



Répartition, spéciation et biodisponibilité des métaux dans les sols d'Auvergne et de Corrèze, pour définir une stratégie d'épandage de boues de station d'épuration

PARTIE B : NOVEMBRE 2006

SPECIATION ET MOBILITE DES ETM DANS LES SOLS

Auteurs : Hubert Bril, Catherine Néel, Marilyne Soubrand,
équipe ETM, UMR 6532 du CNRS, HydrASA Limoges
Faculté des Sciences et Techniques

Les travaux effectués par HydrASA Limoges sont résumés dans les pages ci-après. Ils ont fait l'objet :

- de la thèse de Marilyne Soubrand, soutenue le 22 décembre 2004 à l'Université de Limoges : « Localisation, distribution et mobilité des ETM dans des sols développés sur roches basaltiques en climat tempéré ».

Cette thèse a fait l'objet d'un financement spécifique complémentaire de la région Limousin.

- de quatre articles scientifiques dans des revues internationales :

SOUBRAND - COLIN M., BRIL H., NÉEL C., COURTIN - NOMADE A., MARTIN F., 2005 - Weathering of basaltic rocks from the French Massif Central : origin and fate of Ni, Cr, Zn and Cu. *Canadian Mineralogist*, 43, 1103 - 1117.

SOUBRAND-COLIN M., NEEL C., BRIL H., GROSBOIS C. AND CANER L. 2007 - Geochemical behaviour of Ni, Cr, Cu, Zn and Pb in an Andosol - Cambisol climosequence on basaltic rocks in the French Massif Central. *Geoderma*, 137, 340 - 351.

NÉEL C., SOUBRAND-COLIN, M., PIQUET-PISSALOUX A., BRIL H., 2007 - Mobility and bioavailability of Cr, Cu, Ni, Pb and Zn in a basaltic grassland : comparison of selective extractions with quantitative approaches at different scales. *Applied Geochemistry*, 22, 724 - 735.

C. NEEL, H. BRIL, M. SOUBRAND - COLIN Pedological and mineralogical control of Cr, Ni, Cu, Zn and Cd distribution in soils developed on dioritic rocks. A soumettre en novembre 2007.

- de quatre présentations à des congrès

M. SOUBRAND, H. BRIL, C. NEEL, 2004. Behaviour of Ni, Cr during weathering of basalts under wet temperate climatic conditions. 14th Annual Goldschmidt conference, Copenhagen, Danemark, *Geochimica Comochimica Acta*, 68, 11, suppl. I.

C. NÉEL, M. SOUBRAND, H. BRIL, 2003. Ni, Cr, Cu & Zn speciation and biodisponibility in a grazed field from the Cantal volcanic mountains - France. 7^{eme} congrès *International ICOBTE, Uppsala-Suède* Vol IV, 84-85.

M. SOUBRAND, C. NÉEL, H. BRIL, 2003. Speciation of metal trace elements (MTE) in two Soils developed from basaltic rocks of the French Massif Central. 7^{eme} congrès *International ICOBTE, Uppsala-Suède*, Vol III, 84-85.

M. SOUBRAND, C. NEEL, H. BRIL, 2003. Spéciation et biodisponibilité de Ni, Cr, Cu et Zn dans une prairie du massif volcanique du Cantal – France. *Colloque national : Devenir et Effets des Contaminants Métalliques dans les Agrosystèmes et Ecosystèmes Terrestres*, Lille.

SOMMAIRE

PRESENTATION DES TYPES DE ROCHES RENCONTRES DANS LE MASSIF CENTRAL FRANÇAIS ET DE LEUR MODE D’AFFLEUREMENT -----	p. 3
JUSTIFICATION DU CHOIX DES SITES -----	p. 6
LES APPROCHES ET LES METHODES UTILISEES -----	p. 8
RESULTATS OBTENUS PAR SITE -----	p. 10
RESUME ET CONCLUSIONS -----	p. 14
PROCEDURE A SUIVRE POUR INSTRUIRE LES DEMANDES DE DEROGATION -----	p. 16
BIBLIOGRAPHIE (TRES) SUCCINCTE. -----	p. 17
ANNEXE 1: PROPOSITION D’ORGANIGRAMME -----	p. 18
ANNEXE 2: ORGANIGRAMME MOBILITE DANS LE SOL--	p. 19
ANNEXE 3: FICHES DE DEMANDE DE DEROGATION ----	p. 20

PRESENTATION DES TYPES DE ROCHES RENCONTRES DANS LE MASSIF CENTRAL FRANÇAIS ET DE LEUR MODE D'AFFLEUREMENT

Les quatre départements concernés par l'étude, appartiennent à l'ensemble géologique du Massif central. Les roches que l'on y rencontre se répartissent en trois grandes catégories :

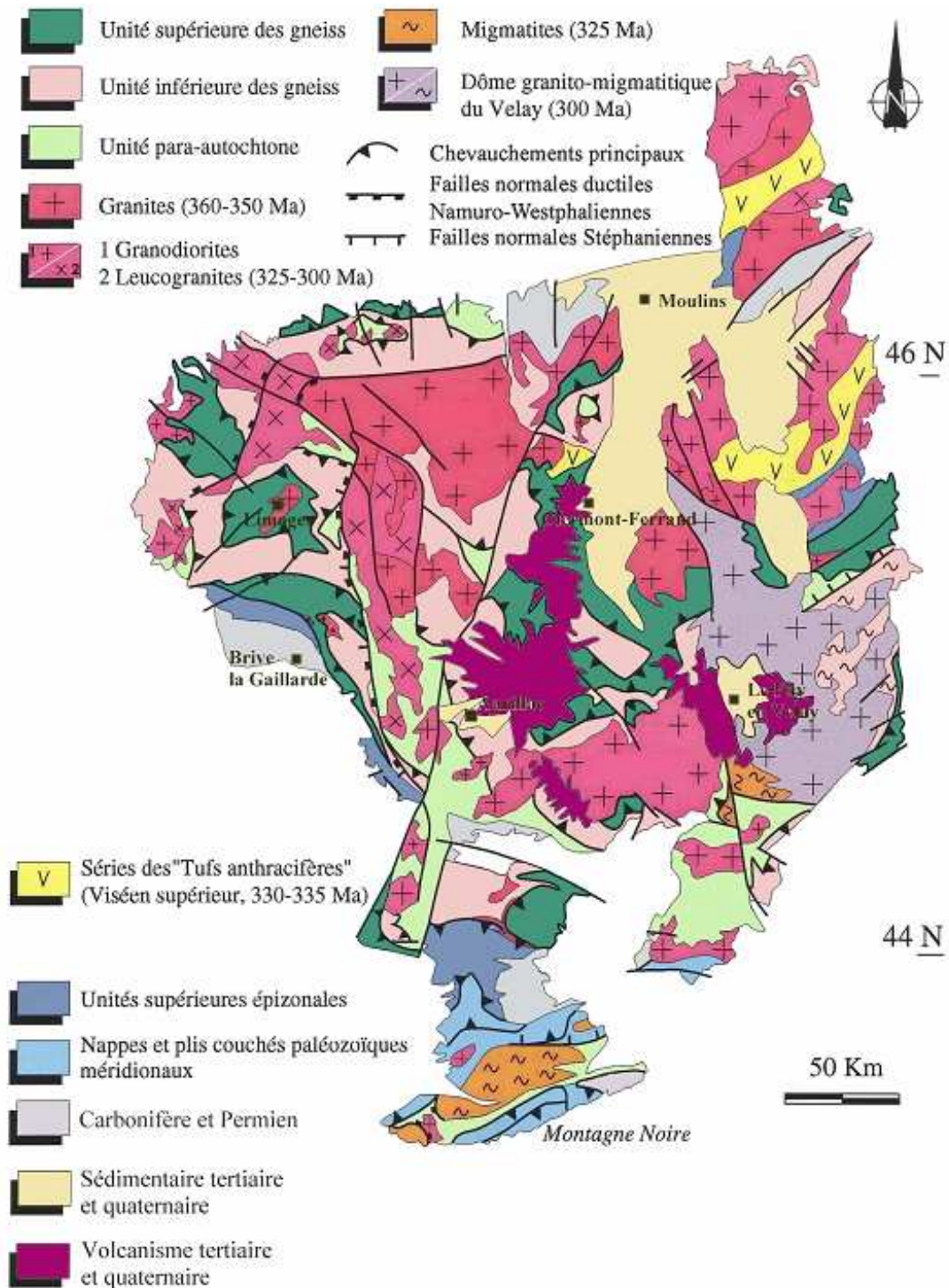


Figure 1 : Carte géologique simplifiée du Massif central français d'après Ledru et al. 1989

1. Les **roches du socle** sont en très grande majorité (> 98%) siliceuses (granites, migmatites, gneiss, unité para autochtone, unité supérieure épizonale). Classiquement on les subdivise en *roches métamorphiques* provenant de la transformation à forte pression et température d'autres roches présentes antérieurement et *roches plutoniques* provenant de la cristallisation en profondeur de magmas siliceux. De manière générale, les roches plutoniques (dans la région, les granites et les diorites) affleurent en corps circulaires ou ovoïdes de plusieurs dizaines de kilomètres carrés (batholites, voir par exemple granite de Meymac), tandis que les roches métamorphiques ont plutôt une disposition en bandes, de taille assez variable, allant de quelques dizaines de kilomètres carrés pour les gneiss à des lentilles de quelques centaines de mètres carrés pour des roches dont le chimisme est particulier comme les serpentinites (roches dites ultrabasiqes).

Dans le socle, les six éléments métalliques en traces qui nous intéressent (Pb, Zn, Cr, Cd, Cu, Ni) sont généralement présents en faibles quantités excepté dans les cas suivants

- Très forte présence (jusqu'au pour cent) de Ni, Cr et parfois Cu dans les serpentinites,
- Présence notable de ces mêmes éléments dans les amphibolites qui sont des basaltes métamorphisés (= d'anciens basaltes) et qui peuvent contenir quelques centaines de mg/kg de ces éléments.

