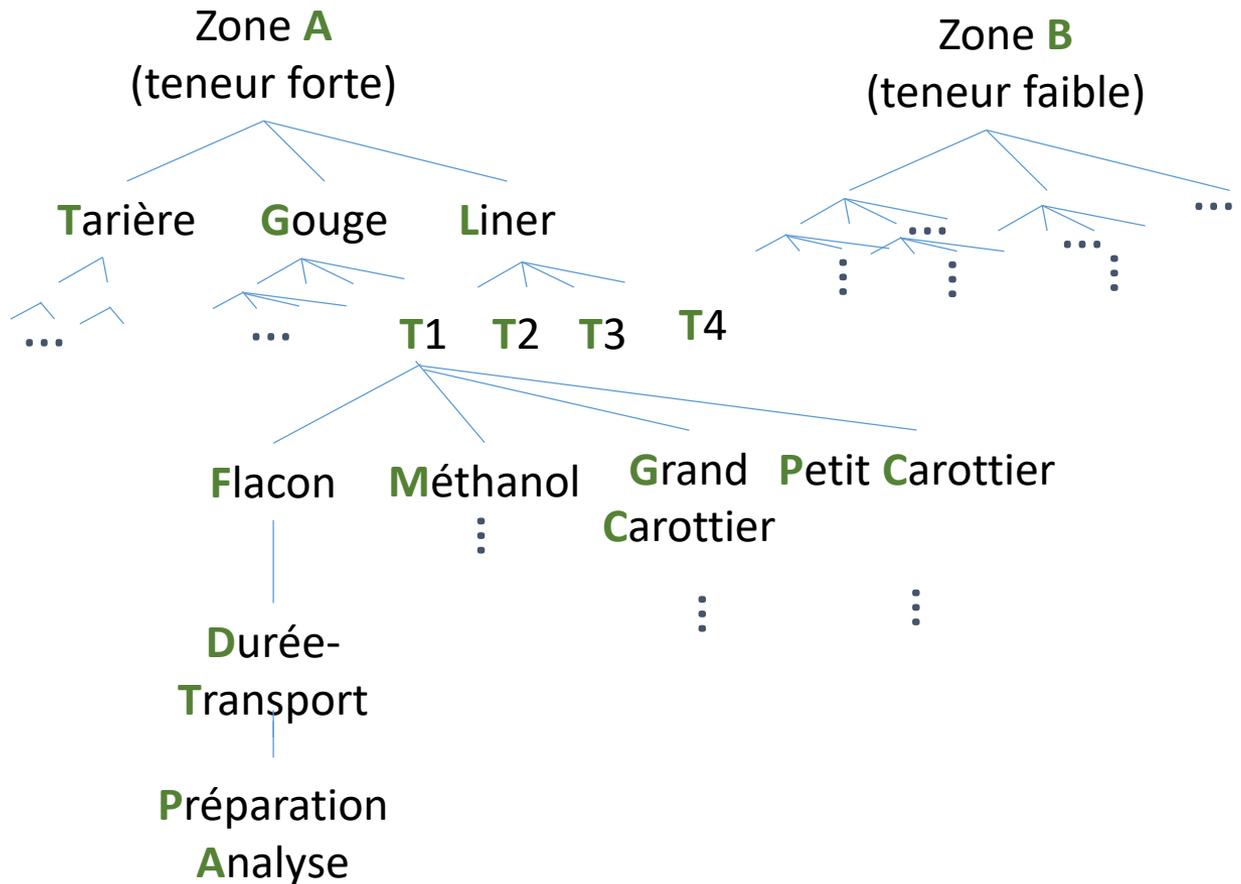
- **Echantillons en double** permettant d'évaluer la **reproductibilité des analyses**,
- **Echantillons proches** (distance de l'ordre de 2 m voire moins) pour évaluer les **variation spatiales à petite échelle**,
- **Echantillons avec deux méthodes différentes** (deux techniques, deux laboratoires ou deux masses différentes) qui donnent accès à la **variabilité des échantillonnage**,
- **Echantillons sur matériel** (frottis ou aqueux) qui permettent de détecter **une cross contamination** lors de l'échantillonnage,
- **Echantillons de stockage/transport** qui permettent de détecter une cross contamination lors du stockage ou du transport.

