

Recherche de sources de perchlorates dans les ressources en eau du Nord – Pas-de-Calais

■ É. BLAIN-LEFÈVRE¹, S. JACOB¹, C. DOUCHÉ², S. GAUDRÉ³, J.-J. HÉRIN⁴, Y. VAN ES⁵

Mots-clés : perchlorates, ressources en eau, nappe de la craie, Nord – Pas-de-Calais, criblage analytique

Keywords: perchlorate, groundwater, chalk aquifer, Nord – Pas-de-Calais, groundwater sampling

1. Contexte

La découverte de la présence de traces de perchlorates dans une ressource de la métropole lilloise en 2011 a amené l'ensemble des collectivités voisines à analyser ce composé dans leurs ressources en eau. L'importance des teneurs mesurées au regard de l'avis de l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail (Anses) de juillet 2011 recommandant des seuils de consommation de 0 à 15 µg/L ont conduit les autorités sanitaires à engager, en lien avec les distributeurs d'eau, un programme d'évaluation de l'ensemble des ressources régionales [ANSES, 2011].

Ce programme a mis évidence une contamination étendue de la nappe de la craie, principal aquifère de la région, qui contribue pour 94 % à l'alimentation en eau potable de la population du Nord et du Pas-de-Calais [ARS NPdC, 2013]. Ainsi, à l'échelle de la région, sur une population de 4 millions, plus de 1 250 000 habitants sont desservis par une eau ayant une teneur en perchlorates supérieure à 4 µg/L. Le 25 octobre 2012, par application du principe de précaution, les préfets du Nord et du Pas-de-Calais ont pris des arrêtés de restriction d'usage de l'eau pour les nourrissons et les femmes enceintes dès lors

que les teneurs en perchlorates sont respectivement supérieures à 4 et 15 µg/L.

Au-delà des premières actions mises en œuvre et visant à évaluer les teneurs en perchlorates des ressources, à informer et à identifier les solutions rapidement envisageables, les questions suivantes se sont posées :

- Quelle est l'origine des perchlorates dans la nappe ?
- Est-ce le résultat d'apports diffus et/ou localisés ?
- Quels sont les modes de transfert dans la nappe ?
- Est-ce une présence durable ?
- Quelles sont les solutions envisageables à court et moyen termes ?

Pour y répondre, dès le mois de novembre 2012, un groupe de travail composé de représentants des collectivités des communautés d'agglomération du Douaisis, d'Hénin-Carvin, de Lens-Liévin, de la communauté urbaine d'Arras et de Veolia s'est constitué. Les travaux menés, sous l'égide de ce groupe de travail, ont permis de développer des partenariats et des échanges avec des universités et des centres de recherche (Institut LaSalle à Beauvais, plateforme Condatte à Rennes, INRA à Nancy, Veolia Environnement Recherche et Innovation...), de mobiliser d'importants moyens d'investigations analytiques (Centre analyses environnementales, Eurofins, société Watchfrog...), de faire appel à des sociétés spécialisées (GRS Valtech, Pyrotechnis...) et enfin de collecter les avis et documents des services de déminages du Pas-de-Calais, d'associations d'anciens combattants, de la Bibliothèque nationale de France... Bien que nombre de ces travaux aient un caractère prospectif, il est apparu important au groupe de

¹ Veolia Eau – 1, rue de la Fontainerie – CS 30961 – 62033 Arras cedex.

² Communauté d'agglomération de Lens-Liévin – 21, rue Marcel-Sembat – 62300 Lens.

³ Communauté d'agglomération d'Hénin-Carvin – 242, boulevard Albert-Schweitzer – 62110 Hénin-Beaumont.

⁴ Communauté d'agglomération du Douaisis – 746, rue Jean-Perrin – 59500 Douai.

⁵ Métropole européenne de Lille – 1, rue du Ballon – CS 50749 – 59034 Lille cedex.

travail que les résultats obtenus puissent être partagés plus largement. Dans cet esprit, il est prévu d'organiser cette communication autour des cinq axes suivants :

- 1) le criblage analytique pour la recherche de l'origine de la pollution ;
- 2) mesure des effets de perturbation endocrinienne dans les eaux souterraines ;
- 3) étude du comportement des perchlorates dans les systèmes d'assainissement ;
- 4) recherche de stocks d'armement enfouis par géophysique aéroportée ;
- 5) méthode d'investigation des nouveaux contaminants. Cas des perchlorates.

Chacune de ces thématiques fait l'objet d'une publication spécifique. La présente publication traite le point 1, « criblage analytique », étape initiale des travaux permettant de quantifier l'étendue de la pollution dans la ressource en eau et la recherche d'éventuels « foyers » de contamination. Elle présente l'acquisition de l'ensemble des résultats d'analyses d'eau dans la période 2011-2013. Elle suit le cheminement déployé de l'échelle régionale à la définition de deux champs captant spécifiques et décrit les enseignements et les questions que les résultats des campagnes d'échantillonnage ont suscités.

2. Méthodes analytiques

2.1. Échantillonnage

Les perchlorates sont très solubles dans l'eau et ne se volatilisent pas une fois dissous [ATSDR, 2009]. Les échantillons pour dosage des perchlorates sont prélevés selon la même méthode que pour les analyses ioniques. On utilise un flacon en polyéthylène propre et rincé que l'on remplit jusqu'au col sans précaution particulière vis-à-vis de l'aération de l'eau et des bulles d'air dans le flacon.