Dans les deux cas, les contours cartographiques des anomalies géochimiques naturelles liées aux roches coïncident avec les limites des affleurements des formations considérées (sauf dispositions morphologiques spécifiques, pente...). Les teneurs sont constantes pour une même formation géologique (exemple, lentille de serpentine, d'amphibolite etc.).

- Présence de Zn, Pb (et plus épisodiquement Cu) sous forme d'anomalies géochimiques d'origine hydrothermale (jusqu'à plusieurs milliers de mg/kg) en taches de quelques kilomètres carrés superposées à des formations géologiques (du socle) différentes et le plus souvent alignées sur des structures de faille.

Les anomalies géochimiques naturelles hydrothermales ont des teneurs qui croissent rapidement de la périphérie vers le centre et elles sont positionnées de manière indépendante des contours lithologiques.

2. Les **roches sédimentaires** (Carbonifère et Permien, sédimentaire tertiaire et quaternaire) affleurent peu dans la zone concernée si l'on excepte la plaine de Limagne qui est limitée par des failles méridiennes affectant le socle, et quelques bassins sédimentaires plus petits (quelques dizaines de kilomètres carrés au plus) situés notamment dans le département du Cantal (Aurillac, Saint Flour) ou de la Corrèze (Brive). Les roches rencontrées dans ces bassins sont des argiles, des grès et des calcaires qui ne contiennent pas d'éléments en traces en quantités significatives si l'on excepte de faibles anomalies géochimiques en cuivre connues dans la région de Brive ou à proximité de la faille de Limagne qui sont plutôt de type hydrothermal avec une composante sédimentaire. Ces bassins sont d'âge carbonifère ou permien (fin du Primaire), ou oligo – miocène (mi à fin tertiaire). Il existe, dans la région d'Issoire principalement, des restes de formations continentales d'âge éocène connues sous l'appellation « sidérolithique » qui sont d'anciennes latérites.

3. Les **formations volcaniques** (série des tufs anthracifères et volcanisme tertiaire et quaternaire) reposent aussi bien sur le socle que sur les formations sédimentaires. Elles sont assez variées tant en composition (trachyte, phonolites, basaltes...) qu'en types d'affleurement (coulées, necks, dykes etc.), mais les basaltes en coulées dominant très largement (plus de la moitié des surfaces couvertes par le volcanisme). Ils sont présents en vastes étendues d'un seul tenant (jusqu'à 2000 kilomètres carrés

pour le plateau du Devès) dont les bordures présentent des contours lobés (planèzes). Les basaltes, qu'ils apparaissent en roches massives ou sous forme de scories, sont les roches volcaniques les plus riches en ETM : ils présentent toujours des teneurs en Ni et Cr significatives, constantes et supérieures aux valeurs seuils de la norme AFNOR NF U 44-041 (en moyenne 150 mg/kg pour Ni et 250 mg/kg en Cr).

Sauf cas de colluvionnement, les contours des anomalies géochimiques ne dépassent pas (ou très peu : bords de coulées) les limites des affleurements de basaltes.

4. Des **formations superficielles** d'origine fluviatile (tertiaire) ou glaciaire (quaternaire) peuvent recouvrir localement ces ensembles. Elles sont hétérogènes, peu épaisses sauf dans les vallées glaciaires, riches en argiles et comblent les irrégularités d'une paleo topographie avec des matériaux de provenance mal définie, ce qui explique la grande variété de leurs teneurs en ETM. Elles sont appelées écrans « écrans tertiaires » dans le volet A de cette étude.

L'histoire géologique longue et complexe du Massif central a eu une forte influence sur le relief de la zone qui nous intéresse. On peut résumer les principaux faits de la manière suivante :

1. A la fin de **l'ère primaire** (- 300 millions d'années –Ma-) une zone montagneuse est créée (chaîne hercynienne). Elle est ensuite disloquée (fracturation à l'origine des bassins carbonifères et autres) puis érodée, si bien que vers – 240 Ma la région a l'aspect général d'une plaine située au niveau de la mer ; elle est d'ailleurs recouverte plusieurs fois en partie ou en totalité au cours de son histoire.
2. A partir du milieu de **l'ère tertiaire** (de – 40 Ma à aujourd'hui) deux évènements majeurs amènent à la configuration que nous connaissons : la surrection des Alpes et le volcanisme.
 - A la première nous devons d'un point de vue morphologique, un soulèvement en bloc de la plaine à peine émergée qu'était alors Massif central avec trois conséquences : i) ce soulèvement a été plus important du côté des Alpes (vers le sud-est) que de l'autre côté (nord-ouest) ; les altitudes actuelles sont donc en moyenne plus élevées et les vallées des rivières plus incisées au sud-est qu'au nord-ouest ; ii) ce soulèvement ayant généré des contraintes réparties de façon non uniforme, de grandes cassures (souvent superposées aux fractures de l'époque carbonifère) se sont formées avec pour conséquence la création des fossés (rifts continentaux) ou de bassins sédimentaires plus petits ; iii) des restes de l'ancienne plaine (pénéplaine) sont portés à différentes altitudes (500 à 800 mètres dans la zone qui nous intéresse) créant ainsi des zones de plateaux dans les régions les moins affectées par les fractures tertiaires.
 - Au volcanisme nous devons des édifices de grande taille (de quelques centaines à deux mille kilomètres carrés) qui constituent les plus hauts sommets de l'actuel Massif central (Monts Dore, Cantal). Nous lui devons aussi de vastes étendues assez planes et toutes situées en altitude que l'on nomme planèzes (Devès, planèze de Saint-Flour, Aubrac...). Les planèzes (ou les plateaux dans le cas de la Chaîne des Puys) sont parsemées de buttes plus ou moins arrondies, de 100 à 300 m de hauteur et constituées de scories qui correspondent aux édifices volcaniques.

JUSTIFICATION DU CHOIX DES SITES

Compte tenu des caractéristiques des problèmes d'épandages que l'on peut résumer en disant qu'il s'agit d'un besoin ponctuel (production de boues) qui nécessite une solution locale (zone d'épandage) c'est à dire à des distances entre la zone de production et celle de l'épandage inférieure à quelques kilomètres, nous avons choisi nos zones d'étude d'après les critères suivants :

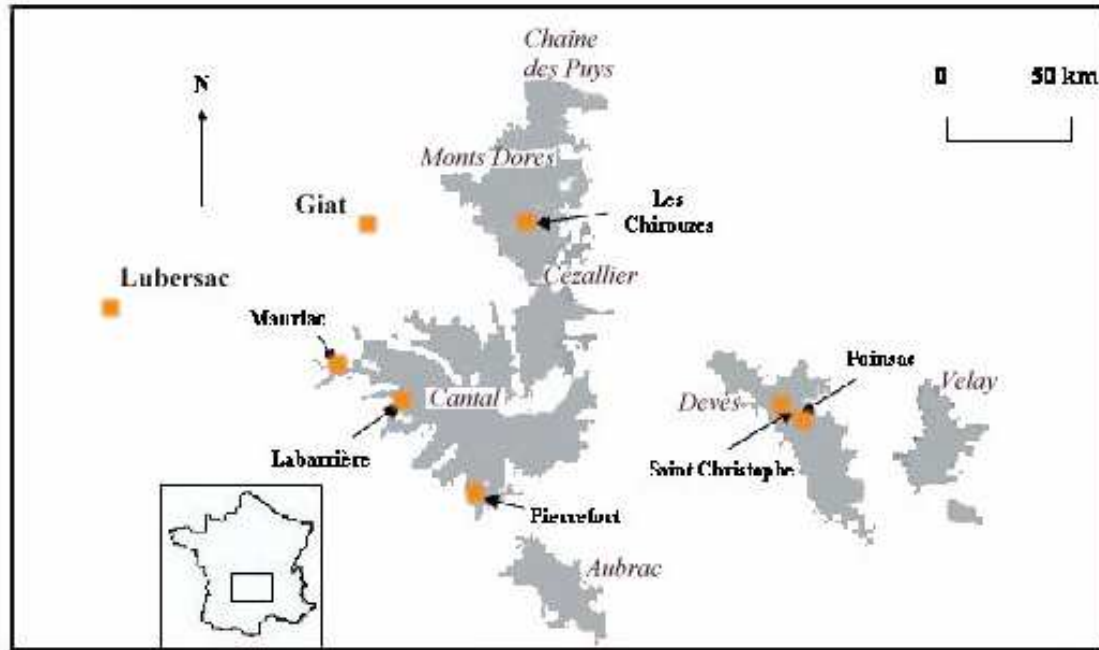


Figure 2 : Localisation des prélèvements effectués dans le cadre de cette étude
 En gris, zones volcaniques (noms des massifs en italiques) ; en blanc, zones de socle ou terrains sédimentaires

1. d'après la nature des anomalies géochimiques

De la description des roches affleurantes qui précède on peut retenir que la plupart des formations géochimiques anormales pour **Cr et Ni** sont les **formations magmatiques basiques** comprenant les basaltes, les amphibolites et les serpentines et que les anomalies géochimiques pour **Zn et Pb** sont de **type hydrothermal**. Cu est peu présent dans la zone considérée, mais il peut être lié aussi bien à de l'hydrothermalisme qu'à des roches riches en fer (basiques) d'origine magmatique.