Quantifier les erreurs



4 - Projets de recherches au BRGM

GT ECHANTILLONNAGE

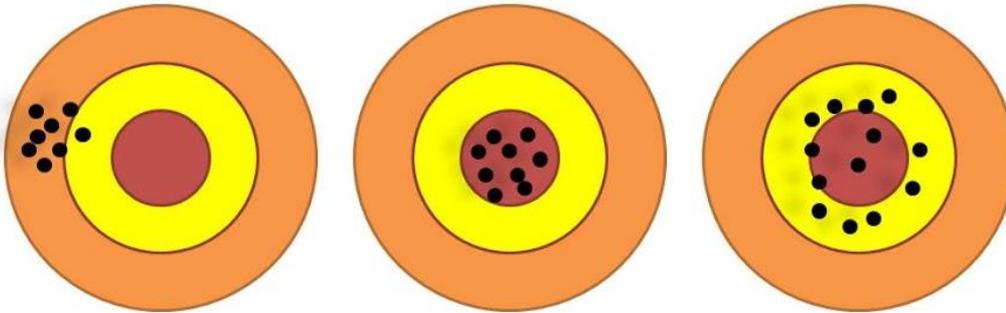


Mettre en évidence

- Différences entre zones
- Différence entre techniques de sondage
- Différence selon le tronçon de carotte prélevé
- Méthode de prélèvements
- Pertes lors de la phase stockage transport
- Erreur du laboratoire (préparation et analyse)

4 - Projets de recherches au BRGM

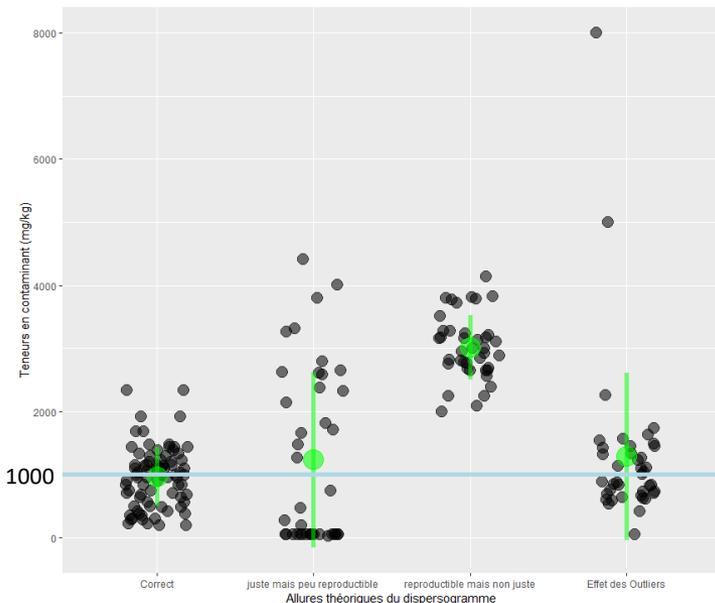
GT ECHANTILLONNAGE



Reproductible mais non juste

Correct

Juste mais peu reproductible



Le modèle suivant a été appliqué pour la zone A

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_{ij} + \gamma_{jk} + \varepsilon_{ijk} \text{ avec}$$

μ : Moyenne du sol échantillonné

α_i : Effet de la technique de forage n°i

β_{ij} : Effet pour le tronçon j pour la technique de forage n°i

γ_{jk} : Effet pour la méthode k pour le tronçon j pour la technique de forage n°i

ε_{ijk} : erreur aléatoire

On aura alors pour les variances :

$$\sigma_{mesure}^2 = \sigma_{methode}^2 + \sigma_{tronçon}^2 + \sigma_{technique}^2 + \sigma_{methode\ et\ analyse}^2$$