Selon le type d'ouvrage échantillonné, un temps de rinçage approprié a été respecté. Les échantillons ont été réalisés aux points de captage munis de robinet lorsque les pompes fonctionnaient. Cela a permis de garantir un bon rinçage de la colonne de forage et une mobilisation de la nappe permettant une bonne représentativité de la qualité moyenne de la ressource dans l'échantillon. Pour les usines, les échantillons ont été prélevés en fonctionnement également et après avoir laissé couler quelques litres d'eau de

manière à évacuer les eaux pouvant stagner dans la tuyauterie et la robinetterie.

Pour les piézomètres, les échantillons ont été prélevés à l'aide d'une pompe de 3 pouces (MP1) descendue à mi-hauteur de la colonne d'eau et après un pompage de rinçage équivalent à trois volumes de colonne d'eau.

Une série d'échantillons a été prélevée par le biais d'une campagne de sondages à la craie. Les sondages ont été réalisés à la tarière sur toute l'épaisseur non saturée de la craie et jusqu'à 1 mètre sous le niveau statique mesuré. Pour chaque sondage, des échantillons de roche ont été prélevés tous les mètres sur les tours de la tarière [LACHEREZ-BASTIN, 2005]. Des échantillons d'eau ont été ensuite recueillis par pompage de quelques litres au fond des sondages pour faire l'objet d'analyse des perchlorates.

Les échantillons de roche obtenus lors des sondages ont fait l'objet de lixiviations à l'eau pure. Les perchlorates ont été analysés sur les lixiviats résultants.

Enfin, une dernière série d'échantillons de roche et de lixiviats a été obtenue par carottage à l'aide d'un carottier. Les prélèvements de roche ont été réalisés tous les 25 à 50 cm sur les carottes de craie puis soumis à lixiviation à l'eau pure après homogénéisation du prélèvement.

2.2. Analyse des perchlorates dans l'eau

Les échantillons ont été confiés jusqu'en novembre 2012 au laboratoire Eurofins de la région Atlantique, où les perchlorates étaient dosés à l'aide d'une méthode interne dérivée de la norme EN ISO 10304-4. Les échantillons étaient filtrés puis passés en chromatographie ionique. Cette méthode présente une limite de quantification de 0,5 µg ClO₄⁻/L.

À partir de décembre 2012, à la suite d'une période d'intercalibration, les échantillons prélevés par Veolia ont été confiés au Centre d'analyses environnementales de Saint-Maurice (CAE). Le CAE a réalisé le dosage des ions perchlorate par une méthode interne. Les échantillons ont été tout d'abord filtrés puis passés en chromatographie ionique. En sortie de colonne, une deuxième colonne d'échange d'ions permet d'éliminer le bruit de fond dans l'éluat et

d'amplifier le signal des ions perchlorate pour la mesure par conductimétrie.

Cette méthode présente une limite de quantification de $1 \mu\text{g ClO}_4^-/\text{L}$ et une limite de détection de $0,3 \mu\text{g ClO}_4^-/\text{L}$ pour une incertitude de 15 %.

2.3. Analyse des COHV et d'explosifs dans l'eau

Les analyses des composés organo-halogénés volatils (COHV) et d'explosifs réalisées lors de la campagne de recherche de composés concomitants ont été faites par séparation par chromatographie en phase gazeuse couplée à une détection par spectrométrie de masse.

