



Programme d'analyses des eaux souterraines en relation avec d'anciennes décharges contenant des déchets urbains

—
Aide à l'exécution



ETAT DE FRIBOURG
STAAT FREIBURG

Service de l'environnement SEn
Amt für Umwelt AfU

—
Direction de l'aménagement, de l'environnement et des constructions **DAEC**
Raumplanungs-, Umwelt- und Baudirektion **RUBD**

1 Introduction

Dans le cadre des investigations préalables selon l'art. 7 de l'ordonnance sur l'assainissement des sites pollués ([OSites](#)) et du point de vue de la protection des eaux, le besoin de surveillance ou d'assainissement d'un site pollué est évalué à l'aide de valeurs de concentration des substances répertoriées dans l'annexe 1 OSites.

L'annexe 1 OSites n'est pas exhaustive. Pour les autres substances pouvant polluer les eaux et se trouvant sur un site, l'autorité fixe les valeurs requises au cas par cas avec l'Office fédéral de l'environnement (OFEV) conformément à l'aide à l'exécution « [Détermination des valeurs de concentration et des valeurs limites](#) » (OFEV, 2013). L'OFEV met à jour régulièrement la [liste](#) des valeurs de concentration pour les substances qui ne figurent pas dans l'annexe 1 OSites.

Les substances pouvant provenir d'anciennes décharges publiques ne sont pas clairement connues, ni l'impact à long terme de ces sites sur la qualité des eaux souterraines. C'est la raison pour laquelle le programme de dépistage de micropolluants (programme large spectre) appliqué par le Service de l'environnement (SEn) entre 2008 et 2009 aux captages en relation possible avec des sites pollués a été maintenu. Ce programme d'étude cantonale, appliqué spécifiquement aux anciennes décharges publiques en relation avec des eaux souterraines exploitables, se poursuit avec la collaboration du laboratoire Bachema AG à Schlieren. Un nouveau programme d'analyses, comprenant des paramètres standards, une sélection d'éléments inorganiques, ainsi qu'un programme d'identification par GC-MS (après extraction avec cyclohexane), a été établi.

A ce jour, le programme d'étude cantonale a permis d'identifier six substances organiques et trois éléments inorganiques dans les eaux souterraines en rapport avec d'anciennes décharges communales. Pour les substances organiques en particulier, il s'agit d'additif des plastiques. Leur présence fréquente dans les eaux souterraines est vraisemblablement liée à la dégradation des déchets plastiques enfouis massivement dans les anciennes décharges avant la mise en place des filières de valorisation.

2 Paramètres standards

Le programme comporte 9 paramètres standards :

- > Paramètres physico-chimiques : apparence, couleur, odeur, turbidité néphélométrique (FNU¹)
- > Bromure (Br⁻) LQ : 0.01 mg/l
- > Calcium (Ca²⁺) LQ : 0.1 mg/l
- > **Fluorure (F⁻)** LQ : 0.1 mg/l
- > Potassium (K⁺) LQ : 0.1 mg/l
- > Magnésium (Mg²⁺) LQ : 0.1 mg/l
- > Sodium (Na⁺) LQ : 0.1 mg/l
- > **Ammonium (NH₃/NH₄⁺)** LQ : 0.01 mg/l
- > **Nitrite (NO₂⁻)** LQ : 0.005 mg/l

Les paramètres retenus dans l'annexe 1 OSites sont en gras. Les composés azotés (ammonium et nitrite), bien que ne s'appliquant qu'aux eaux de surface, sont maintenus comme paramètres indicateurs.

¹ Unité néphélométrique formazine (ou FNU pour Formazine Néphélométric Unit)

3 Eléments inorganiques

Ce programme porte sur une sélection d'éléments inorganiques, dont la liste est reportée dans l'annexe A2. Elle comprend le dosage quantitatif de tous les éléments inorganiques de l'annexes 1 OSites. A noter toutefois que le chrome est dosé en concentration totale, contrairement à l'OSites qui se réfère au chrome (VI) en raison de sa toxicité.

Le traitement géostatistique² de 217 analyses d'eaux souterraines prélevées sur le territoire cantonal a permis de définir cinq paramètres inorganiques indicateurs de contamination. L'iode apparaît comme un élément déterminant pour identifier des atteintes aux eaux souterraines en relation avec d'anciennes décharges communales. Il ne doit néanmoins pas être utilisé seul, car ce sont des dépassements conjoints des seuils de deux ou trois éléments au minimum qui permettent d'identifier un impact sur la qualité des eaux. Le baryum, le lithium, l'arsenic et le bore jouent un rôle important.