2. d'après les surfaces d'affleurement

L'observation des modes et surfaces d'affleurement de toutes ces formations géologiques et de leurs enrichissements en éléments métalliques en traces nous amène à donner les précisions suivantes

- les *serpentines* sont des roches d'occurrence rare (une dizaine de points pour les quatre départements) et dont la surface d'affleurement individuelle est faible (de l'ordre du kilomètre carré), de plus, même élevées, leur teneurs en éléments en traces sont des curiosités ; enfin leur composition chimique particulière a induit le développement d'une flore spécifique dont de nombreuses espèces sont protégées (ZNIEFF), ce qui exclut tout épandage ;

- les *amphibolites* affleurent en lentilles elliptiques étroites, disposées en essaims, de quelques centaines de mètres de longueur (voir carte géologique Uzerche par exemple) ;
- comme on l'a vu, les *basaltes*, riches en Ni et Cr affleurent largement en masses importantes d'un seul tenant, ce qui signifie que les localités de taille petite à moyenne qui produisent des boues et qui sont implantées sur des planèzes devraient aller épandre à plusieurs kilomètres du lieu de production ; les basaltes sont donc des formations géologiques qu'il est nécessaire d'étudier puisqu'elles présentent des teneurs importantes, qu'elles affectent de vastes surfaces peu pentées à fort potentiel agricole ;
- les *diorites* qui affleurent en batholites kilométriques de forme arrondie ou ovoïde, peuvent renfermer localement (mais très rarement) des concentrations notables en Cr et Ni (et Cu) ;
- les *anomalies géochimiques d'origine hydrothermale* atteignent parfois quelques dizaines de kilomètres carrés, mais si on les délimite en prenant des teneurs de coupure équivalentes aux teneurs maximales admissibles pour Pb et Zn, leur taille diminue notablement (d'un facteur 10 au moins) ;
- les formations *sédimentaires* affleurent largement dans la plaine de Limagne et sauf contamination locale par des roches volcaniques basiques (cendres, pépérites...), elles contiennent très peu d'ETM ;
- certains *gneiss* (gneiss para dérivés) pourraient renfermer très localement (indépendamment de toute anomalie hydrothermale superposée) des teneurs en ETM de l'ordre de la centaine de mg/kg mais il s'agit de roches très hétérogènes y compris au niveau de la parcelle ou de l'affleurement...

3. d'après le relief

Les zones épandables doivent être situées sur des pentes faibles < 5 % ; les sites étudiés ont donc été choisis sur les restes de la pénélaine hercynienne pour les formations du socle et sur les planèzes pour les basaltes.

4. d'après les données climatiques

Le Massif central français est soumis à un flux général tempéré, d'origine océanique avec un climat de plus en plus continental lorsque l'on s'avance vers l'est dans les zones à relief peu marqué comme le nord du Limousin. Ce dispositif est compliqué par les reliefs qui perturbent ce flux général avec pour résultat des versants occidentaux bien arrosés (1250 mm d'eau à Aurillac, 2 m au Puy Mary) et des versants orientaux nettement plus secs (à peine 600 mm de précipitations à Brioude) puis à nouveau 1500 mm dans les Monts du Livradois. Du côté des températures, les observations sont de même type avec des températures moyennes hivernales rapportées au niveau de la mer de plus en plus froides et des températures moyennes d'été de plus en plus chaudes lorsque l'on s'éloigne de l'océan. Ces variations se superposent à un étagement altitudinal (moins 0.6 degré par cent mètres d'altitude).

5. d'après la bibliographie

Les études scientifiques récentes, effectuées avec une précision analytique supérieure à celle des années 1970-1980, ayant trait au passage des ETM de la roche vers les divers horizons de sol lors de la pédogénèse en climat tempéré sont rares ; il en existe cependant quelques unes dont les caractéristiques sont les suivantes :

- comportement du plomb avec des méthodes isotopiques (Semlali et al.2000),
- altération de coulées scoriacées dans la chaîne des Puys (Latrille, 1998),

- amphibolites et schistes du nord de la Creuse (Blanes Salvador et al., 2001),
- formations sédimentaires (Baize, 1997),
- comportement des ETM dans une anomalie sur serpentine (Caillaud, 2003),
- comportement des ETM dans une anomalie géochimique située dans les micaschistes de l'Allier à Echassières (Morin et al., 2002).

Par ailleurs HydrASA avait réalisé en 2001 une étude (J. Chatard) sur le comportement des ETM dans des sols sur diorites en Haute Vienne, c'est à dire à très faible distance (quelques kilomètres) des diorites corrèziennes et dans des conditions climatiques comparables.

Pour toutes ces raisons, nous pouvons dire que le problème des fortes teneurs en ETM d'origine naturelle dans les cinq départements de l'Allier, de la Corrèze, du Cantal, de la Haute Loire et du Puy de Dôme concerne principalement les basaltes dans le Cantal, la Haute Loire et le Puy de Dôme, les diorites en Corrèze, et les anomalies géochimiques dans les formations du socle non recouvertes. Ces anomalies sont plus nombreuses à proximité des grandes structures minéralisées exploitées au XIX^{ème} siècle pour le Pb et le Zn comme le Sillon Houiller ou le district de Pontgibaud.

Nous avons donc travaillé

- sur les **basaltes** avec un échantillonnage suffisamment important pour pouvoir intégrer les données climatiques,
- sur les **diorites** en complétant et en développant les résultats que nous possédions sur la Haute Vienne (90 % des diorites du Massif central sont situées dans des conditions climatiques comparables),
- et enfin sur une **anomalie géochimique** en comparant nos résultats avec ceux du travail de Morin et al (2002).

Nom du site	Type de roche	Département	Abréviations
La Barrière	Basalte	Cantal	LB
Pierrefort	Basalte	Cantal	PFT
Mauriac – Saint Thomas	Basalte	Cantal	STH
Saint Christophe	Basalte	Haute Loire	SCD
Poinsac	Basalte	Haute Loire	PC
Les Chirouzes	Basalte	Puy de Dôme	CHZ
Lubersac	Diorite	Corrèze	LUB
Giat	Anomalie hydrothermale	Puy de Dôme	GI

Tableau 1 : Noms et principales caractéristiques des sites étudiés

LES APPROCHES ET LES METHODES UTILISEES

A – Les approches

Ce travail étant destiné à comprendre les raisons pour lesquelles les ETM présents dans les roches passent ou ne passent pas dans les sols lors de la pédogénèse, il était nécessaire de remonter aux causes premières de ces phénomènes et de ne pas se contenter d'une approche chimique (batchs, lixiviation...) des normes qui ne donnent qu'une valeur statistique valable pour un solvant donné et dans les conditions du laboratoire. Nous avons donc utilisé, au moins pour certains sites, quatre approches différentes :

1. **une approche minéralogique** : *dans les roches*, les éléments chimiques sont portés par des solides généralement cristallisés, les minéraux. Ces minéraux, dits primaires lorsqu'ils se sont formés avec la roche, sont plus ou moins stables lorsqu'ils sont attaqués par l'altération climatique qui contribue à la formation des sols. Lorsque les minéraux primaires sont détruits, ils libèrent les éléments qui les composent. Ces éléments (essentiellement des cations) sont évacués par l'eau (mise en solution) ou re précipitent sur place en formant des nouveaux minéraux dits secondaires ou en s'adsorbant sur divers supports (inorganiques, organiques). Nous avons donc observé à diverses échelles les minéraux primaires et les minéraux secondaires et décrit les réactions d'altération qui les affectent lors des processus pédogénétiques.
2. **une approche géochimique** : la seconde méthode utilisée est celle du bilan géochimique classique en pédologie : on compare deux objets qui dérivent l'un de l'autre (une roche et un horizon de sol, deux horizons de sols etc.) et on établit un bilan qui permet de savoir si un élément est passé en totalité du premier objet vers le second. Cette méthode simple en apparence, nécessite un certain nombre de précautions car les objets concernés n'ont pas la même densité et ne dérivent pas forcément les uns des autres.
3. **une approche chimique** : De manière à faciliter le travail des utilisateurs futurs, nous avons également travaillé avec des méthodes proches de celles qui sont utilisées dans les normes évoquées plus haut. Cependant comme un solvant utilisé pendant quelques dizaines de jours, ne représente pas automatiquement ce qui se passe en quelques centaines d'années dans la nature, nous nous sommes attachés à mieux prendre en compte et à discuter les propriétés de certains des produits utilisés.
4. **un retour sur les phases solides** : L'approche minéralogique permet d'identifier les effets de l'altération climatique sur les minéraux. De la même manière, le retour à l'observation des phases solides après attaque chimique permet de connaître l'origine des éléments mobilisés et d'identifier les phases qui ont le mieux résisté à cette altération artificielle. Cette technique permet ainsi d'être certain de l'origine des éléments observés dans les solutions issues de la lixiviation : dans telles conditions telle phase porteuse d'éléments en traces métalliques est stable, telle autre n'est pas stable. La comparaison des résultats avec ceux de l'approche minéralogique mentionnée plus haut valide ensuite le choix du solvant et les conditions expérimentales utilisées pour estimer la mobilité des ETM étudiés.

B – les méthodes

Les méthodes employées sont résumées dans les tableaux ci-après et les conditions détaillées dans les articles joints :

- a) **Echantillonnage** : tous les sites ont fait l'objet d'un dégagement à la pelle ou à la pelle mécanique (Pierrefort), d'une description in situ et d'un échantillonnage. Pour l'étude des ETM, afin d'éviter toute contamination, chaque échantillon a été prélevé à l'aide de spatules en polypropylène puis placé dans des sacs en plastique de qualité alimentaire.
- b) Les **analyses pédologiques** ont été pratiquées sur la fraction $< 2 \mu\text{m}$ selon les normes suivantes : pH eau et KCl AFNOR X 31 – 103 et AFNOR X 31 – 104 ;

capacité d'échange cationique NF X 31 – 130 et dosage des cations échangeables par ICP – AES ; densité apparente AFNOR X 31 – 130, granulométrie AFNOR X 31 – 107.