L'incertitude standard : $u = ET_{mesure} = \sqrt{\sigma_{mesure}^2}$

L'incertitude étendue : $U = 2u$

L'incertitude étendue relative en % : $2u/\bar{m}$ avec \bar{m} moyenne

Le modèle suivant a été appliqué pour la zone B

$$Y_{ijk} = \mu + \beta_i + \gamma_{ij} + \varepsilon_{ij} \text{ avec}$$

μ : Moyenne du sol échantillonné

β_i : Effet pour le tronçon i

γ_{ij} : Effet pour la méthode j pour le tronçon i

ε_{ijk} : erreur aléatoire

On aura alors pour les variances :

$$\sigma_{mesure}^2 = \sigma_{methode}^2 + \sigma_{tronçon}^2 + \sigma_{methode\ et\ analyse}^2$$

L'incertitude standard : $u = ET_{mesure} = \sqrt{\sigma_{mesure}^2}$

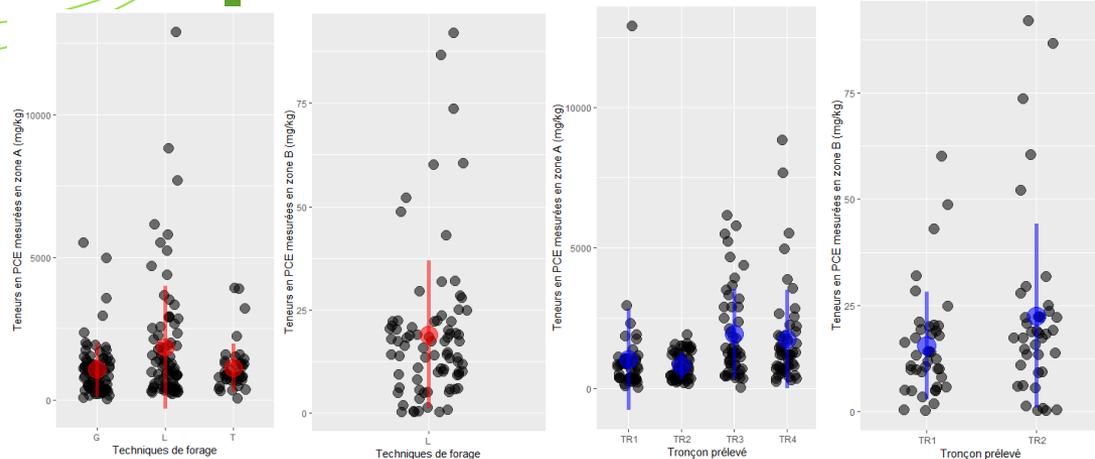
L'incertitude étendue : $U = 2u$

L'incertitude étendue relative en % : $2u/\bar{m}$ avec \bar{m} moyenne

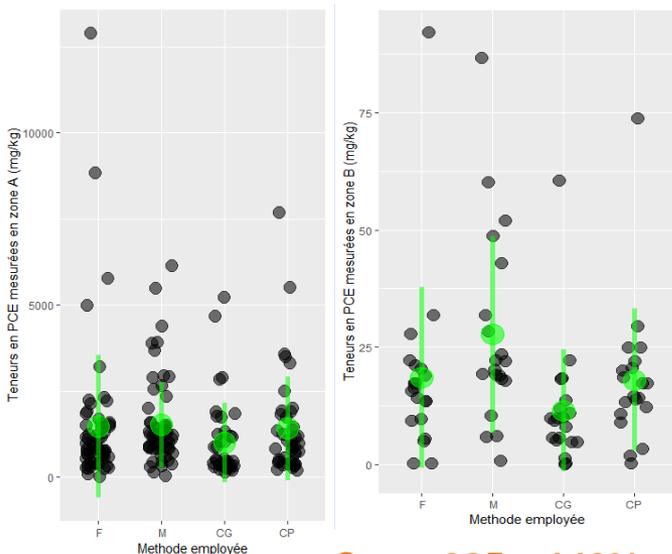
Analyse robuste

- EURACHEM / CITAC Guide
- Analyse robuste
 - Manuel Koller (2016). Robust Estimation of Linear Mixed-effects Models. Journal of Statistical Software, 75(6), 1-24.
 - Michael H. Ramsey, Ariadni Argyraki (1997), Estimation of measurement uncertainty from field sampling, Elsevier, The Science of the Total Environment 198 p243-257