Les données du canton de Fribourg ont permis de fixer des seuils au-delà desquels l'influence par un site pollué est très probable :

Eléments	Seuil d'influence
Iode (I)	> 0.006 mg/l
Baryum (Ba)	> 0.23 mg/l
Arsenic (As)	> 0.001 mg/l
Bore (B)	> 0.13 mg/l
Lithium (Li)	> 0.009 mg/l

4 Screening non ciblé par GC-MS

La méthode retenue est une identification par GC-MS après extraction avec cyclohexane.

Dans le cadre de cette méthode, un extrait d'échantillon est séparé au moyen d'une chromatographie en phase gazeuse et soumis à une détection au moyen d'un spectromètre de masse (MS). Un spectre de masse est enregistré pour chacune des substances et comparé par la suite avec une bibliothèque de spectres.

Dans l'idéal, il est alors possible d'identifier chacune des substances présentes. Le rapport d'analyse délivré par Bachema comprend dans tous les cas une évaluation qualitative détaillée du chromatogramme.

L'extraction au cyclohexane ne permet toutefois de concentrer que les composés apolaires. Les amines, les composés nitrés et les phénols ne sont donc pas décelables par cette méthode. Les HAP, PCB, le tris(2-chlorethyl)phosphate (TCEP) et le tributylphosphate (TBP) restent décelables.

Dans les cas avérés d'atteinte par des substances organiques, un programme de screening non ciblés par GC-MS sera appliqué, selon la méthode décrite au chapitre 6.3 de l'aide à l'exécution « [Méthodes d'analyse dans le domaine des déchets et des sites pollués](#) » (OFEV, 2017).

² Qualité chimique des eaux souterraines du canton de Fribourg - Application de la méthode de séparation des composants à une sélection de 11 éléments, rapport final du bureau eode, avril 2020

Cette méthode permet une qualification plus étendue des substances organiques semi-volatiles par un spécialiste. Les concentrations des substances décelées et identifiées sont estimées en fonction des surfaces de pics chromatographiques obtenus par plusieurs standards d'extraction.

Le SEn prend alors en charge les frais de vérification à effectuer par le laboratoire, ainsi que les études requises pour fixer des valeurs de concentration pour les polluants jugés significatifs.

5 Modalités

Pour les sites contenant une part importante de déchets urbains et menaçant la qualité des eaux souterraines, le SEn prend en charge les analyses selon le tableau de répartition annexé (Tableau 1). Cette démarche intervient en priorité au niveau des investigations préalables selon l'art. 7 OSites et s'inscrit dans le cadre de l'étude cantonale portant sur l'impact des anciennes décharges communales sur les ressources en eaux souterraines.

Le programme complet « **SEnFri_1** », incluant un dépistage des micropolluants organiques apolaires est appliqué à la première campagne de prélèvement. Le but est d'identifier d'autres substances organiques dans les eaux souterraines en relation avec des déchets urbains.

Le programme « **SEnFri_2** » est appliqué à la seconde campagne. L'analyse par GC-MS est ciblée sur le tris(2-chlorethyl)phosphate (TCEP) et le tributylphosphate (TBP), pour lesquels des valeurs de concentrations ont été établies. Ces deux substances ont été choisies dans la mesure où elles permettent de confirmer la présence d'une part significative de déchets urbains dans le cadre de l'investigation préalable OSites.

Substances	N° CAS	Valeur de concentration selon l'annexe 1 [mg/l]	Limite de quantification [mg/l]
TBP	126-73-8	0.35	0.00002
TCEP	115-96-8	0.018	0.00005

Les 2 programmes sont résumés dans le tableau ci-après :

Analyses	Paramètres	SEnFri_1	SEnFri_2
Paramètres standards de l'eau	Br, Ca, F, K, Mg, Na, NH ₄ , NO ₂ , évaluation sensorielle (apparence, couleur, odeur) et turbidité SINTRU),	oui	oui
Métaux dissous dans l'eau	Ag, Al, As, B, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, Li, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Sn, Sr, V, Zn, U	oui	oui
Terres rares, métaux précieux et autres	Rb	oui	oui
Iode dissous	I	oui	oui
GC-MS identification	Micropolluants organiques apolaires	oui	
	TBP et TCEP (seuil 20 et 100 ng/l)		oui

Pour les analyses à charge du détenteur, les laboratoires d'essais (STS) mandatés doivent être inscrits sur le site du [Service d'accréditation suisse](#) ou disposer d'une accréditation équivalente. Le champ d'accréditation du laboratoire doit couvrir les méthodes d'analyse dans le domaine des déchets et des sites pollués retenues par l'OFEV (2017).

Les bureaux spécialisés peuvent également proposer d'inclure d'autres paramètres analytiques.