3. Criblage analytique global

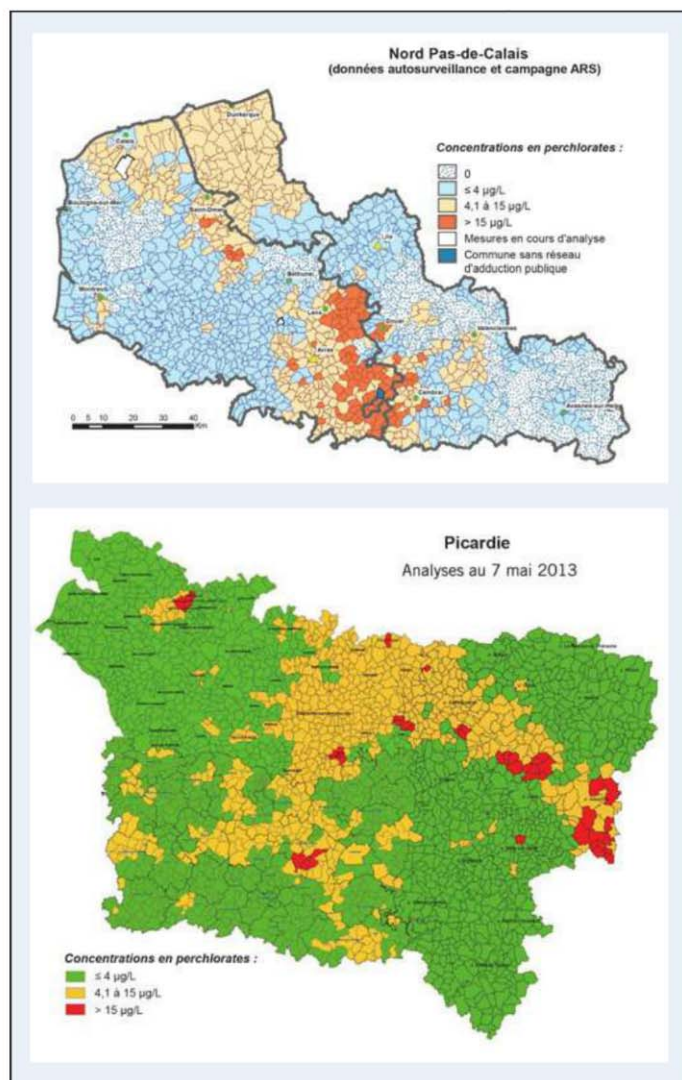
3.1. Criblage régional

Dans un premier temps, une campagne à échelle de la région Veolia Eau Nord-Ouest a été réalisée, de manière à établir l'étendue de la pollution par les perchlorates au sein des ressources. Sur environ 500 sites de captages gérés par Veolia dans les régions Nord – Pas-de-Calais, Picardie et Normandie, 90 ont été retenus suivant leur débit d'exploitation. Les résultats acquis sur les eaux brutes ont permis de constater une localisation de la problématique aux régions Nord – Pas-de-Calais et Picardie.

Les données issues de ces campagnes sur les eaux brutes ont été complétées par des analyses d'eau en réseau et communiquées aux agences régionales de santé (ARS) des régions concernées. Celles-ci se sont mobilisées pour dresser, avec l'aide des producteurs d'eau, une cartographie complète de la qualité des eaux distribuées vis-à-vis des teneurs en perchlorates (figure 1).

La figure 1 présente la répartition par commune des teneurs en perchlorates au sein des réseaux d'eau potable.

La répartition des teneurs en perchlorates au sein des nappes souterraines suit à peu de chose près les cartographies présentées. En effet, dans la plupart des cas, le traitement des eaux avant la mise en distribution n'élimine pas les perchlorates, les teneurs trouvées en ressources se maintiennent donc en réseau. Certains traitements ou certaines dilutions éliminent partiellement ces anions, on retrouve ainsi leur présence en des concentrations plus faibles dans les eaux distribuées. Dans ce type de cas, la figure 1



Sources : ARS Nord Pas-de-Calais (2012) et ARS Picardie (2013).

Figure 1. Concentrations en perchlorates au sein des réseaux d'eau potable dans le Nord - Pas-de-Calais et en Picardie

présente une classe de qualité plus favorable que celle des ressources en eau en elles-mêmes.

Parallèlement, les forages prélevant la ressource en eau se situent le plus souvent à proximité des réseaux alimentés. La classe de qualité des eaux distribuées coïncide donc assez bien avec la qualité de la nappe au droit des communes représentées.

On peut toutefois signaler des secteurs qui ne reflètent pas la qualité de la nappe locale :

- le secteur de Dunkerque et toute la zone alentour ne comportent pas d'aquifère, la ressource en eau provient du champ captant de Houille-Mouille, dans l'Audomarois ;
- le secteur de Lille Métropole dont l'eau distribuée

est en fait un mélange de la ressource en eau de surface d'Aire-sur-la-Lys et des ressources en eaux souterraines de Pecquencourt, Flers-en-Escrebieux, Emmerin, Houplin-Ancoisne et Wavri ;

– le secteur de Saint-Omer dont la vaste étendue provient en fait principalement de la ressource en eau de Blendecques.

Ces cartes mettent en évidence une zone de contamination bien marquée en Nord – Pas-de-Calais suivant un axe Lens/Pelves. Les zones à fortes teneurs restent en revanche plus éparées en région Picardie.

3.2. Zone contaminée

Une échelle plus fine sur les secteurs les plus touchés permet de constater une pollution d'une vaste étendue sur le bassin minier (figure 2). La majorité des ouvrages de cette zone capte la nappe de la craie sénoturionienne.

Cette nappe contribue à l'alimentation en eau potable de la majeure partie de la région Nord – Pas-de-Calais. L'ensemble des ouvrages échantillonnés sur la zone la plus contaminée capte cette nappe.

On constate une variabilité géographique des teneurs en perchlorates (de 0 à 67 µg/L ClO_4^-), avec un gradient de part et d'autre d'un axe nord/sud plus contaminé évoqué précédemment.

Les teneurs semblent chuter brutalement lorsque la ressource en eau passe en captivité.

4. Sources potentielles

Le perchlorate d'ammonium figure dans de nombreuses applications industrielles, en particulier dans les domaines militaires et de l'aérospatial [ATSDR, 2009]

où il a de nombreuses utilisations : oxydant pour les propulseurs de fusées, rockets, fabrication des dispositifs pyrotechniques, fusées éclairantes, poudre de certaines armes à feu, production de brouillard artificiel...

Il peut également être utilisé comme composant d'adhésifs temporaires pour des plaques métalliques ; pour ajuster la force ionique des bains électrolytiques ou encore dans les systèmes de déclenchement des « airbags ».

