



Analyses sur site de sols pollués en métaux lourds par spectroscopie LIBS

A. Ismaël, B. Bousquet, G. Traillaillé, L. Canioni, K. Michel-Le Pierrès, E. Béchu, S. Roy, I. le Hecho, M. Potin-Gautier, T. Boriachon, P. Wazen, A. Diard.



UNIVERSITÉ DE
BORDEAUX



Le projet SOLSTICE



PRECODD

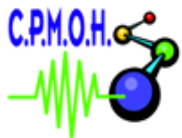
PRogramme de recherche
ECOtechnologies et Développement Durable



2005 - 2008

Objectif : Développer un instrument LIBS de terrain dédié à l'analyse des métaux lourds dans les sols

LIBS



Echantillonnage

Sciences de l'environnement



Laser et
Instrumentation



Dopage et
analyse des sols



LCABIE, IPREM

Contexte



Friche industrielle à réhabiliter :

- Sol pollué ? Hydrocarbures – **métaux lourds**
- Quelle épaisseur faut-il extraire ?
- Quel traitement doit être envisagé pour ces « déchets » ?
- Quel coût ?



Diagnostic de pollution

Diagnostic de pollution d'un site pollué par des métaux lourds aujourd'hui:

Prélèvements



Analyses de laboratoire
(ICP-MS, AA)

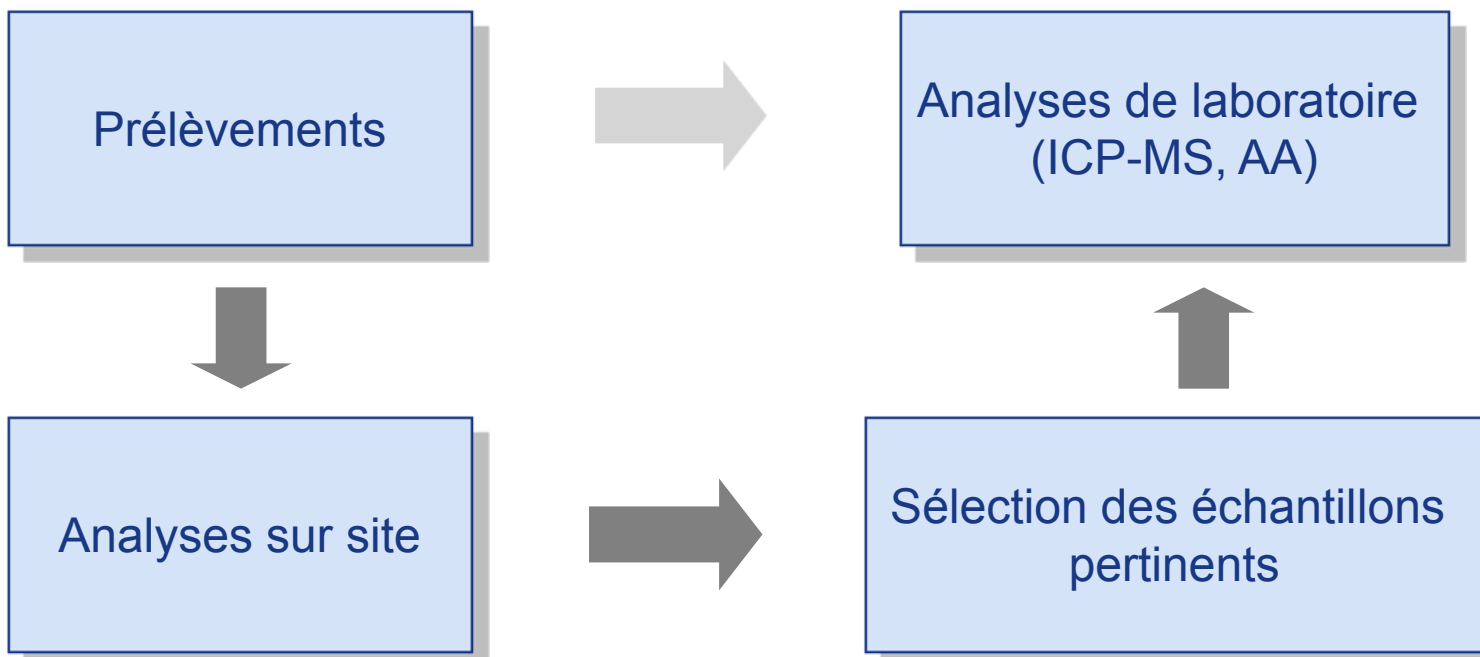
~ 90€/élément/échantillon

→ Nombre de prélèvements limité!