- c) **Etude minéralogique et chimique in situ** des phases solides. Des lames minces ont été faites sur des échantillons de roches et de sols non remaniés indurés si nécessaire directement dans la boîte de prélèvement au moyen d'une résine époxyde. L'observation microscopique a débuté par une étude en lumière transmise et réfléchiée, polarisée et analysée avec un microscope NIKON. L'estimation des proportions relatives des phases s'est faite au moyen de la méthode dite du comptage de points. Un microscope électronique à balayage équipé d'un spectromètre en dispersion d'énergie (MEB – EDS) a été utilisé pour connaître qualitativement la composition chimique des phases présentes. L'analyse X a permis l'établissement de cartes de répartition élémentaires pour certains objets.
- d) Les seuils de détection pour les micro analyses des éléments en traces sont de l'ordre de 50 mg/kg (à 35 KeV).
- e) les analyses chimiques totales des solides ont été confiées au CRPG – CNRS à Nancy. Les compositions chimiques globales des roches et des horizons de sols ont été déterminées après fusion alcaline au tétraborate de sodium d'un aliquote de sol ou de roche séché à l'air libre, les éléments majeurs ou traces étant dosés par ICP – AES ou ICP – MS respectivement.
- f) Les extractions sélectives ont été faites sur la fraction < 2 mm des différents horizons de sol.
- g) Le retour sur les phases solides s'est fait en comparant la forme et éventuellement la composition chimique des échantillons ayant subi des extractions sélectives et des échantillons témoins n'ayant subi aucun traitement. L'appareillage utilisé pour cette partie du travail est un MEB (électrons secondaires et électrons rétrodiffusés).

RESULTATS OBTENUS PAR SITE

Pour chacun des sites, les données collectées sont résumées. Les résultats complets se trouvent dans les différents travaux du laboratoire cités en introduction.

1. Les basaltes

Ils affleurent sur plus de 8000 km² sur l'ensemble du Massif central et constituent des zones riches du point de vue agricole.

Description pédologique

A = altitude ; R = pluviométrie ; T = température moyenne annuelle

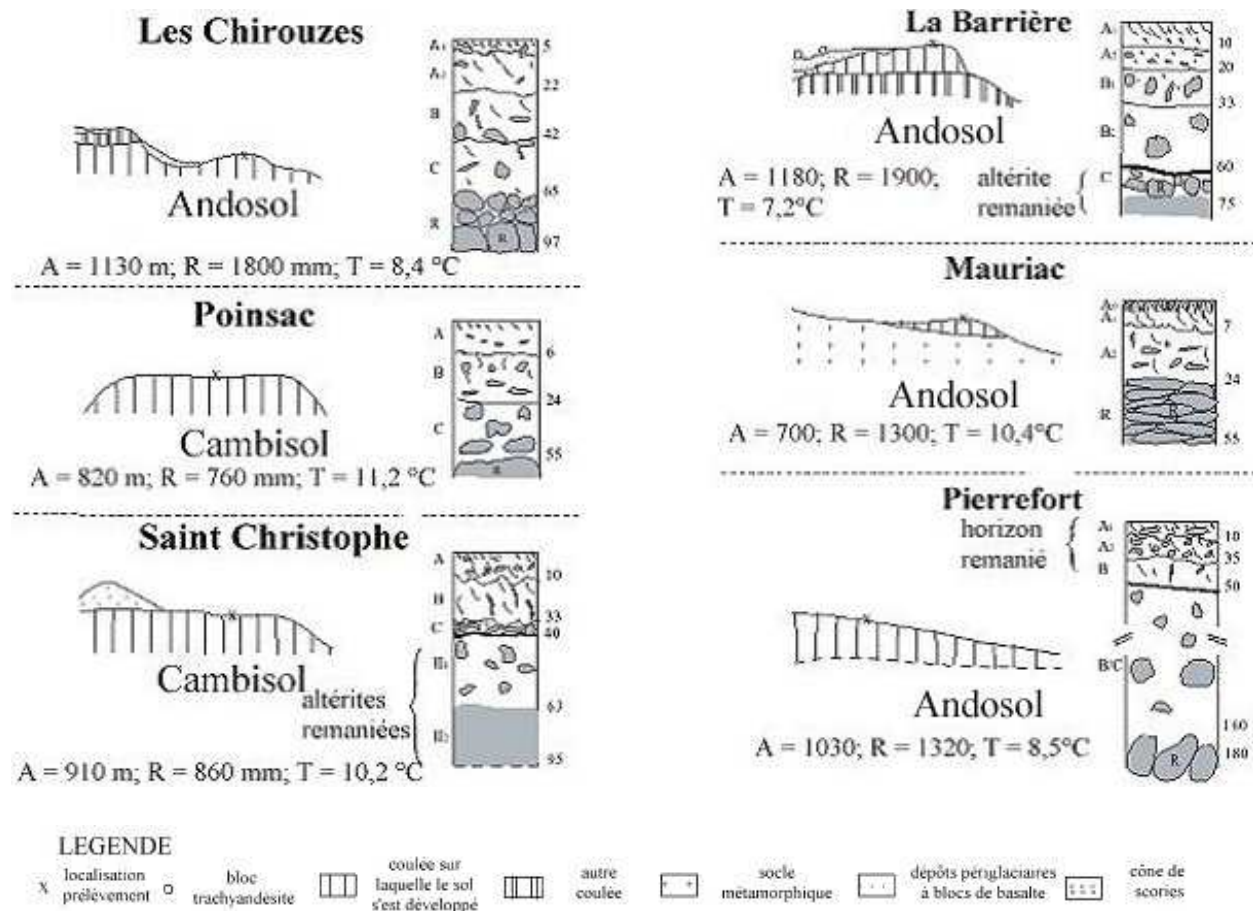


Figure 3 : Description schématique des profils de sols sur basalte

Données minéralogiques et pétrographiques

Les basaltes échantillonnés sont riches en Cr et Ni, de 248 à 455 et de 126 à 237 mg/kg respectivement. Le chrome est porté par des spinelles (chromifères et titanifères) pour 70 à 80 % et par des pyroxènes pour 10 à 20 %. Le nickel est porté par les olivines (60%) et les spinelles (40%). 80% du zinc (130 mg/kg en moyenne) est porté par les spinelles, le reste par les silicates. Aucun porteur spécifique de cuivre, présent à des concentrations plus faibles (50 mg/kg en moyenne), ou de plomb n'a été identifié parmi les minéraux primaires des roches ni dans le verre interstitiel. Au cours de l'altération, supergène les spinelles résistent et ne sont pas affectées tandis que les autres minéraux se transforment en un mélange d'argiles et d'oxydes de fer parfois associés à des composés organiques. L'altération qui a lieu lors de la pédogénèse altère les minéraux dans l'ordre suivant : feldspaths, verre et olivine qui disparaissent dès les horizons profonds, pyroxènes qui se maintiennent partiellement jusque dans l'horizon A, spinelles qui ne sont pratiquement jamais affectés. De manière synthétique, et compte tenu de la proportion dans les roches et les sols des minéraux ci-dessus, on peut penser que seulement de 20 à 30 % du contenu total en Cr et Ni sont mobiles lors de l'altération. Une marge de sécurité nous fera considérer une mobilité maximal correspondant à 25% pour Cr et 33% pour Ni.

Données pédologiques

Pour tenir compte des différentes conditions pédoclimatiques dans lesquelles se trouvent les basaltes dans le Massif central français, il était important d'évaluer l'impact des conditions climatiques sur la pédogénèse. Les résultats de cette étude précisent ceux de l'étude précédente et montrent que les ETM sont mieux immobilisés dans les andosols vrais (qui se

développent lorsque le climat est plus froid et plus humide) que dans les cambisols andiques (présents dans un contexte plus sec). Par ailleurs elle met en évidence l'attention qu'il faut porter dans les régions concernées aux colluvionnements (qui se sont produits depuis la dernière glaciation) qui peuvent modifier la distribution des ETM. Enfin, elle montre que le piégeage du zinc et du cuivre (qui sont des éléments présents naturellement en petites quantités) est fortement contrôlé par la matière organique (fraction humifère pour le zinc et complexes organo – alumineux pour le cuivre). De ce fait, 70 à 80% du Cu et Zn sont effectivement mobiles dans les sols étudiés.

Données chimiques, expérimentation et retour sur expérience

L'expérimentation chimique en batch a montré que dans les sols, les fractions les plus aisément mobilisables de Cr et Ni ne représentaient que moins de 5 % des quantités totales de ces éléments dans les sols. La comparaison de ces données avec celles de l'ENITAC montre que cette fraction mobile est suffisante pour expliquer la totalité du stock d'ETM mesuré dans les racines et les parties aériennes des plantes des prairies pâturées et fauchées sur basalte.

Les articles consultés (voir références dans les publications jointes et dans la thèse de M. Soubrand) soulignent le fait que dans des contextes climatiques plus chauds et humides les spinelles sont des minéraux altérables et donc que leur altération y permet la libération des ETM dont elles sont porteuses .

2. Les diorites

La plupart des massifs dioritiques de la région est située dans des conditions d'environnement comparables (bordure ouest du Massif central, altitude < 500 m, pluviométrie moyenne pour la région). Le site étudié dans le cadre de cette étude est celui de Lubersac. Deux autres sites localisés en Haute Vienne et étudiés dans le cadre des travaux propres du laboratoire ont été ajoutés à cette étude pour permettre de préciser les variations potentielles des faits rapportés.

Contexte et description pédologique.