D'autres sources sont cependant avancées concernant la présence de perchlorates dans l'environnement :

- les engrais agricoles. La découverte d'engrais contaminés en perchlorates aux États-Unis dans les années 1990 a conduit à de nombreuses recherches et études sur l'origine de ces engrais et sur leur niveau de contamination [URBANSKY *et al.*, 2001 ; EPA, 2001 ; DUNCAN, 2005]. Il en découle que les engrais concernés sont rares (0,14 % des engrais commercialisés aux États-Unis), et leur contamination exclusivement d'origine naturelle (cas des nitrates d'origine chilienne présents à l'état naturel dans le désert d'Atacama). De plus, cette situation étant connue depuis maintenant de nombreuses années dans cette région du monde, les producteurs des engrais concernés ont raffiné leurs engrais pour diminuer les concentrations en perchlorates ;
- les solutions industrielles d'hypochlorites utilisées pour la désinfection des eaux dans lesquelles des ions perchlorate ont également été signalés comme impuretés [ASAMI *et al.*, 2009 ; GREINER *et al.*, 2008] ;
- les résidus de munitions de la Première et de la Seconde Guerre mondiale (BAULT et MATON, 2012).

En ce qui concerne la situation du Nord – Pas-de-Calais, les premières suspicions se sont portées sur des contaminations industrielles, à l'instar de celle ayant été observée précédemment sur l'une des ressources de la communauté urbaine de Bordeaux.

Des équipes du Bureau de recherches géologiques et minières (BRGM) ont étudié la situation des ressources du Nord – Pas-de-Calais. L'importante contamination des ressources dans le bassin minier les a conduits à estimer une masse de 35 t de perchlorates dans la nappe sur le périmètre Béthune, Douai, Arras, Cambrai. Bien que ce calcul ne représente

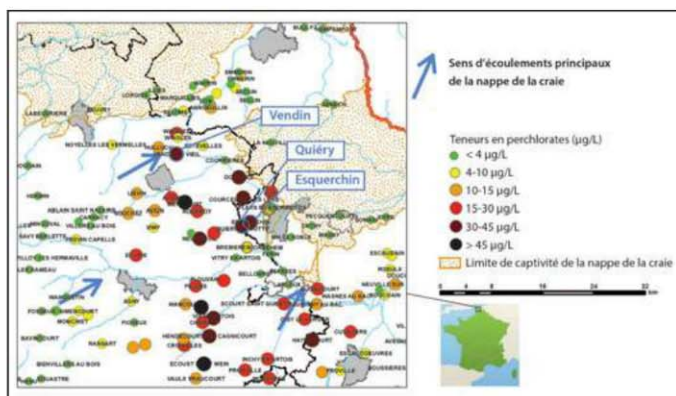


Figure 2. Carte des teneurs en perchlorates dans le secteur le plus concerné du Nord – Pas-de-Calais (source AEAP, 2012)

qu'un ordre de grandeur, associé au fait que la zone concernée ne possède aucune activité industrielle impliquant de forts tonnages en perchlorates, il permet d'écarter une contamination exclusivement industrielle [HUBE, 2013].

La thèse d'une contamination par des engrais importés de pays où ils sont produits de manière naturelle a également été étudiée. En effet, à l'instar du désert d'Atacama au Chili, d'autres pays africains ou asiatiques possèdent des zones désertiques où sont exploités des salpêtres naturels, et pourraient faire l'objet d'utilisation dans les pays européens. Cependant dans le cas étudié, la carte de distribution des teneurs en perchlorates dans la nappe rend peu crédible cette hypothèse, car des exploitations agricoles de même type se trouvent de part et d'autre des zones contaminées et non contaminées. Une contamination par des engrais devrait permettre d'observer des zones contaminées en amont de la nappe de la craie au sud-ouest, ce qui n'est pas le cas. Reste la thèse d'une pollution par des munitions enterrées datant de la Première Guerre mondiale. D'après un rapport du Sénat sur les activités de déminage en France [LARCHÉ, 2001], un quart du milliard d'obus tirés pendant la Première Guerre mondiale et un dixième des obus tirés durant la

Seconde Guerre mondiale n'ont pas explosé pendant ces conflits.

Depuis 1945, date à laquelle les opérations coordonnées de déminage ont commencé, 24 millions d'obus ou autres explosifs ont été dégagés. Ce qui laisse présager la présence dans les sols de France de 200 000 millions d'obus non éclatés.

Or la superposition des cartes de contamination des ressources dans le Nord et le Pas-de-Calais à celle des lignes de front de la guerre de 14-18 montre une correspondance frappante (figure 3).

5. Présentation des sites pilotes

Pour aller plus loin dans la recherche des origines de cette pollution, le groupe de travail a défini deux sites de configurations intéressantes : les champs captants de Vendin-le-Vieil (62) et d'Esquerchin (59). Pour chacun d'entre eux, un recensement des activités susceptibles d'émettre des perchlorates a été mené. Pour ce faire, les cartes militaires de la Bibliothèque nationale de France ont été consultées ainsi que les bases de données publiques de recensement de sites et sols pollués (Basol) et des anciens sites industriels (Basias). Enfin, les services techniques des collectivités ont complété la documentation par leur connaissance historique du territoire.

5.1. Champ captant de Vendin-le-Vieil (communauté d'agglomérations de Lens-Liévin)

La commune de Vendin-le-Vieil (figure 4) se situe à l'est d'une zone particulièrement éprouvée lors des combats de la Première Guerre : la commune de Loos-en-Gohelle au droit de laquelle s'est déroulée l'épisode de la bataille de la cote 70. Plusieurs stocks d'obus ont été retrouvés et décaissés dans ce secteur (figure 5). Des stocks restent encore enfouis.