PRELEVEMENT DES VOLATILS - PCE



- Le liner montre la distribution des polluants dans le sol. Pour une moyenne, la technique de forage influe peu.
- La position du prélèvement sur la carotte est primordiale. Cela nécessite un bon préleveur et plusieurs échantillons



- La méthode de prélèvements influe particulièrement sur les faibles teneurs avec une erreur pouvant atteindre 35% (pertes lors de l'échantillonnage qui passent inaperçues sur les fortes teneurs (ZA)).
- Les autres erreurs de mesure et analyse par le laboratoire représentent une source d'erreur importante.
- Si, le laboratoire estime son erreur de mesure à 55%, l'erreur liée au transports et préparation d'échantillons est de l'ordre de 6-7 % pour les faibles teneurs

Cza = 985 ± 140%

Czb = 16 ± 141%

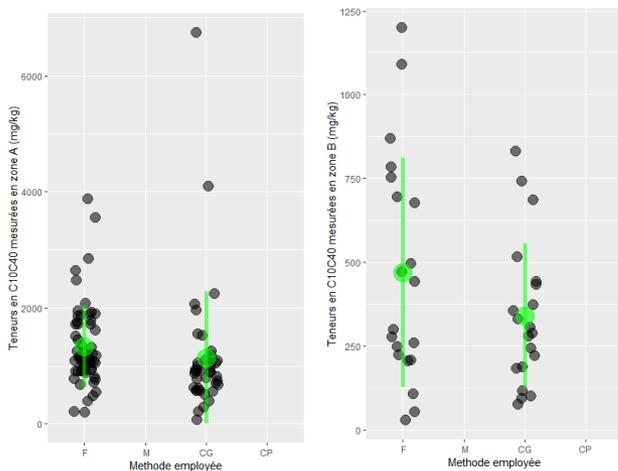
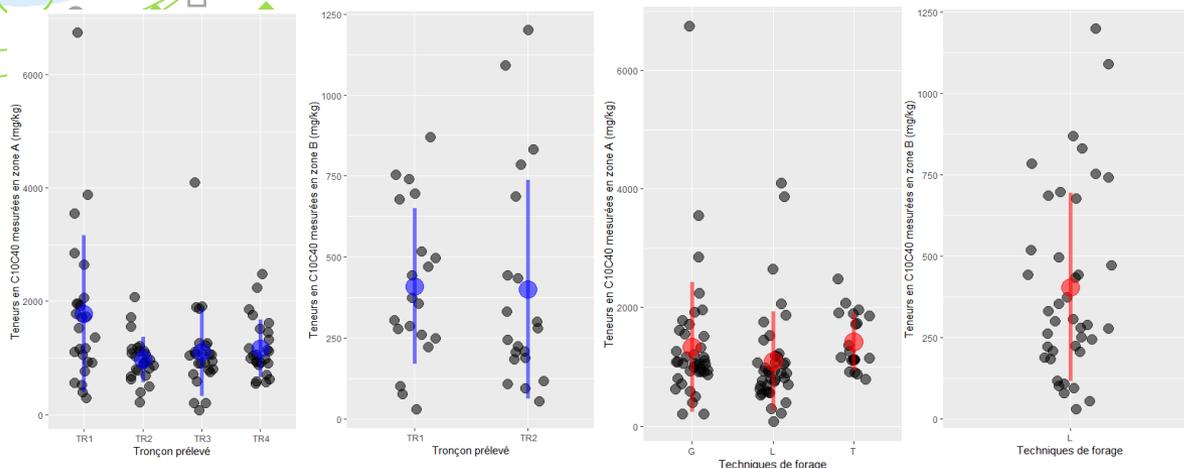


Le Liner associé au méthanol ou au petit carottier

PRELEVEMENT DES SEMI VOLATILS – C10C40

Des résultats surprenants

- La technique de forage influe peu sur le résultat. Les erreurs s'avèrent importantes et ce en particulier sur les fortes teneurs
- La position du prélèvement sur la carotte est l'inverse des volatils. L'erreur ainsi commise peut atteindre 20%.