Risque d'erreur sur le diagnostic de pollution!!



Intérêt de la mesure sur site



Rapides et peu coûteuses
(donc plus nombreuses)

Information sur la
répartition de la pollution
sur site

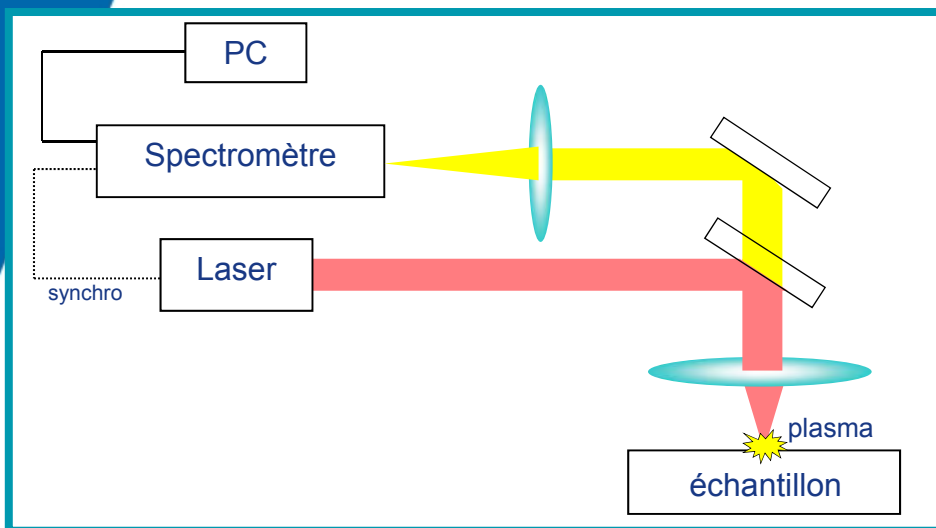


Cahier des charges de la mesure sur site

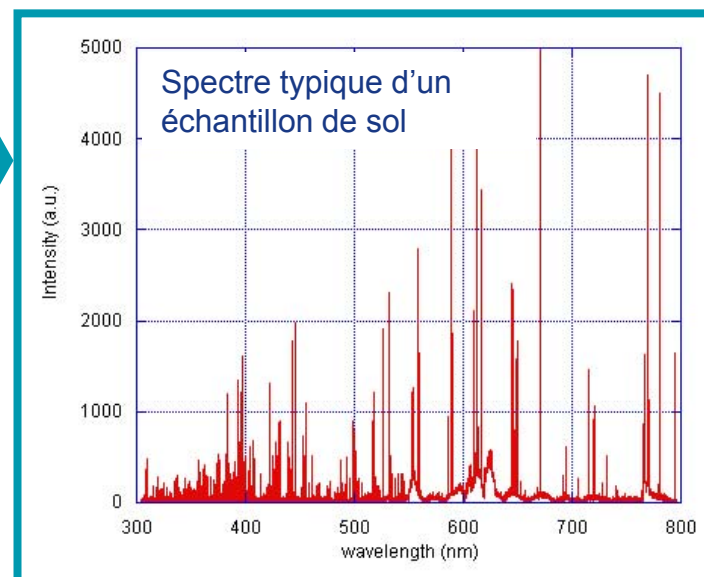
- Instrument transportable
- Peu de préparation d'échantillon
- Pas de solvants
- Mesures rapides
- Analyses peu coûteuses