Un ancien site industriel de production d'huiles et goudrons est en cours de réhabilitation au sud de la commune. Les travaux de ce site ont permis de mettre à jour la présence de stocks d'obus. On trouve également un aéroport et une zone commerciale importante à l'ouest. Ces activités et la liste des sites industriels du secteur n'indiquent pas de site susceptible d'émettre des rejets de perchlorates.

Le champ captant est entouré de parcelles agricoles.

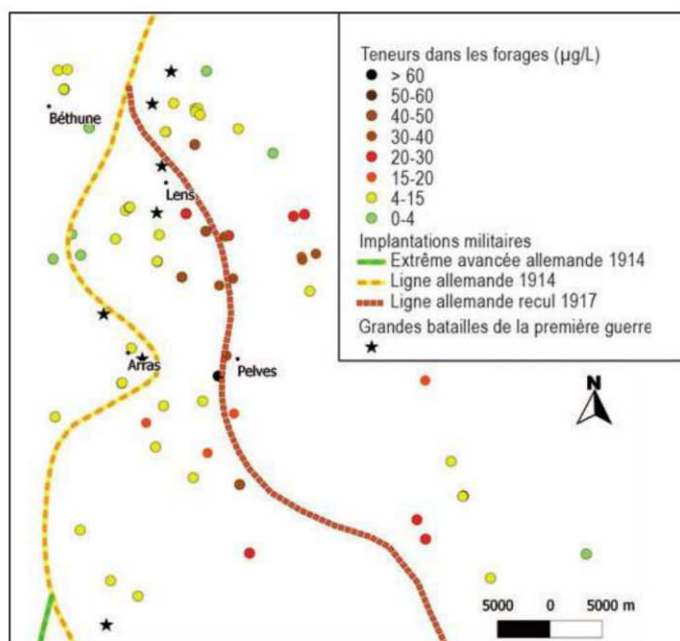


Figure 3. Tracé de la zone des combats de la Première Guerre mondiale (source IGN, 2013) superposé à la carte des teneurs en perchlorates dans la nappe de la craie



POLLUTEC
2016

LYON
EUREXPO FRANCE
29 NOV. > 2 DEC. 2016

27^e salon international des équipements, des technologies et des services de l'environnement
27th international exhibition of environmental equipment, technologies and services

www.pollutec.com

Organisé par
Organised by
 Reed Expositions

En association avec
In association with





Rapidité

Sensibilité

Fiabilité

PASSEZ PRO
DANS LE PILOTAGE
DE VOTRE CIRCUIT D'EAU

DENDRIDIAG®

Autocontrôle microbiologique des eaux, des surfaces et de l'air par ATP-métrie

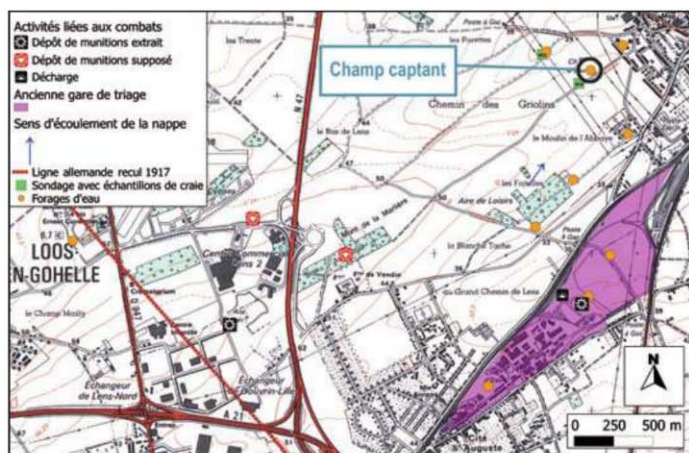


Figure 4. Configuration du site de Vendin-le-Vieil (62)

La communauté d'agglomération de Lens-Liévin comporte, au droit de la ville de Vendin-le-Vieil, un champ captant de deux forages d'eau voisins de 30 m. Ces forages captent la nappe de la craie libre et présentent des teneurs en perchlorates d'environ 40 µg/L.

5.2. Champs captant d'Esquerchin (communauté d'agglomération du Douaisis) et de Quiéry-la-Motte (communauté d'agglomération Hénin-Carvin)

Les champs captant d'Esquerchin et de Quiéry-la-Motte se situent au creux de la vallée de l'Escrebieux.

La nappe de la craie présente des productivités très fortes au sein de cette vallée, on y recense trois champs captants essentiels pour la région Nord – Pas-de-Calais puisqu'ils produisent environ 17 millions de mètres cubes d'eau par an.

Les champs captants de Quiéry-la-Motte et d'Esquerchin se situent légèrement en retrait des zones de front. On y trouve des sites logistiques importants lors du premier conflit mondial comme un champ d'aviation (site n° 3 sur le détail de la figure 5), des baraquements alliés (site n° 1) et des rails de transport (site n° 2). Ce secteur a également été investi lors de la Seconde Guerre mondiale au cours de laquelle une base allemande a été construite ainsi que plusieurs bunkers permettant sa défense et la surveillance des avions alliés.

À l'est de l'ancienne base d'aviation se trouvait un champ de tir (site n° 3) converti en zone de pétardage de munitions après les combats, au droit de la zone d'activités industrielle actuelle. Un stock de 20 t d'obus a été décaissé récemment dans cette zone lors de travaux d'extension de bâtiments logistiques.