- Comme l'on montré les résultats des zones A et B, la méthode de prélèvements influe particulièrement sur les faibles teneurs avec une erreur pouvant atteindre 75%. Cette erreur serait liée à des « pertes » de transport ou arrivée en laboratoire qui sont moins sensible sur les fortes teneurs (ZA).
- Si, le laboratoire estime son erreur de mesure à 19%, l'erreur liée à la conservation, transports et préparation d'échantillons au labo est estimée entre 25 et 56 %.

Cza = 1139 ± 98%

Czb = 381 ± 150%



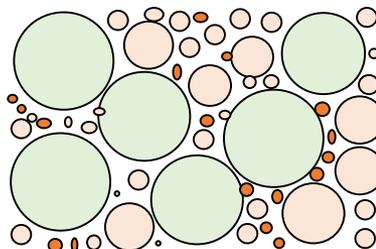
Le Flacon sur liner ou carottier. Les autres techniques sont proches.

CAFORAGE- Influence des grosses fractions sur les teneurs

remblais d'un site pollué par des métaux lourds

- Prise en compte interaction sol/polluants
- Polluant distribué au sein de la matière
- Principalement dans la fraction fine
- Typiquement, prélever uniquement la fraction fine surestime la contamination des sols (biais)
- **Teneur en Pb des fractions connue à 10 % d'ETE avec une masse $M_s = 1.4$ kg.**

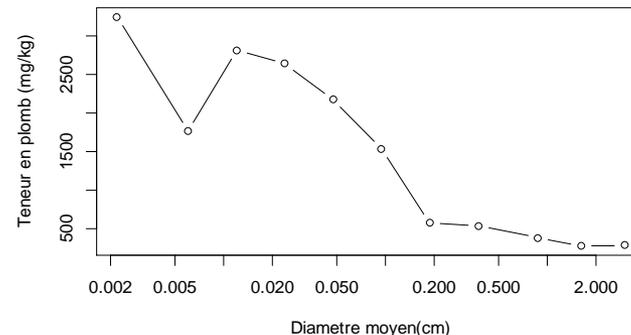
Polluant distribué au sein de la matière
Equation des particules variées



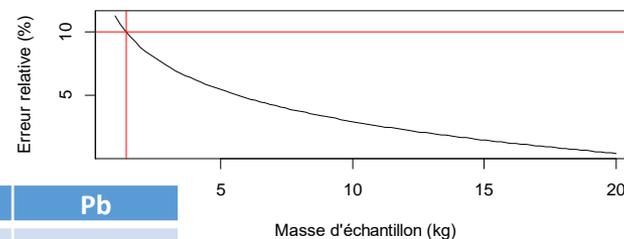
DONNEES

d_{max}	d_{min}	Masse	x_i	Pb
mm	mm	g	ppm	ppm
40	20	198	0,198	289
20	12,5	150	0,15	277
12,5	5	184	0,184	382
5	2,5	106	0,106	538
2,5	1,25	89,2	0,0892	583
1,25	0,63	98	0,098	1538
0,63	0,315	83,7	0,0837	2174
0,315	0,16	23,7	0,0237	2637
0,16	0,08	14,8	0,0148	2807
0,08	0,04	13,3	0,0133	1765
0,04	0,0035	39,3	0,0393	3245

COURBE TENEUR/DIAMETRE



COURBE ERREUR FE/MASSE ECH.