Principe de la spectroscopie LIBS



LIBS : Laser Induced Breakdown Spectroscopy



L'instrument de terrain



- Laser Nd:YAG (Quantel)
1064 nm – 10 ns – 60 mJ
- Fibre optique laser
- Tête de focalisation
- Fibre optique (signal LIBS)
- Spectromètre (LTB)
- Pilotage par PC



Les mesures sur site

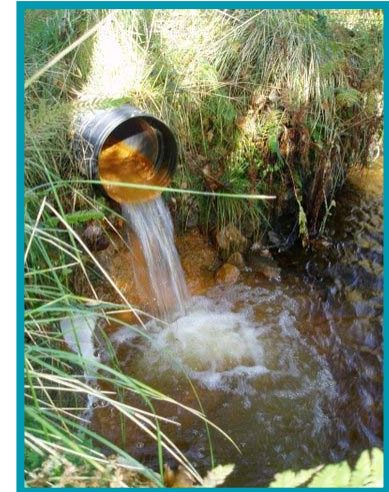
Choix du site



Bassin de
décantation

**Ancien site minier (surveillé par le
BRGM) dans le Finistère.**

Rejet de l'eau
décantée
dans un
cours d'eau



Étude du fer, du cuivre et du plomb



Les mesures sur site

Mise en œuvre sur le terrain



Laser et PC sur groupe électrogène