À l'aval de cet ancien stock d'obus, le réseau de suivi de nappe d'une décharge recensée dans la base Basol a contribué à la cartographie des teneurs en perchlorates du secteur.

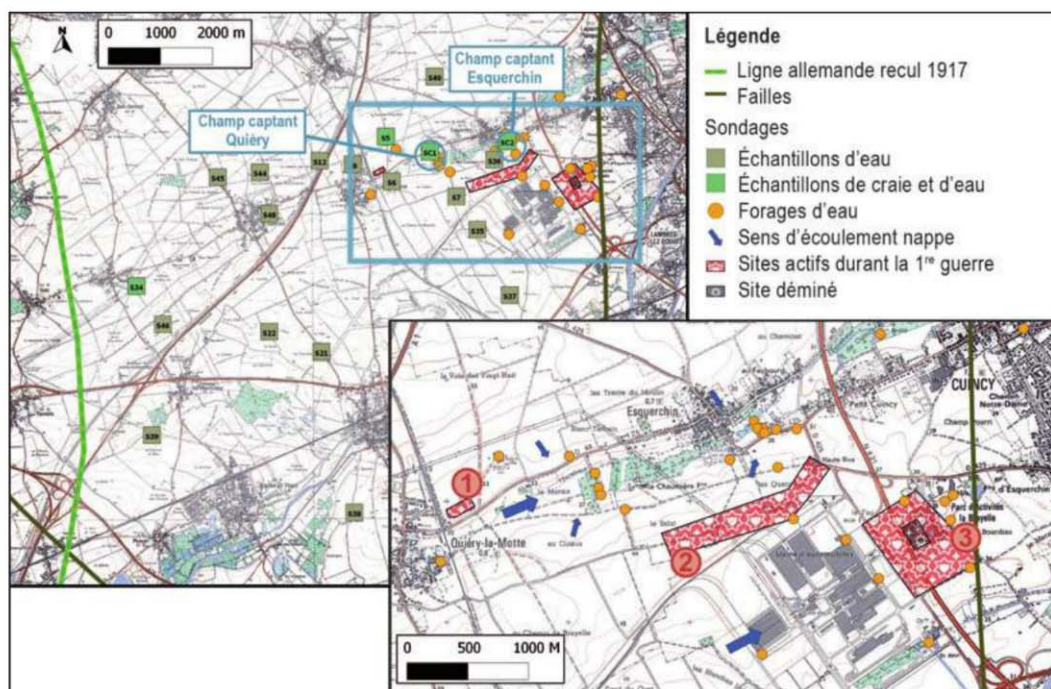


Figure 5. Configuration du site d'Esquerchin (59)

Le champ captant d'Esquerchin comporte deux forages voisins d'une dizaine de mètres et présentant des teneurs en perchlorates distinctes : de 30 et 40 $\mu\text{g/L ClO}_4^-$. Plus en amont dans la vallée, le champ captant de Quiéry-la-Motte comporte une ligne de quatre forages perpendiculaire à l'axe de la vallée et présentant des teneurs homogènes en perchlorates de 24 à 29 $\mu\text{g/L}$.

6. Résultats du criblage et discussion

6.1. Recherche des perchlorates dans l'environnement des captants

Les campagnes d'échantillonnage se sont déployées entre 2012 et 2013 pour les deux champs captants.

Les cartes présentées dans les paragraphes qui suivent reprennent l'ensemble des résultats disponibles. La répartition des teneurs représentée par l'échelle de couleur est calculée par interpolation linéaire entre les points disposant d'une mesure. Cette visualisation de la répartition ne tient pas compte des paramètres d'écoulement de la nappe.

Ce mode de représentation constitue une vision relative et uniquement indicative de la réelle répartition des perchlorates sur les secteurs étudiés puisque les échantillons n'ont pas pu être déployés suivant une maille de criblage régulière mais simplement en fonction des ouvrages disponibles.

Parallèlement, les campagnes ont eu lieu sur une période de 2 ans et la variabilité des teneurs en perchlorates reste mal connue à ce jour. Toutefois, on peut noter que pendant cette période les teneurs des ouvrages faisant l'objet d'un suivi régulier sont restées relativement stables. Les résultats présentés et l'interpolation des cartes se basent donc sur la moyenne des teneurs lorsque plusieurs mesures étaient disponibles.

6.1.1. Site de Vendin

Sur le secteur de Vendin, 11 ouvrages ont été échantillonnés et 13 prélèvements réalisés. Les teneurs minimums mesurées sont inférieures à 1 $\mu\text{g/L}$ sur deux points de l'ancien site industriel, au sud-est de la figure 6. L'absence de perchlorate peut être due à l'absence de pollution en amont de ces points, mais

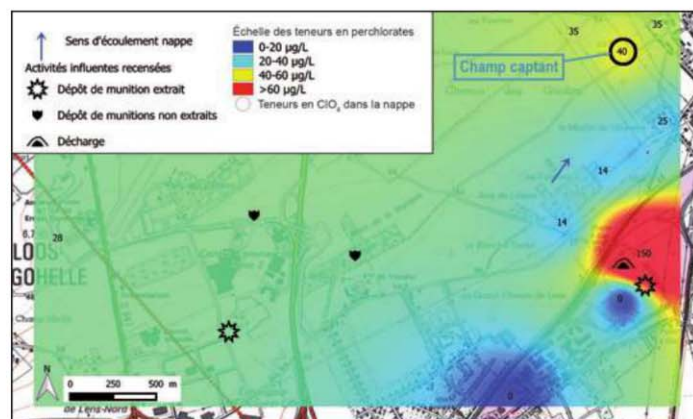


Figure 6. Carte de répartition des teneurs en perchlorates sur le secteur de Vendin-le-Vieil (62)

aussi à la présence naturelle ou anthropique de matière organique en quantité et qui peut conduire à la consommation de l'oxygène dissous et des oxyanions présents dans l'eau.