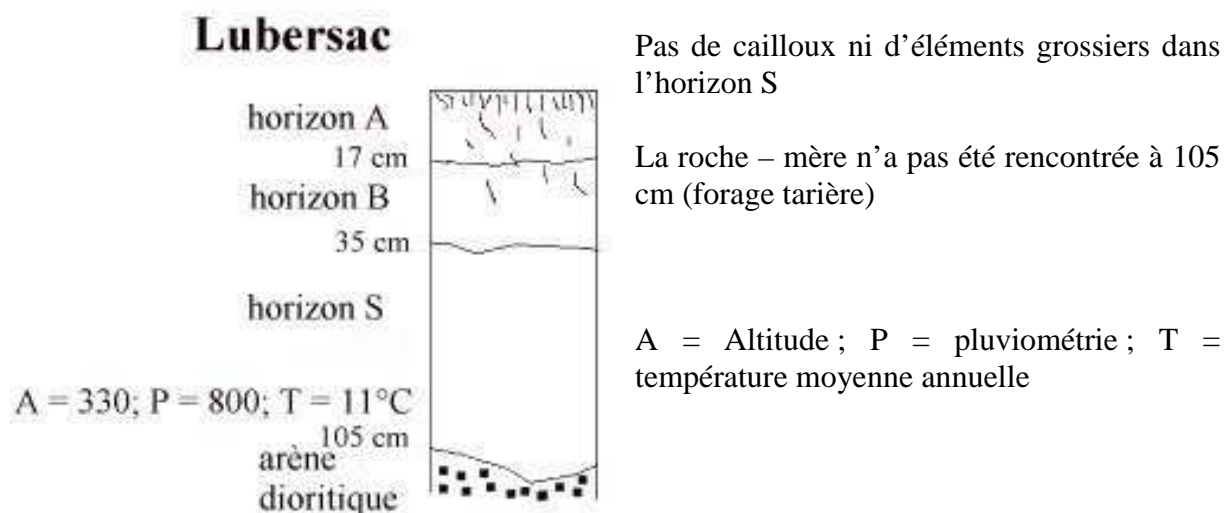


Figure 4 : Description schématique du profil de sol sur diorite de Lubersac

Données minéralogiques et pétrographiques,

Les diorites non hydrothermalisées sont pauvres en ETM : < 10 mg/kg pour Ni, < 50 mg/kg pour Cr, Pb et Cr, environ 120 mg/kg pour Zn. Nous n'avons pas relevé de cas où ces sols développés sur diorites présentaient des teneurs en ETM supérieures aux normes fixées pour

les épandages. Dans les diorites, les ETM sont portés par des rutilés et des ilménites (jusqu'à 1500 mg/kg de Cr et 250 mg/kg de Zn). Les amphiboles ont des teneurs assez régulières : 200 mg/kg de Cr, 170 mg/kg de Zn et 50 mg/kg de Cu). Dans les sols, les argiles provenant de l'altération des amphiboles concentrent Cr (jusqu'à 700 mg/kg) tandis que celles qui sont issues de l'altération des biotites et des chlorites peuvent contenir jusqu'à 400 mg/kg de Zn.

Données pédologiques

Le contrôle pédologique de la distribution des ETM est important ; il se manifeste à l'échelle des profils de sols, par le fait que les évolutions verticales des teneurs en ETM et des taux d'enrichissement en ETM par rapport à la roche parentale varient en fonction des principales propriétés pédologiques mises en évidence. Cela se traduit en termes de corrélations entre éléments majeurs et ETM. *De grandes variations des distributions des ETM en fonction de la profondeur ont été observées dans les sols, suggérant une certaine diversité minéralogique ou la création de micro milieux plus ou moins favorables au lessivage.*

En termes quantitatifs, nos résultats mettent en évidence que pour un même type de diorite, dans une même situation morphoclimatique (haut de pente, climat tempéré), les différentes pédogénèses induisent des bilans différents, notamment pour Cr. Lorsque les sols sont saturés en bases échangeables, les ETM sont conservées dans le profil de sol. Lorsque les sols sont plus acides on observe des pertes en masse de tous les ETM, sauf pour Pb en surface lié à la matière organique. Ainsi, la comparaison avec deux autres sites limousins a permis de montrer que, dans le pire des cas (= sol acide : pH_w < 4,9), 60 à 70% de Cu, Cr et Ni sont effectivement mobiles, contre 45% du Zn. On ne peut conclure pour le Pb car il se trouve être autant d'origine anthropique que lithogénique.

3. Les anomalies géochimiques Giat

Contexte et description pédologique

Giat

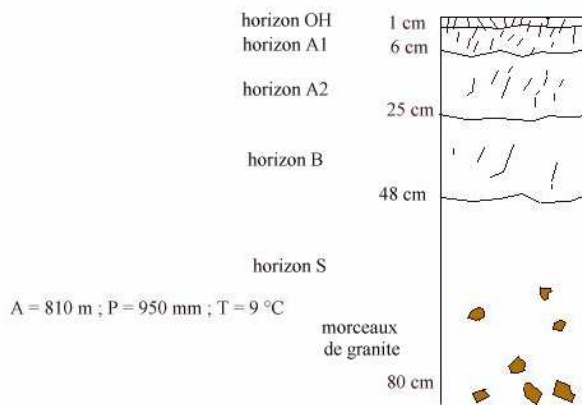


Figure 5 : Description schématique du profil de sol sur l'anomalie hydrothermale de Giat

Données minéralogiques et pétrographiques

Le granite hydrothermalisé de Giat contient des ETM en quantités très variables : > 400 mg/kg Pb, > 75 mg/kg As et > 60 mg/kg Cu. Les teneurs en As, Zn, Cu, Mg et Al ne cessent d'augmenter avec la profondeur indiquant une perte dans les horizons superficiels. A l'inverse, la teneur en Pb diminue avec la profondeur. Les porteurs secondaires d'arsenic de cuivre et de plomb sont des oxydes dont la composition varie énormément d'une analyse à l'autre.

Introduction de données bibliographiques.

Nos résultats sont en accord avec ceux qui ont été obtenus de manière indépendante et avec des méthodes différentes dans la région de cette étude en 2002. En effet, Morin et al., des universités Paris VI et VII, ont étudié un sol développé sur une importante anomalie géochimique polymétallique affectant des micaschistes dans le département de l'Allier. Ils ont mis en évidence

1. une forte concentration de l'arsenic dans les horizons profonds de ce sol (jusqu'à 5400 mg/kg, pour 900 mg/kg dans la roche – mère),
2. un départ de l'arsenic entre les horizons profonds et les horizons superficiels.

L'explication qu'ils donnent pour 1 est une oxydation complète des sulfures et pour 2. une forte instabilité des composés secondaires formés.

RESUME ET CONCLUSIONS

Dans le Massif Central français, la disponibilité des éléments considérés dépend très fortement de la roche mère et donc du type d'enrichissement naturel observé. Les conditions micro climatiques qui déterminent le type de sol et la mobilité des éléments majeurs interviennent de façon indirecte sur la disponibilité des ETM. Lorsque la pédogénèse affecte la stabilité des phases porteuses des ETM dans la roche – mère, ceux-ci sont libérés et viennent enrichir de différentes façons (spéciations différentes) les phases secondaires (argiles et oxydes) qui se forment dans les sols. La mobilité des ETM à partir des sols vers les eaux et les végétaux est alors fonction de la stabilité dans des conditions données des minéraux ou des complexes organo – minéraux secondaires qui se sont formés dans les sols. C'est à ce niveau qu'interviennent les paramètres pédo-climatiques (acidité des sols, importance du lessivage, température etc.).

Dans la pratique et en résumé, il nous a semblé possible de procéder à des généralisations en disant que,

- malgré leur richesse en Cr et Ni, les sols développés sur basaltes retiennent une part importante des ETM ; des demandes de dérogations peuvent donc être instruites.
- dans les diorites le problème ne se pose pas (ou très peu) car les niveaux d'ETM sont assez bas.
- dans les anomalies géochimiques de type hydrothermal, l'instabilité des phases primaires dans les sols et la spéciation des éléments accroît la mobilité potentielle des ETM ; il est donc difficile d'envisager des demandes de dérogation.

Conclusions détaillée sur les basaltes

Il est possible d'après nos données d'envisager l'instruction de demandes de dérogation concernant les sols développés sur basaltes. En effet, en lissant les différences observées d'un site à l'autre, on peut souligner les faits suivants :

- *Au point de vue pétrographique*, les basaltes sont composés de feldspaths (disposés en microlites), d'olivine et de pyroxènes tous deux en grands cristaux, de spinelles en petits cristaux dispersés dans la roche et d'un peu de verre. Dans les roches non altérées les phases porteuses de Cr sont majoritairement les spinelles chromifères et les spinelles titanifères (titanomagnétites). Les phases porteuses de Ni sont les spinelles et les olivines. 80% du zinc total est contenu dans les spinelles et le reste

dans les olivines et pyroxènes. Après altération, 70 à 80% de Cr et Zn et 60 % de Ni sont piégés efficacement dans la roche. On peut donc estimer que au maximum 25% de Cr et 40% de Ni sont potentiellement mobiles.

- *Au point de vue chimique*, les basaltes et les basanites sont **toujours** riches en ETM car ils contiennent jusqu'à 700 mg/kg de Cr et 450 mg/kg de Ni : en moyenne les bilans effectués ont permis de quantifier plus précisément la distribution des éléments en traces et l'évolution de leur présence le long des profils. Dans les sols le zinc et le cuivre sont fortement liés à la matière organique, tandis que le plomb est plus abondant à la surface des profils. Une mobilisation différente de Cr et Ni est observée selon le type de sol : les cambisols andiques semblent mieux retenir ces éléments que les andosols. Cependant ces différences portent sur des quantités assez faibles.
- *Les expérimentations en laboratoire* nous apprennent que les fractions les plus mobiles (fractions solubles dans l'eau ou cations échangeables) représentent moins de 5 % du total des ETM présents dans les sols. La plus grande part des ETM est donc liée avec une certaine force aux phases solides ou organo - minérales des sols : le cuivre et le nickel libérés sont liés aux argiles, aux oxydes de fer cristallisés, et aux matières organiques humifiées (Ni) tandis que le zinc est lié à la matière organique et aux phases amorphes (90 % de mobilité maximale attendue suivant conditions de pH) et Cu autant aux argiles qu'aux composés organiques (75 % de mobilité maximale attendue suivant conditions de pH). Par ailleurs les quantités réellement absorbées par les plantes ne dépassent jamais la somme des quantités de Cr et Ni soluble ou échangeable (annexe 3). On peut donc estimer que la marge des 25% pour Cr et 33% pour Ni constitue réellement un maximum de mobilité dans les conditions actuelles de pratiques agricoles et de climat. Ceci conduit à tolérer un seuil de teneur maximal de 150 ppm pour le Ni (au lieu de 50) et de 600ppm pour Cr (au lieu de 150) –cf. Fiche 6.