1 spectre LIBS :
moyenne sur 60 tirs laser

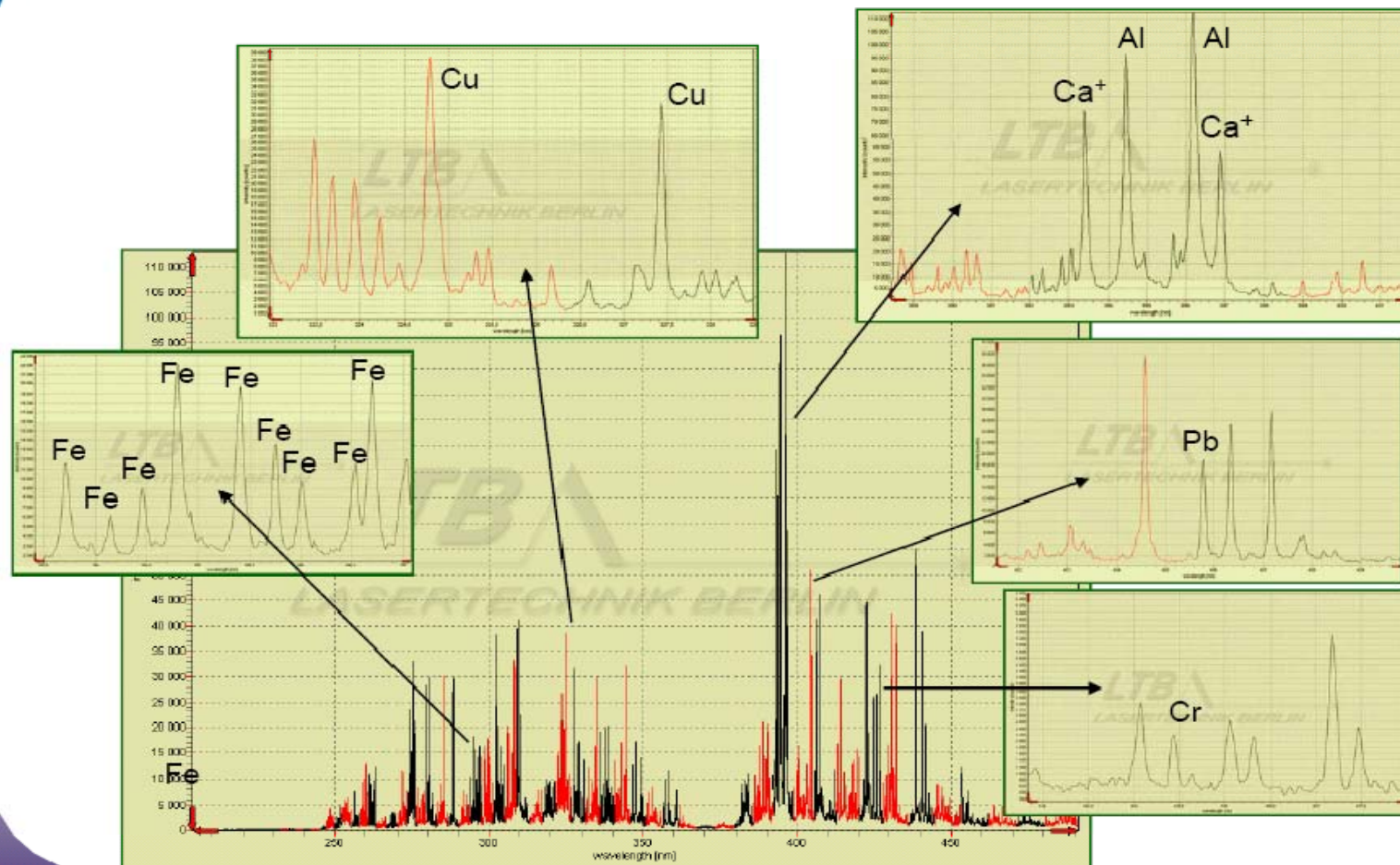
10 spectres par échantillon

Prélèvements : en surface,
en profondeur, sous l'eau
Préparation : séchage,
pastillage

Mesures GPS pour chaque
échantillon

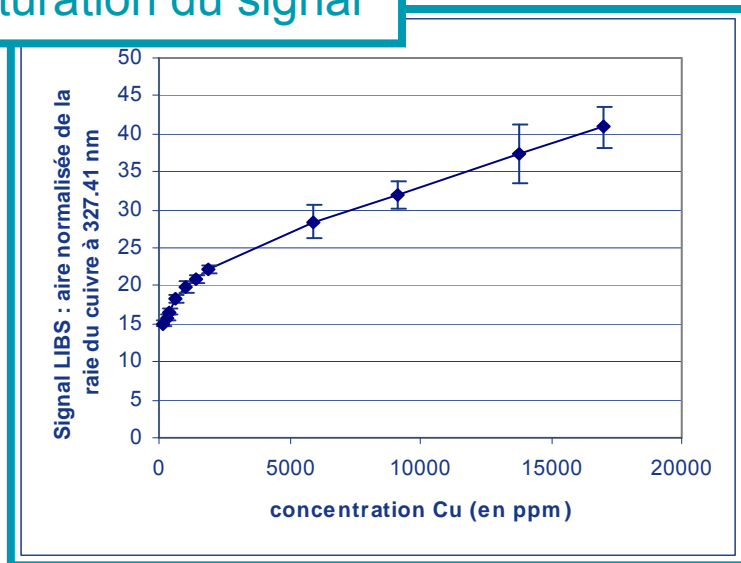


Analyse qualitative

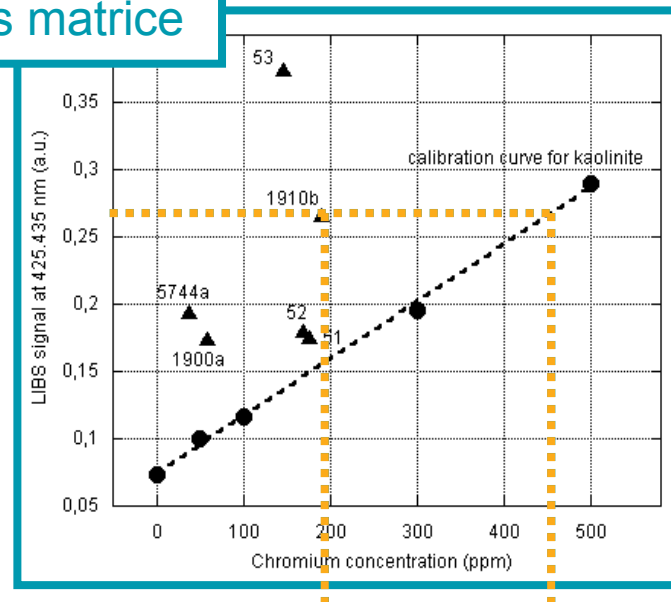


Analyse quantitative

Saturation du signal



Effets matrice



Droite d'étalonnage : aire de la raie d'émission vs concentration

Valeur de référence *Valeur prédite*

Analyse quantitative d'un sol inconnu impossible sans étalons de même matrice!