En dehors de ces points, les teneurs minimales mesurées sont de 13 à 15 $\mu\text{g/L ClO}_4^-$, au nord de l'ancienne gare de triage et à proximité des stocks déterrés.

On trouve une teneur à 28 $\mu\text{g/L}$ à l'est de la zone d'étude, située en amont du champ captant, entre les communes de Loos-en-Gohelle et Vendin-le-Vieil.

Une très forte teneur est mesurée (150 $\mu\text{g/L ClO}_4^-$) à proximité de l'ancienne gare de triage. Les prélèvements sur les piézomètres situés dans l'axe entre ce point et le champ captant présentent des teneurs modérées (13 à 15 $\mu\text{g/L}$). Ces teneurs indiquent que le panache de pollution n'atteint pas – *a priori* – le champ captant de Vendin-le-Vieil. Le sens d'écoulement de la nappe diffuserait cette pollution vers l'est.

Les teneurs de 41 $\mu\text{g/L}$ au droit du champ captant sont confirmées par celles de 35 $\mu\text{g/L}$ au droit des deux piézomètres situés à proximité (au nord et à l'est). Ces résultats suggèrent un apport non identifié de perchlorates en amont du champ captant.

6.1.2. Esquerchin et Quiéry-la-Motte

Sur les secteurs d'Esquerchin et de Quiéry-la-Motte, 21 ouvrages ont été échantillonnés et 31 prélèvements réalisés. Pour six ouvrages complémentaires, les résultats proviennent de données de l'agence de l'eau.

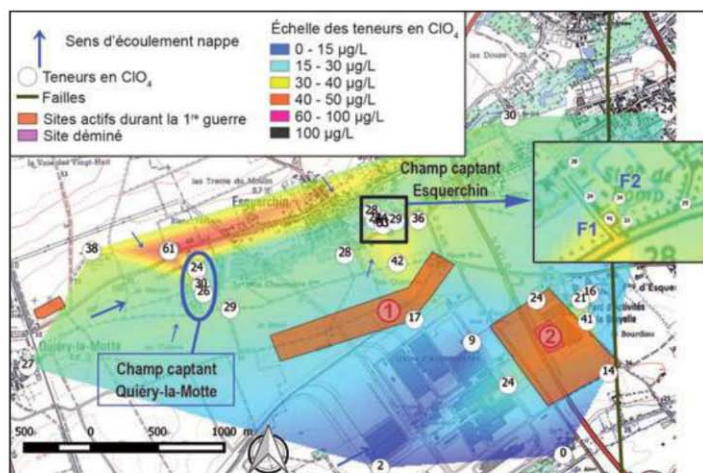


Figure 7. Carte de répartition des teneurs en perchlorate dans le secteur d'Esquerchin (59)

L'ensemble des données met en évidence une très forte variabilité géographique des teneurs qui s'échelonnent de 0 (< 1 µg/L) à 61 µg/L (figure 7).

Les plus faibles teneurs se trouvent au sud du secteur d'étude, en amont de l'usine d'automobiles où deux ouvrages ne présentent pas de teneurs détectables en perchlorates. Au contraire, de fortes teneurs à 40 µg/L environ sont enregistrées à l'aval d'anciens emplacements d'une base d'aviation et du stock d'obus récemment décaissé (site n° 2), d'une part, et d'une voie de chemin de fer militaire (site n° 1), d'autre part. Ces teneurs indiquent la présence de sources de pollution coïncidant avec ces anciens sites militaires. Au creux de la vallée, au sein des ouvrages d'eau potable captant la nappe à très haut débit, les teneurs restent toutes proches de 30 µg/L ClO_4^- . À noter toutefois le forage F1 d'Esquerchin présentant une teneur de 40 µg/L indiquant qu'il draine probablement une source locale de perchlorates. Cette hypothèse est confirmée par une autre teneur à 42 µg/L sur un piézomètre situé entre le forage et l'ancienne voie de chemin de fer (site n° 1).

Enfin, au nord-ouest du champ captant de Quiéry-la-Motte, un piézomètre présente une teneur à 61 µg/L ClO_4^- , ce qui pointe la présence d'une source de pollution aux alentours. Bien que très proche du champ captant, cette teneur locale ne semble pas avoir un impact sur les forages d'eau potable exploités à fort débit.

Pour l'ensemble des teneurs élevées observées, on remarque une diminution rapide de la présence des

perchlorates suivant l'écoulement de la nappe. C'est le cas en aval du stock d'obus décaissé où les teneurs passent sur quelques dizaines de mètres de 41 µg/L à 21 µg/L. Ou encore sur le piézomètre proche du champ captant de Quiéry-la-Motte qui n'influence pas ou peu les teneurs des forages situés à 200 m.