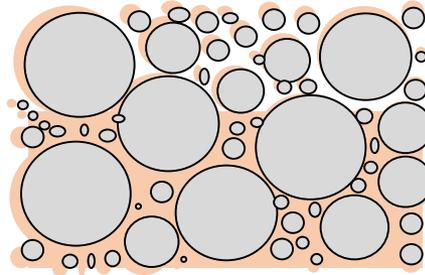
d'après Wavrer, 1998

CAFRAGE- Influence des grosses fractions sur les teneurs

remblais d'un site pollué par hydrocarbures

- Prise en compte interaction sol/polluants
- Prise en compte interaction sol/polluants
- cet échantillon de 1997, la phase grossière présente plus d'hydrocarbures que la phase fine
- les hydrocarbures des fractions pourraient être connu à 10 % d'ETE avec une masse Ms de 2,6 kg

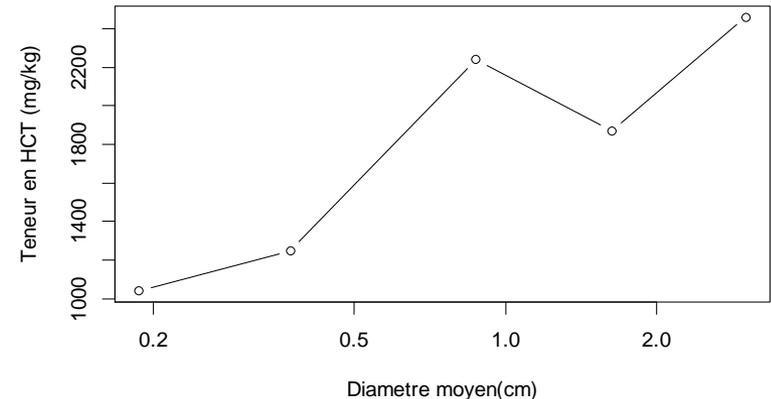
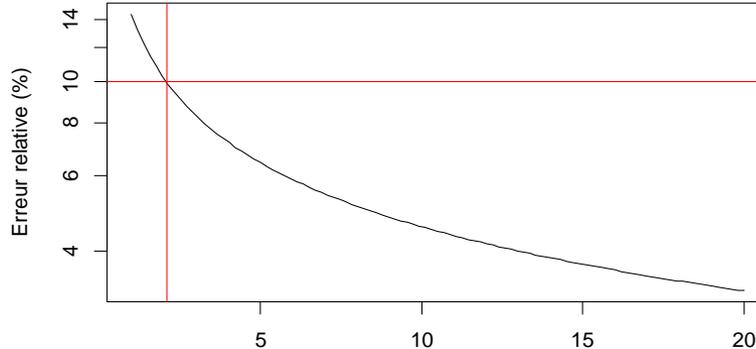
Polluant liquide (HCT, PCB)
en film avec saturation
d'une ou plusieurs classes
granulométriques
Mélange



d_{max}	d_{min}	Masse	x_i
mm	mm	g	ppm
40	20	738	0.25
20	12.5	561	0.19
12.5	5	672	0.22
5	2.5	375	0.12
2.5	1.25	312	0.10
	HCT	343	0.11

d'après Wavrer, 1998

COURBE ERREUR FE/MASSE ECH.



CAFORAGE- Influence des grosses fractions sur les teneurs

Les américains ont réalisés des études intéressantes qui confirment les travaux de Wavrer (1998)