L'alternative aux mesures quantitatives

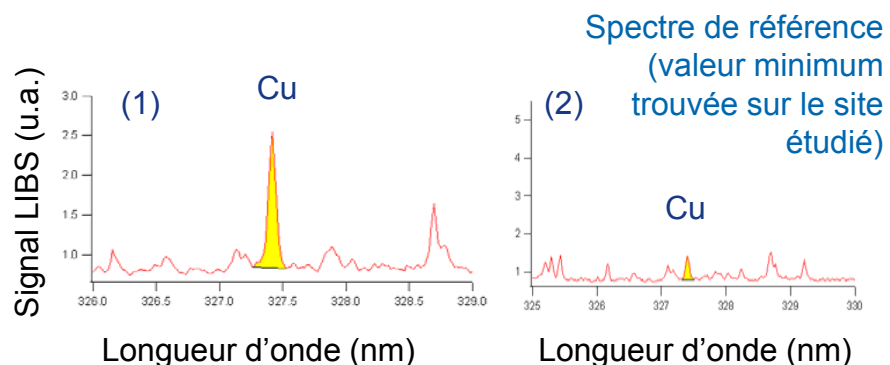
Le traitement des données

Choix des données relatives pour contourner les effets matrices :

1. On identifie la raie de l'élément étudié.

2. On calcule :

aire Cu (1)/ aire Cu(2)



3. On assigne une couleur à chaque valeur de rapport d'aire.

- Signal LIBS de référence, valeur minimum
- Signal LIBS de 1 à 1.5 fois supérieur au signal de référence
- Signal LIBS de 1.5 à 2 fois supérieur au signal de référence
- Signal LIBS de plus de 3 fois supérieur au signal de référence



Signal LIBS 2 fois plus élevé ne veut pas dire concentration 2 fois plus élevée!

Présentation des résultats sous forme de cartographie pour localiser facilement des zones polluées.

L'alternative aux mesures quantitatives

Résultats

Cartographie LIBS du plomb



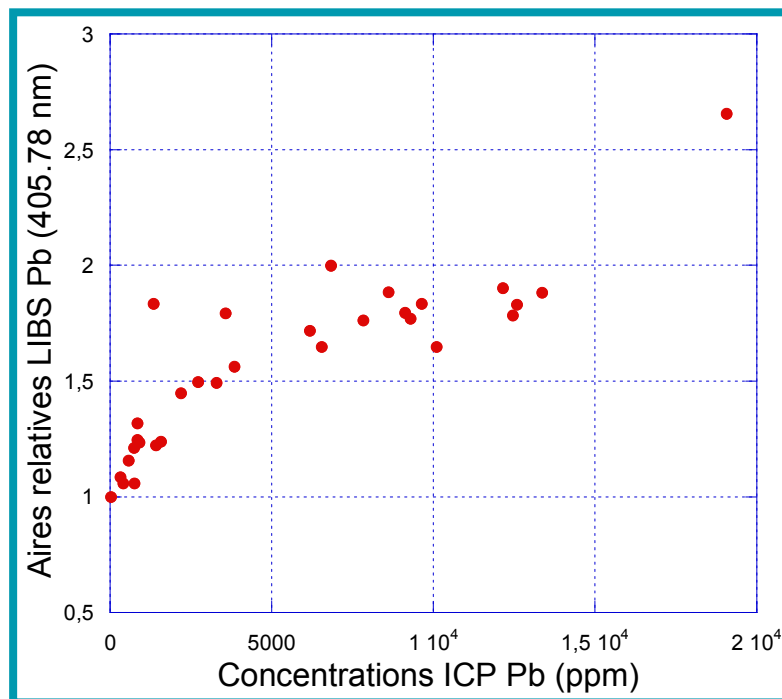
Rouge : signal LIBS le plus élevé

Bleu: signal LIBS le plus faible

Le signal LIBS est-il corrélé à la concentration?