6 Objectif

En plus de la recherche de substances polluantes pouvant provenir des déchets urbains, l'objectif est de s'appuyer sur une appréciation plus large de la qualité des eaux pour fixer des priorités d'action :

- > confirmer ou vérifier une relation de cause à effet entre une décharge et des substances présentes dans les eaux souterraines à l'aval (NH₄⁺, NO₂⁻, bore, baryum, etc.) ;
- > fixer des priorités dans la réalisation des investigations de détail ;
- > fixer les modalités de surveillance (programme d'analyses adapté) ;
- > renforcer le modèle hydrogéologique de travail.

7 Critères

Pour entrer dans le cadre du programme d'étude cantonale et bénéficier du financement d'une partie des analyses, un site doit répondre aux critères suivants :

- > part significative de déchets urbains ;
- > disposer d'un réseau de piézomètres incluant si possible un point de prélèvement hors influence et au minimum un point de prélèvement disposé à l'aval à proximité du site. En outre le bureau doit établir un modèle hydrogéologique de travail sur la base de ses relevés (piézométrie, direction d'écoulement, coupe schématique, etc.) ;
- > perméabilité du milieu moyenne à élevée. L'eau doit affluer au forage avec un débit supérieur à 0.1 l/min (niveau de nappe stable au cours du pompage à faible débit).

Le bureau soumet une demande préalable au SEn. Le SEn fournit le matériel de conditionnement des échantillons pour les analyses à sa charge.

8 Protocole de prélèvement

Les prélèvements sont réalisés selon la méthode fixée au chapitre 2.6.1 du guide pratique de l'OFEV « [Echantillonnage des eaux souterraines](#) ». Le bureau procède à un prélèvement par pompage en continu et à faible débit. L'échantillon est représentatif si, entre le début et la fin du pompage, la conductivité électrique, la teneur en oxygène dissous et la température de l'eau pompée varient de moins de 2 %.

Pour évaluer les risques de contamination par des substances organiques provenant du matériel de prélèvement (pompes immergées), le bureau est chargé de prélever un échantillon à blanc (pompage d'eau du réseau; volume comparable aux conditions de terrain). L'identification par GC-MS du blanc de contrôle est prise en charge par le SEn pour les campagnes de dépistage. L'ordre de prélèvement de l'amont vers l'aval est respecté. Si plusieurs prélèvements sont requis à l'aval du site, le bureau procédera du point supposé le moins chargé vers celui susceptible d'être le plus influencé par la décharge. Il est exigé de ne procéder au nettoyage du matériel de pompage qu'à l'eau du réseau après utilisation sur le terrain.

Un échantillon à blanc n'est pas requis pour les prélèvements à l'aide d'une pompe à inertie (par ex pompe Waterra se composant d'une soupape en Delrin ou acier inoxydable, vissée sur un tuyau semi-rigide en PEHD), à condition que chaque piézomètre ou site pollué dispose de son propre matériel de prélèvement. Ceci permet en effet de supprimer, les risques de contamination croisée.

Les feuilles de prélèvement sont intégrées dans le rapport d'investigation technique ainsi que la description du matériel utilisé (système de pompage et prélèvement).

Il est indispensable de décrire la qualité de l'eau au cours du pompage et ceci en utilisant les descriptions qualitatives suivantes :

1. Eau claire ou limpide (en principe avec une turbidité <5 FNU ; unités de turbidité néphélométriques)
2. Eau légèrement turbide (en principe avec une turbidité de l'ordre de 5-80 FNU)
3. Eau turbide (en principe avec une turbidité de l'ordre de 80-800 FNU)
4. Eau très turbide (turbidité > 800 FNU)



Turbidités standard de 5, 50 et 500 UTN, correspondant à 5, 80 et 800 FNU

Dans la pratique, les prélèvements d'eau souterraine dans un piézomètre par pompage en continu peuvent parfois s'avérer plus ou moins troubles (> 5 FNU ; Formazine Nephelometric Units). Les échantillons troubles (> 5 FNU ou UTN, unité de turbidité standard) renferment des particules qui ne sont pas des matières transportables. La filtration à 0,45 μm ne convient pas car d'expérience elle peut entraîner une contamination selon le type de filtre utilisé. D'autre part il est prouvé que la filtration peut provoquer l'adsorption d'une fraction non négligeable de composés inorganiques présents en solution et mobilisables.

C'est pourquoi, il est exigé de procéder à toutes les analyses sur les échantillons d'eau brute après décantation pendant une nuit. Les colloïdes qui restent en suspension dans le liquide peuvent être considérées comme mobiles (transportables) et ils seront donc inclus dans l'analyse.