Conclusions sur les diorites

Les diorites sont des roches qui contiennent généralement peu d'ETM. Le contrôle de leur répartition est à la fois lithologique et pédologique. Comme pour les basaltes, les spinelles (qui dans ce cas sont seulement titanifères) sont les principaux porteurs de chrome. Le zinc et le cuivre sont contenus majoritairement dans les amphiboles. D'un point de vue pratique, les variations des teneurs en ETM observées en fonction de la profondeur d'un site à un autre, et d'aussi divers déterminismes pédologiques doivent alerter sur la difficulté d'utiliser uniquement la lithologie comme prédicteur des teneurs en ETM dans les horizons de surface des sols développés sur diorites. On peut estimer une marge de 75% de mobilité possible pour Cu, Cr et Ni sont mobiles, et 50% pour Zn.

Conclusions sur les anomalies géochimiques d'origine hydrothermale

Dans les roches, les phases solides qui séquestrent les éléments en traces concernés sont majoritairement les sulfures. Dans les sols, les conditions sont telles que les sulfures s'oxydent rapidement et les phases secondaires susceptibles de porter les ETM sont variées (argiles, oxydes et hydroxydes de fer...) et difficiles à définir (phases amorphes ou mal cristallisées). De plus, les liaisons entre les éléments concernés et ces phases porteuses présentes dans les sols sont peu résistantes. Le risque de mobilité et de biodisponibilité des ETM est donc important. C'est le caractère totalement imprévisible de la spéciation solide des ETM dans ces contextes qui nous conduit à exclure toute possibilité de dérogation.

A propos des roches sédimentaires

Les anomalies géochimiques concernant les éléments impliqués dans cette étude étant très rares et très faibles dans les roches sédimentaires de la région, nous n'avons pas étudié ce

contexte. La bibliographie récente consultée indique, pour les sols développés sur roches sédimentaires ou les paléosols tertiaires tels que ceux décrits dans le volet A, que les risques d'anomalies naturelles prévisibles sont essentiellement liées aux concrétions ou aux nodules d'oxydes de fer et de manganèse (Trolard et al., 1995, Latrille et al., 2001, Cornu et al., 2005). Lorsque ces phases restent dans la fraction grossière du sol (>2mm) et échappent aux mesures de teneurs en ETM effectuées sur la terre fine du sol (<2mm), il est important de vérifier que les conditions sont oxydantes et non hydromorphes, et favorisent l'immobilisation durable sous forme solide. Lorsque ces phases sont dans le plasma du sol (<2µm), la mobilité éventuelle des ETM peut alors être induite par le transport de fines particules avec la fraction argileuse (<2µm) du sol. C'est pourquoi, dans ce type de contexte, le pourcentage massique de fraction argileuse (<2µm) ou la teneur en fer restent les principales variables explicatives de la répartition des ETM à l'échelle régionale (Baize et al., 1999). Dans tous les cas, l'éventuel transport des ETM reste local et s'effectue soit vers le bas du profil, si le processus pédologique dominant l'histoire du sol correspond au lessivage des particules fines (<2µm), soit en surface, vers le bas du versant si la parcelle est affectée par le ruissellement.

En conclusion, en contexte sédimentaire, comme en contexte métamorphique (Salvador-Blanes, 2001 & 2002), la prévision du risque de mobilité doit tenir compte à la fois de la granulométrie du sol et de la situation locale de la parcelle (pente, hydromorphie, colluvionnement, ravines, présence de haies pouvant retenir localement les particules fines riches en ETM). Cependant, en règle générale, les ETM seront plus mobiles pour les sols acides (pHw < 5,5) - cf. Fiche n°6.

PROCEDURE A SUIVRE POUR INSTRUIRE LES DEMANDES DE DEROGATION

Cette étude avait pour but d'examiner les cas dans lesquels les ETM naturellement présents dans les roches et les sols seraient suffisamment stables et non bio disponibles pour justifier l'instruction de demandes de dérogations. Les fiches ci-dessous qui les récapitulent examinent les cas dans lesquels celles-ci pourraient être instruites et les données qui sont nécessaires à son examen par les autorités compétentes.

Cette procédure de demande de dérogation doit être effectuée en deux étapes successives :

1. vérification du faible risque de mobilité des ETM dans le sol
2. vérification de la faible bio-disponibilité des ETM du sol vers la plante.

Le passage à l'étape n°2 ne se justifie que si, et seulement si, les risques de mobilité des ETM dans les sols sont faibles et prévisibles et que les conditions testées dans l'étape n°1 ne sont pas défavorables à l'épandage (cf. Cas n° 1 de l'organigramme mobilité dans le sol).

- Suivre l'organigramme « Mobilité dans le sol » en passant de fiche en fiche.
- A partir de la fiche n°4 : faire appel à un bureau d'étude, comme indiqué dans les fiches, afin de continuer la démarche.

BIBLIOGRAPHIE SUCCINCTE.

Cette bibliographie ne prend en compte que des publications récentes (ou les dernières publications sur un sujet donné. Une bibliographie plus complète est disponible dans les publications rappelées au début de ce rapport.

Baize, D. 1997. Teneurs totales en éléments traces métalliques dans les sols (France). Références et stratégies d'interprétation. INRA Ed., Paris, 410 pp.

Baize D., Deslais W. et Gaiffe M., 1999 - Anomalies naturelles en cadmium dans les sols de France. *Étude et Gestion des Sols*, 2, pp. 85-104.

Caillaud, J. 2003. Localisation et distribution des Elements Traces Métalliques (ETM) naturels au cours de l'altération supergène d'une serpentinite : rôle des microsystèmes et des minéraux argileux associés. Thèse de doctorat, Université de Poitiers.

Cornu S., Descharette V., Salvador-Blanes S., Clozel B., Hardy M., Branchut S., Leforestier L., 2005 Trace element accumulation in Mn-Fe oxides nodules of a planosolic horizon. *Geoderma*. 125 : 11-24

Downes, H. 1983. The petrogenesis of coexisting saturated and undersaturated continental alkaline magma serie : Cantal, France, PhD thesis. Univ Leeds, United Kingdom.

Latrille, C. 1998. Localisation des éléments traces métalliques dans les sols. Application au fond géochimique naturel, PhD thesis, Univ. Nancy I, France.

Latrille C, Elsass F. et al., 2001. Physical speciation of trace metals in Fe-Mn concretions from a rendzic lithosol developed on Sinemurian limestones (France). *Geoderma*, 100 (1-2), 127-146.

Morin G., Lecocq D., Juillot F., Calas G. and Ildefonse P., 2002 - EXAFS evidence of sorbed arsenic(V) and pharmacosiderite in a soil overlying the Echassieres geochemical anomaly, Allier, France. *Bulletin de la Société Géologique de France* 173, 281-291.

Salvador-Blanes S., Cornu S., Hardy M., Gay-Ovejero I., Deschartrettes V., Baize D., King D., 2001. Influence des substrats et des formations de versant sur la variabilité spatiale des teneurs naturelles en chrome de sols issus de roches métamorphiques. *C. R. Acad. Sci. Paris* 332, 681-687.

Salvador-Blanes S., Cornu S. et King D. (2002). Distribution d'un élément trace (Cr) dans un sol développé sur roches métamorphiques : variabilité à l'échelle d'un versant. *C. R. Géosciences* 334, 51-58.

Semlali, R. M., van Oort, F., Loubet, M., Denaix, L. 2000. The isotopic composition of lead: a useful tool to estimate the distribution of exogeneous and natural lead in soils. *C. R. Acad. Sci, Paris, Science de la Terre et des planètes*. 595-600.

Trolard F., Bourrié G., et al. 1995. Trace metals in natural iron oxides from laterites : a study using selective kinetic extraction. *Geochim. Cosmochim. Acta*. 59(7) 1285-1297.

Annexe 1: Proposition d'organigramme

DEMARCHE GENERALE DE DEMANDE DE DEROGATION

ETAPE 1 (préalable) : Constitution du dossier de demande de dérogation à l'épandage de boues

Démarche 1 : vérification du faible risque de mobilité des ETM dans le sol

Suivre l'organigramme « Mobilité dans le sol » page 19

(cf. Fiches 1 à 6)

NB : Certaines fiches (n°3, 4 et 5) présentent des critères dits facultatifs qu'il convient d'utiliser pour conforter l'avis dans le cas où la vérification de tous critères obligatoires n'amène qu'à un verdict peu affirmatif.

Puis suivre la Démarche 2

dans les cas n°1 ou n°3

ou encore

dans le cas n°4 sous réserve qu'une étude particulière avec un protocole spécifique évalue le faible risque de mobilité des ETM dans le sol