Remblais pollués par radioéléments et métaux lourds

- Facteur de correction des échantillons de 250g pour la gestion des chantiers

Biais d'échantillonnage :

$$SBF_{ij} = [\sum(A_i \times m_i)/mf]/Ab]-1$$

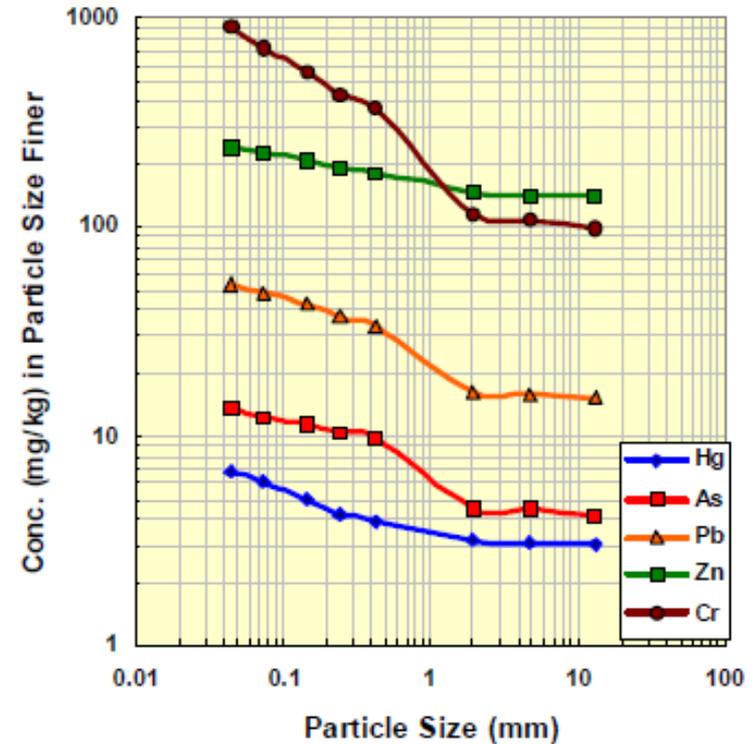
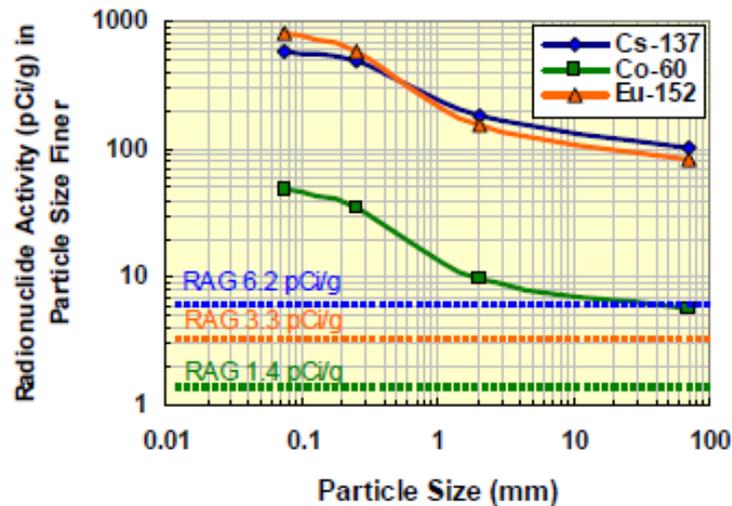
SBF = biais pour la fraction granulo *i* pour contaminant *j*

Ab = activité/concentration du sol

A_i = activité/concentration de la fraction *i* pour contaminant *j*

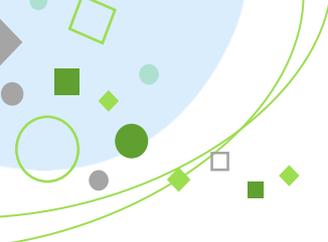
M_i = masse élémentaire des particules de fraction *i*

mf = masse de matériaux plus fine que la taille sélectionnée *i*



2001 S. V. Mattigod, W. J. Martin, August, Radionuclide Activities in Contaminated Soils:

Effects of Sampling Bias on Remediation of Coarse-Grained Soils in Hanford Formation, PNNL



CONCLUSIONS

- L'échantillonnage est une science qu'il convient de connaître et enseigner au delà du cercle fermé des géologues miniers.
- Des projets de recherches sont en cours au BRGM pour consolider son application aux justes diagnostics des sites et sols pollués.
- Des travaux similaires sont menés au CETAMA pour l'industrie nucléaire et par Antea Group sur ses chantiers