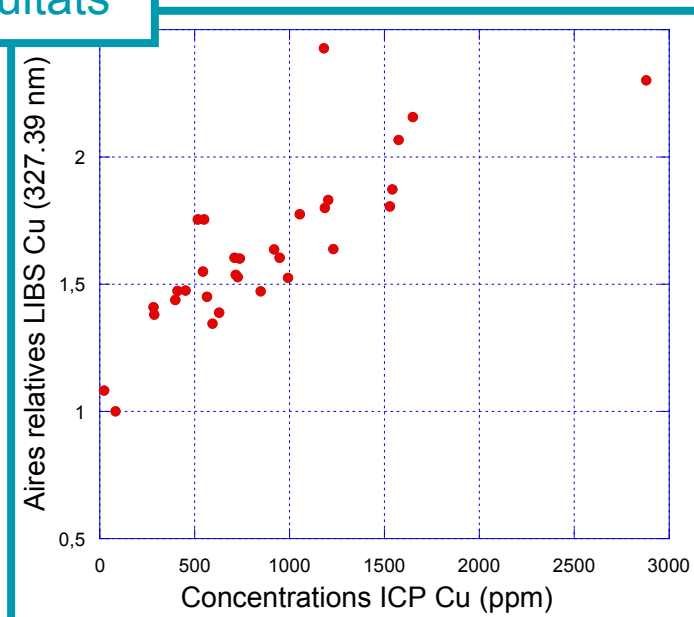
Contre analyses de laboratoire (ICP-AES)



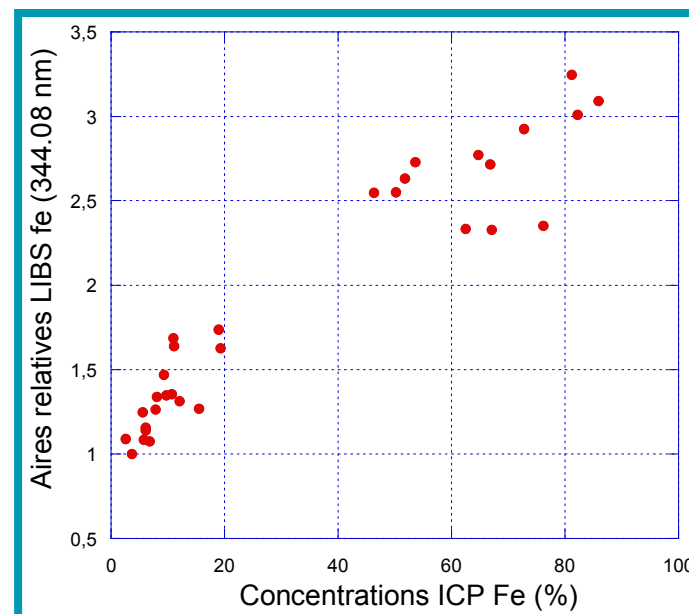
L'alternative aux mesures quantitatives

Résultats

Cuivre



Fer



Le signal LIBS des éléments est bien corrélé à leur concentration!

L'opérateur peut :

- affiner ses mesures dans les zones intéressantes
- choisir les échantillons à envoyer en laboratoire de façon intelligente.



Conclusion

- Un instrument LIBS de terrain a été développé.
- Des mesures LIBS sur site ont été menées avec succès sans préparation lourde des échantillons.
- Les données LIBS, bien que **non quantitatives**, fournissent des **informations fiables** sur la nature et la localisation de la pollution sur le terrain en temps quasi réel.

Conséquences :

- Les échantillons **pertinents** peuvent être **sélectionnés** pour être analysés en laboratoire.
- Le nombre d'analyses de laboratoire peut être réduit entraînant une prise de décision accélérée et une réduction du coût.