Les feuilles de prélèvement avec les mesures de terrain (température de l'air et de l'eau °C, conductivité électrique μScm^{-1} , pH, Eh (E_0 , mV), oxygène dissous (mgO_2/l et % saturation) sont transmises au laboratoire avec les caisses d'expédition.

Le laboratoire procède à une analyse de contrôle de la turbidité sur l'échantillon après décantation. Il procède de plus à sa propre évaluation sensorielle (apparence, couleur, odeur) de l'échantillon brut.

9 Réception des résultats

Le bureau et le SEn reçoivent :

- > un rapport d'investigation sur les composés inorganiques en format pdf ;
- > un fichier EXCEL brut avec les résultats sur les composés inorganiques ;
- > un chromatogramme par échantillon en format pdf ;
- > un rapport sous forme d'annexe « Appendice GC-MS identification » comprenant par substance identifiée le numéro du pic sur le chromatogramme « Peak Numéro », son numéro CAS, une appréciation en % de la qualité de la correspondance avec un spectre de référence « Substance Fit (%) », un commentaire et une estimation de la concentration en [µg/L].

Le programme large spectre du SEn couvre les paramètres OSites suivants :

- > tous les composés inorganiques de façon quantitative sauf CrVI et CN-
- > les composés organiques décelables de façon semi-quantitative :
 - > PCB (6 isomères 28, 52, 101, 138, 153 et 180)
 - > HAP (16 HAP selon EPA)
 - > tris(2-chlorethyl)phosphate (TCEP) et le tributylphosphate (TBP)

Renseignements

Service de l'environnement SEn
Section déchets et sites pollués
Romano Dalla Piazza

Impasse de la Colline 4, 1762 Givisiez

T +26 305 37 60, F +26 305 10 02
sen@fr.ch, www.fr.ch/sen

A1 Répartition des analyses

Paramètres	Méthodes ³	Laboratoire	Répartition des coûts
Chrome (VI)	E-4	A choix si inscrit sur site SAS ⁴	commune
Ammonium	E-1	Bachema	SEn
Cyanure libre	E-5	A choix si inscrit sur site SAS	commune
Fluorure	E-7	Bachema	SEn
Nitrite	E-10	Bachema	SEn
Composés inorganiques		Bachema	SEn
Hydrocarbures aliphatiques C5-C10, MTBE, BTEX	E-3 ou E-8 (Purge&Trap)	A choix si inscrit sur site SAS	commune
Amines	E-2	A choix si inscrit sur site SAS	commune
Hydrocarbures halogénés	E-8 (Purge&Trap)	A choix si inscrit sur site SAS	commune
Diphényles polychlorés (PCB)	E-12	A choix si inscrit sur site SAS	commune
Phénols et composés nitrés	E-11	A choix si inscrit sur site SAS	commune
Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)	E-13	A choix si inscrit sur site SAS	commune
Screening non ciblé par GC-MS		Bachema	SEn

³ [Méthodes d'analyse dans le domaine des déchets et des sites pollués, OFEV](#)

⁴ [Service d'accréditation suisse](#)

A2 Liste des éléments et métaux lourds

Paramètres	Conditions	Unité	Seuils de quantification
Aluminium (Al)	(dissous)	mg/l	<0.01
Antimoine (Sb)	(dissous)	mg/l	<0.001
Argent (Ag)	(dissous)	mg/l	<0.001
Arsenic (As)	(dissous)	mg/l	<0.001
Baryum (Ba)	(dissous)	mg/l	<0.005
Plomb (Pb)	(dissous)	mg/l	<0.0005
Bore (B)	(dissous)	mg/l	<0.01
Cadmium (Cd)	(dissous)	mg/l	<0.00005
Chrome (Cr)	(dissous)	mg/l	<0.0005
Fer (Fe)	(dissous)	mg/l	<0.005
Cobalt (Co)	(dissous)	mg/l	<0.001
Cuivre (Cu)	(dissous)	mg/l	<0.001
Lithium (Li)	(dissous)	mg/l	<0.005
Manganèse (Mn)	(dissous)	mg/l	<0.005
Nickel (Ni)	(dissous)	mg/l	<0.001
Mercure (Hg)	(dissous)	mg/l	<0.00001
Rubidium (Rb)	(dissous)	mg/l	<0.001
Sélénium (Se)	(dissous)	mg/l	<0.001
Strontium (Sr)	(dissous)	mg/l	<0.005
Uranium (U)	(dissous)	mg/l	<0.0001
Vanadium (V)	(dissous)	mg/l	<0.001
Zinc (Zn)	(dissous)	mg/l	<0.001
Etain (Sn)	(dissous)	mg/l	<0.001
Iode (I)	(dissous)	mg/l	<0.01