Démarche 2 : vérification du faible risque de biodisponibilité des ETM

Suivre l'organigramme « Phytodisponibilité » volet C

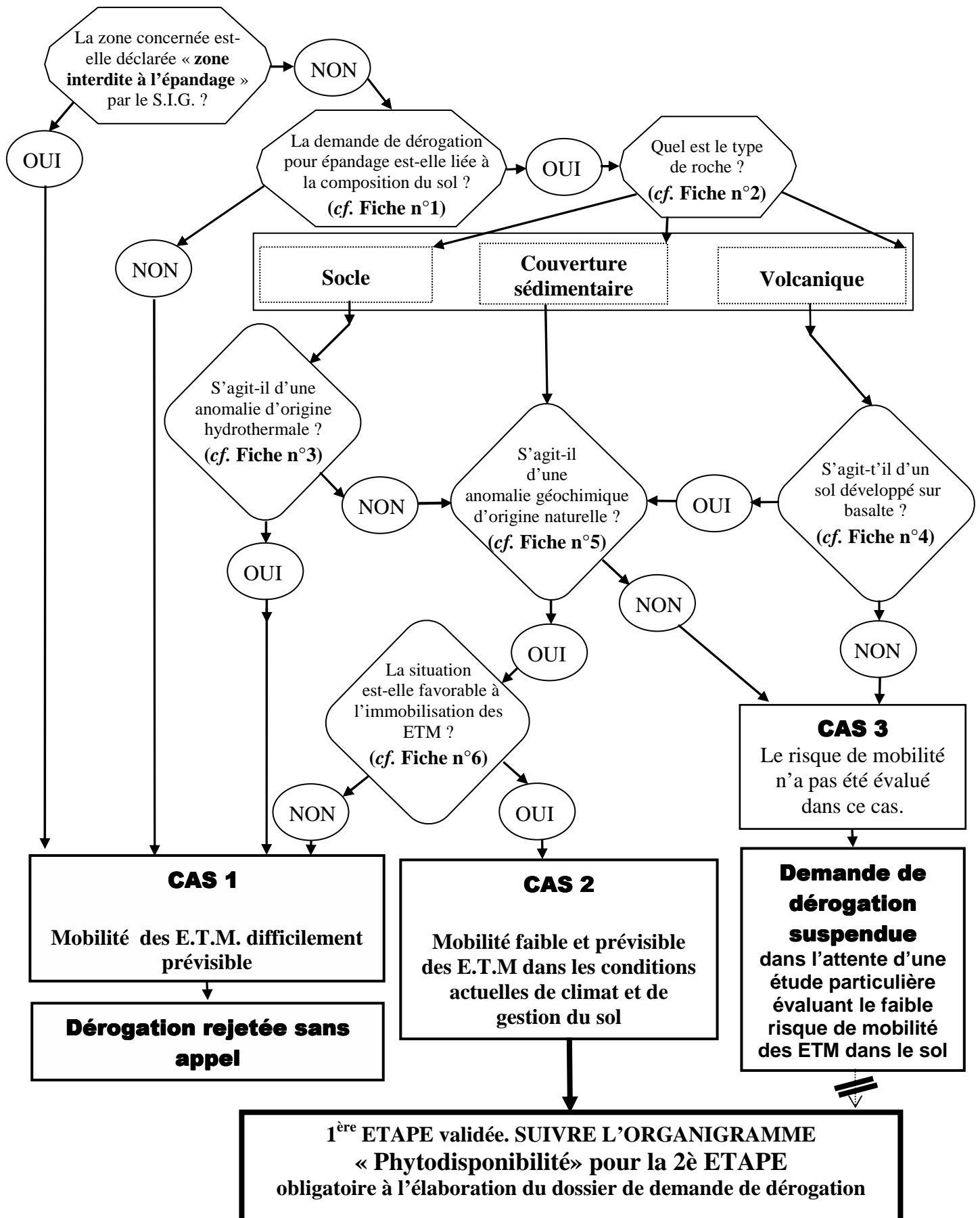
Conditions à la demande : Tests plantes cf. Fiches A, B, C, et D

(...)

ETAPE 2 (suivi après 1^{ère} dérogation) : Validation à moyen terme de la dérogation à l'épandage

(...)

Annexe 2 – ORGANIGRAMME MOBILITE DANS LE SOL



Annexe 3 : FICHES DE DEMANDE DE DEROGATION

Fiche n° 1

La demande de dérogation est-elle liée à la composition en ETM du sol ?

Préambule important :

Les éléments traces métalliques (ETM) concernés par ce projet sont six éléments inclus dans **l'arrêté du 8 janvier 1998 appliqué au décret 97-1133** et à savoir : **Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn** à l'exclusion du mercure Hg et du sélénium Se qui en font partie, mais pour lesquels nous ne disposons pas d'informations suffisamment complètes dans les sols du secteur considéré.

Procédure : Procéder par étape ; en ne passant à l'étape suivante que lorsque tous les critères de l'étape précédente sont vérifiés.

1. Toutes les conditions imposées par le **décret 97-1133** amendé par **l'arrêté du 8 janvier 1998**, autres que les teneurs en ETM de l'horizon de surface du sol, sont favorables à l'autorisation de l'épandage.
2. Examiner les commentaires du pétitionnaire et les analyses de sols annexées au dossier et vérifier que le protocole de prélèvement de l'échantillon de sol **respecte l'arrêté du 8 janvier 1998 appliqué au décret 97-1133 et la norme NF X 31 100** et que la méthode d'analyse des teneurs en ETM est l'une de celle préconisée dans le tableau 1. Si le prélèvement ou la méthode d'analyse ne sont pas conformes, **demandez une nouvelle mesure.**
3. Comparer les teneurs en Cu, Pb, Zn, Ni, Cr et Cd analysées dans l'horizon de surface du sol (0-10 cm) avec les valeurs limites en vigueur (**arrêté du 8 janvier 1998 -Annexe I, tab 2**) autorisant l'épandage de boues de STEP (*cf.* tableau 1 suivant).

► OUI, la demande de dérogation est liée à la composition du sol si l'une des teneurs mesurées pour l'un des six éléments concernés est supérieure à la teneur fixée pour cet élément par la réglementation. (tableau 1).

Tableau 1 : Valeurs seuils de l'**arrêté du 8 janvier 1998 (Annexe I, tab 2)** exprimées en **mg/kg d'échantillon de terre sec** (fraction de terre fine < 2mm).

ETM	Cd	Cr	Cu	Ni	Pb	Zn
Seuil de la norme NF U 44-041	2	150	100	50	100	300
Méthode de prélèvement	L'échantillon de terre doit correspondre à la fraction de terre fine (< 2mm) tamisée à sec d'un échantillon composite de sol prélevé au moyen d'une tarière, dans la couche 0-10 cm, à cinq endroits différents, répartis aléatoirement dans un même cercle de 15 m de diamètre.					
Méthode d'analyse des teneurs en ETM préconisée	Même normalisées, les méthodes analytiques employées par les laboratoires agréés ne sont pas toujours adaptées au dosage des ETM dans les sols. Le dosage des ETM doit être impérativement effectué en solution soit par AAS-four , ou mieux par ICP-MS , après mise en solution de la fraction fine (<2mm) du sol séché à l'air soit par attaque acide à chaud à l'HF + HClO₄ (norme AFNOR X 31-147), ou mieux, par fusion alcaline en présence de LiBO ₂ , suivie d'une digestion à l'acide nitrique.					

Fiche n° 2

Quel est le type de roche ?

Rappel important (cf. volet A) :

Toute limite lithologique tracée sur une carte géologique (sur la couche **géologie** du SIG réalisée sur la base de la carte géologique au millionième comme sur une carte géologique au 1/50 000^e) est le fruit d'une extrapolation entre deux affleurements discontinus et donc sa précision est de ± 50 à 100m. De plus, la cartographie géologique, même au 1/50 000, ne permet pas de représenter les couches les plus minces de cendres basaltiques riches en Ni-Cr ou de formations superficielles (alluvions, paléosols ...). En cas de doute à l'échelle de la carte, la lithologie de la parcelle ne peut donc être déterminée que sur le terrain et ne peut être réalisée que par un professionnel qualifié en géologie, qui saura utiliser les indices de terrain, se contenter des indices topographiques ou au contraire prendre l'initiative de creuser afin de s'assurer de la nature de la roche en place (*2h de terrain + temps de trajet*).

Protocole proposé :

1. Consulter les documents cartographiques disponibles, à savoir : à la fois la couche **géologie du SIG** et la **carte géologique au 1/50 000** du secteur concerné. Localiser précisément la parcelle par rapport à ces documents et déterminer si le contexte général est plutôt du « **socle** », du « **sédimentaire** » ou du « **volcanique** ».
2. Relever les observations éventuelles du pétitionnaire concernant la nature des roches observées au niveau de la parcelle : roches visibles dans la parcelle ou à sa proximité immédiate (talus ou ruisseau ou chemin d'accès bordant le champ).

►► Il y a nécessité d'une confirmation par une étude de terrain si :

- L'analyse des documents cartographiques montre que la parcelle est recoupée par une limite lithologique « **socle/volcanique** » ou « **sédimentaire/socle** » ou « **sédimentaire/volcanique** »

ou

- L'analyse des documents cartographiques montre que la parcelle se situe à moins de 200 m d'une limite lithologique « **socle/volcanique** » ou « **sédimentaire/socle** » ou « **sédimentaire/volcanique** »

ou

- L'analyse des documents cartographiques montre que la parcelle se situe entièrement dans une même lithologie mais les observations de roches en place révèlent clairement un mélange de type de lithologie « **socle + volcanique** » ou « **sédimentaire + socle** » ou « **sédimentaire + volcanique** ».

►► Il n'est pas nécessaire de demander confirmation par une étude de terrain si l'analyse des documents cartographiques montre que la parcelle se situe entièrement dans une même lithologie (socle ou volcanique ou sédimentaire) et qu'aucune observation de roche en place n'est disponible, ou que les commentaires du pétitionnaire concernant la nature des roches en place ne sont pas clairs.

Fiche n°3

S'agit-il d'une anomalie géochimique d'origine hydrothermale ?**Rappel important (cf. volet B) :**

Les anomalies géochimiques d'origine hydrothermale se présentent le plus souvent en taches de quelques kilomètres carrés superposées à plusieurs formations géologiques (du Socle exclusivement) et le plus souvent alignées sur des structures de faille. Positionnées de manière indépendante des contours lithologiques, ces zones à anomalie d'origine hydrothermale montrent des teneurs en ETM variables et fortement croissantes de la périphérie au centre de la zone anormale.

► OUI, l'anomalie géochimique est très probablement d'origine hydrothermale si :

1. Le contexte lithologique de la parcelle (cf. Fiche n° 2) est exclusivement du « socle » = **roches métamorphique et/ou plutonique**
et que
2. Les analyses de sols annexées au dossier et pour lesquelles le protocole d'analyse a été vérifié (cf. Fiche n° 1) montrent que l'anomalie ne porte pas sur un seul élément chimique, mais bien sur **une combinaison d'éléments majeurs et/ou trace** (ex. Cu-Zn ou Pb-Zn ou As-Pb ou Pb-Sb ou Cu-Sn etc.). Demander les analyses des éléments non obligatoires par la réglementation (cf. Fiche n° 1 pour le choix du protocole)

Autres critères facultatifs :

► L'anomalie géochimique d'origine hydrothermale est confirmée si :

3.a. La **carte géologique** du secteur indique, au niveau de la parcelle, **la proximité (±100 m) d'une faille** d'extension pluri-kilométrique, recoupant, dans el même secteur, plusieurs types de roches du socle

et/ou

3.b. La **carte géologique** du secteur indique, au niveau de la parcelle, **la proximité (±100 m) d'une faille** d'extension pluri-kilométrique, le long de laquelle sont répertoriés des **gisements** exploités ou anciennement exploités **de métaux** (Pb, Zn, Cu, Au, Ag) **et/ou de charbon** (houille, lignite).

et/ou

3.c. Les **analyses d'eaux répertoriées par la DDASS**, concernant les sources d'eaux souterraines alimentées par le bassin versant contenant la parcelle sont **en permanence** particulièrement minéralisées (conductivité électrique, 25°C en permanence > 500 µS/cm) et/ou riches en Fe/As/SO₄ et/ou chaudes (T° peu variable et en permanence > 15°C).

Fiche n°4

S'agit-il d'un sol développé sur basalte ?

Remarque : Ce test requiert le travail d'un professionnel qualifié en géologie ou mieux, en pédologie (**1 jour de terrain+ déplacement + 1 jour de rédaction du rapport**).

Cf. proposition de cahier des charges page 27.

► **OUI, le sol est très probablement un sol sur basalte si, l'expert, après carottage du sol en place à la parcelle, est affirmatif sur :**

- **La nature basaltique de la roche en place, en profondeur ;**
et
- **L'homogénéité de la couleur du sol** (pas de taches, couleur brun-rouge à brun foncé, voire noir), en son caractère **généralement sombre sur toute sa profondeur** (jusqu'à la roche-mère);
et
- **Les transitions progressives** entre horizons de sol (pas de changement net de texture, structure, ni de couleur) ; et
- **Le caractère limoneux** de la texture sur toute la profondeur du profil. La composante sableuse, si elle existe, doit être tout à fait minoritaire.

Autres critères facultatifs :

- Le sol est léger et friable. Il ne forme pas de gros agrégats structurés et s'il existe quelques mottes centimétriques, celles-ci restent très friables voire pulvérulentes ;
et/ou
- Il y a des petits graviers de scories basaltiques ou bien des blocs de basaltes au fond du profil de sol
et/ou
- La transition sol/roche est rapide (quelques centimètres). Elle s'effectue soit par un horizon de transition caillouteux (taux de terre fine < 85 %), peu épais, dans lequel se trouve des blocs pluri-centimétriques de basalte altéré; soit directement, sans transition sur la couche de scories ou de dalles basaltiques.

Fiche n° 5

S'agit-il d'une anomalie géochimique d'origine naturelle ?

Remarque : Ce test requiert :

1. tout d'abord l'intervention, sur le terrain, d'un professionnel qualifié en géologie ou mieux, en pédologie. (**1 jour de terrain+ déplacement + 1 jour de rédaction du rapport**),

NB : A ce stade de la procédure, le travail de terrain a déjà été effectué dans le cas où le contexte lithologique de la parcelle est volcanique (*cf.* Fiche n° 4).

2. ensuite l'analyse des teneurs en éléments majeurs et traces des échantillons de sols et de roche (**prévoir 4 à 7 analyses selon le nombre d'horizons, à 100 € max / analyse + 30 € max de frais pour broyage de la roche**).

Cf. proposition de cahier des charges page 27.

► OUI, il s'agit très probablement d'une anomalie naturelle si l'expert est affirmatif sur :

- La régularité de la profondeur du sol, jusqu'à la roche en place, qui doit être la même (à 10% près) dans la fosse pédologique et dans les trous de tarière ;
et
- La similarité de la succession de couleur, texture, et structure des horizons entre ce qui est observé dans la fosse pédologique et ce qui est observé dans les trous de tarière ;
et
- La régularité de l'épaisseur de la couche à forte densité racinaire qui doit être la même (à 10% près) dans la fosse pédologique et dans les trous de tarière ;
et
- La forme de la transition roche/sol qui doit être logique et semblable sur les trois faces de la fosse pédologique ;
et
- Les teneurs en éléments traces de tous les horizons de sol qui doivent être inférieures ou égales (à 10% près) à celles mesurées dans la roche parentale ;
et
- Les teneurs en éléments traces de l'horizon de surface qui doivent être inférieures à celles de l'horizon le plus profond (inférieures de plus de 10%) ;

*Autres critères facultatifs
(pour la Fiche n° 5) :*

- L'évolution des teneurs en éléments majeurs est concordante avec le type de sol, c'est-à-dire avec le processus pédologique dominant l'histoire du sol. On ne note pas d'enrichissement en aucun élément majeur dans l'horizon de surface du sol, comparativement à l'horizon le plus profond ;
et/ou
- L'historique de parcelle tel qu'éventuellement indiqué par le pétitionnaire, précise qu'aucun apport de boues n'a été effectué sur la parcelle et que la gestion de la fertilisation ou du fumier dans la parcelle est restée raisonnée ;
et/ou
- Il n'existe pas d'industrie ni de route à grande densité de circulation à proximité de la parcelle.

Fiche n°6

La situation est elle favorable à l'immobilisation des ETM ?

Remarque : Ce test requiert la consultation du professionnel étant intervenu pour effectuer les prélèvements et les observations sur le terrain (**1/2 h d'entretien + 1/2 jour de rédaction d'une note complémentaire au rapport de terrain, si besoin est**),

► **OUI, la situation est favorable à l'immobilisation à long-terme des ETM**

1) si, dans les sols sur basaltes les teneurs totales sont respectivement inférieures à 150 ppm pour Ni et 600 ppm pour Cr, 125 ppm pour Cu, les teneurs pour les autres éléments restant sous le seuil réglementaire

2) ou dans d'autres contextes lithologiques à condition que le pH du sol excède 5,5 (pH mesuré à l'eau selon norme AFNOR), 70 ppm pour Ni et 180 ppm pour Cr, 125 ppm pour Cu, et 450 pour Zn, les teneurs pour les autres éléments restant sous le seuil réglementaire

et si

outre le respect de la réglementation (pente...), l'expert conclut que :

- Aucune trace d'hydromorphie n'a été relevée sur le terrain, ni au niveau de la fosse pédologique, ni par sondage à la tarière ; Dans la parcelle, il n'y a pas non plus d'indice laissant supposer la présence de flaques d'eau régulières ou la présence d'une zone humide ;

et

- Aucune trace de ravine ou au contraire zone d'accumulation de particules n'est relevée sur le terrain à la surface de la parcelle ;

et

- Le sol n'est pas caillouteux en surface (taux de terre fine > 90 %)

et

- Les horizons de surface du sol (0-50 cm) ne présentent pas une texture argileuse (analyse indiquant une fraction < 2µm de moins de 20 % ou analyse de terrain n'indiquant pas d'horizon de texture argileuse)

et, dans le cas d'un contexte sédimentaire :

- Et en contexte sédimentaire seulement, la teneur en Fe₂O₃ reste stable sur le profil de sol et ne montre pas de diminution significative (pas plus de 10% de variation) de la surface du sol à l'horizon le plus profond du sol.

Proposition de cahier des charges
à l'attention du professionnel qualifié en pédologie ou géologie.

1. Fixer les objectifs de l'analyse de terrain.

Pour la Fiche n° 4 : Doivent être vérifiés, d'une part *1*) **la nature basaltique du matériel parental du sol**, d'autre part *2*) **que l'ensemble de la surface** de la parcelle se situe sur un **même type de formation basaltique** : coulée ou épaisseur significative (> 80 cm) de scories basaltiques.

Pour la Fiche n° 5 : Doivent être vérifiés, d'une part *1*) **la nature géologique du matériel parental du sol**, d'autre part *2*) **que l'ensemble de la surface** de la parcelle se situe sur un **même type de formation géologique** (roche plutonique, métamorphique ou sédimentaire).

Pour les Fiches n° 4 & 5 : *3*) **Doit être demandé de restituer un échantillon de roche** prélevée au fond du profil **et deux échantillons de sol pour chaque horizon pédologique identifié**, soit, pour chaque horizon : un sac de 100 à 300 g de sol brut désagrégé puis séché à l'air & 50 à 100 g d'échantillon de fraction fine < 2mm pour analyse, obtenue par tamisage à sec de l'échantillon brut.

2. Imposer, dans le cahier des charges, que les conclusions reposent sur l'analyse d'au minimum d'une fosse pédologique + 3 sondages à la tarière.

Les premier et dernier objectifs imposent en effet de creuser une fosse pédologique qui devra, de préférence, être localisée **dans une zone plate ou peu pentée de la parcelle** concernée.

Le deuxième objectif nécessite de confronter les observations faites au niveau de la fosse pédologique avec l'examen d'un minimum **de 3 carottes de sols prélevées** dans des trous **bien répartis sur la surface de la parcelle**.

3. Préciser, un minimum de résultats et de méthodes attendus dans le cahier des charge tels que :

Exemple 1 : La description du profil pédologique devra indiquer, en plus des paramètres pédologiques usuels (couleur, texture, structure...), les **conditions météorologiques** lors de l'observation, la **localisation précise** de la fosse dans la parcelle, les **profondeurs de prélèvements** des échantillons de sol et de roche et le **taux de terre fine** pour chaque échantillon de sol et la validité des observations par rapport à la parcelle (**comparaison avec les carottes**).

Exemple 2 : Dans la fosse, les échantillons de sol seront de préférence prélevés à l'aide **d'outils en plastiques** afin de ne pas perturber les analyses d'ETM.

4. Faire envoyer les échantillons de terre fine de sol (< 2mm) et de roche pour dosage des éléments majeurs (SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, MgO, MnO, TiO₂, CaO, Na₂O, K₂O) et traces (Cd, Cr, Ni, Zn, Cu, Pb, Se, Hg) - à faire selon la procédure rappelée dans le Tableau 1 (cf. Fiche n° 1).