6.2. Campagne de sondages

Deux campagnes de recherche des perchlorates dans le sol et la craie ont été réalisées fin 2013 et début 2014 :

- d'une part, une campagne de quatre carottages et d'analyse de lixiviats entreprise avec l'Institut Lasalle sur les communes d'Esquerchin, Quiéry-la-Motte et Vendin-le-Vieil ;

- et, d'autre part, une campagne spécifique des champs captants de la vallée de l'Escrebieux menée avec la communauté d'agglomération d'Hénin-Carvin. Cette campagne a comporté la réalisation d'une trentaine de sondages à la craie suivis de prélèvements dans le premier mètre de la zone saturée. Les profils des teneurs en perchlorates ont été dressés pour deux de ces sondages et 18 échantillons d'eau ont fait l'objet d'une analyse des teneurs en perchlorates.

Les mesures portant sur la tête de la nappe ne peuvent être comparées à celles des échantillons recueillis par pompage en forage au cœur de la colonne d'eau. En effet, ces échantillons du premier mètre de nappe ont été prélevés par sondage, sans pompage d'eau. La figure 8 présente les différents modes d'échantillonnage et leur représentativité vis-à-vis de la migration des solutés dans la nappe.

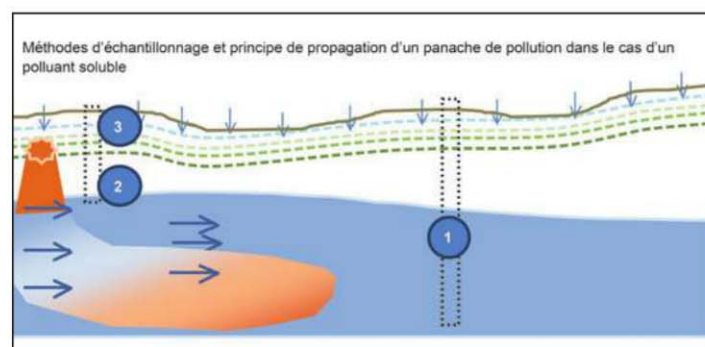


Figure 8. Présentation des différents modes d'échantillonnage et des mécanismes connus de transferts de pollutions solubles dans l'eau (inspiré de ADIL-MAN et coll. [2002])

Les échantillons obtenus sur lixiviats de craie (n° 3 sur la figure) sont représentatifs du front de migration des perchlorates dans la zone non saturée, depuis une source à la surface jusqu'à la nappe.

Les échantillons d'eau obtenus au fond des sondages (n° 2) représentent le premier mètre de la nappe, il s'agit d'un mélange de la qualité moyenne de la nappe avec d'éventuels apports locaux de solutés.

Cette figure souligne combien les échantillons prélevés sans pompage au fond des sondages sont représentatifs de conditions très locales. Au contraire, les échantillons prélevés au sein des piézomètres et des forages (n° 1) captent un mélange de toute l'épaisseur de l'aquifère et représentent en conséquence une qualité moyenne de l'eau.

6.2.1. Résultats des analyses d'eau

La campagne spécifique de la vallée de l'Escrebieux permet de constater à l'est de la zone d'étude une répartition très spécifique des teneurs en perchlorates au sein des premiers mètres de la nappe. En effet, les mesures mettent en évidence des écarts significatifs entre la qualité de l'eau des premiers mètres de nappe ($[\text{ClO}_4^-] < 15 \mu\text{g/L}$) et celle des forages d'eau captant un mélange plus profond ($[\text{ClO}_4^-] > 30 \mu\text{g/L}$ à Neuvireuil, Oppy et Willerval). Sur le secteur 1 de la figure 9, les mesures indiquent l'absence de perchlorates dans les premiers horizons de la nappe

échantillonnés tandis que les forages d'eau sur ce périmètre drainent une source de pollution significative, probablement située plus en amont des sites échantillonnés.

Sur l'axe sud-nord passant par Vitry-en-Artois et Quiéry-la-Motte (secteur 2), les teneurs de 15 à 30 $\mu\text{g/L}$ relevées restent cohérentes avec les teneurs observées au cœur de la nappe. Les premiers horizons de la nappe sont en équilibre avec sa qualité globale. Un des échantillons présente une teneur en perchlorates de 52 $\mu\text{g/L}$ (bas du secteur 2). Cette teneur est une des plus élevées enregistrée pour tout le secteur, elle peut correspondre à la présence d'une source locale de perchlorate. Elle est proche du tracé de l'ancienne voie de chemin de fer évoquée sur le site d'Esquerchin, mais cet échantillon reste plutôt en amont hydraulique de la voie.

6.2.2. Résultats des analyses de lixiviats

Les échantillons de craie ont été prélevés pour les sondages de Neuvireuil et Quiéry-la-Motte (cartes). Les ions perchlorates sont restés indétectables au sein des lixiviats obtenus. Ces résultats ont donc permis d'écarter un apport local et direct de perchlorates au droit de ces sites.

Les sondages S5 (figure 5), SC3 et SC4 (figure 4) ont été réalisés sur des parcelles agricoles de Quiéry-la-Motte et Vendin-le-Vieil. L'absence de perchlorates au

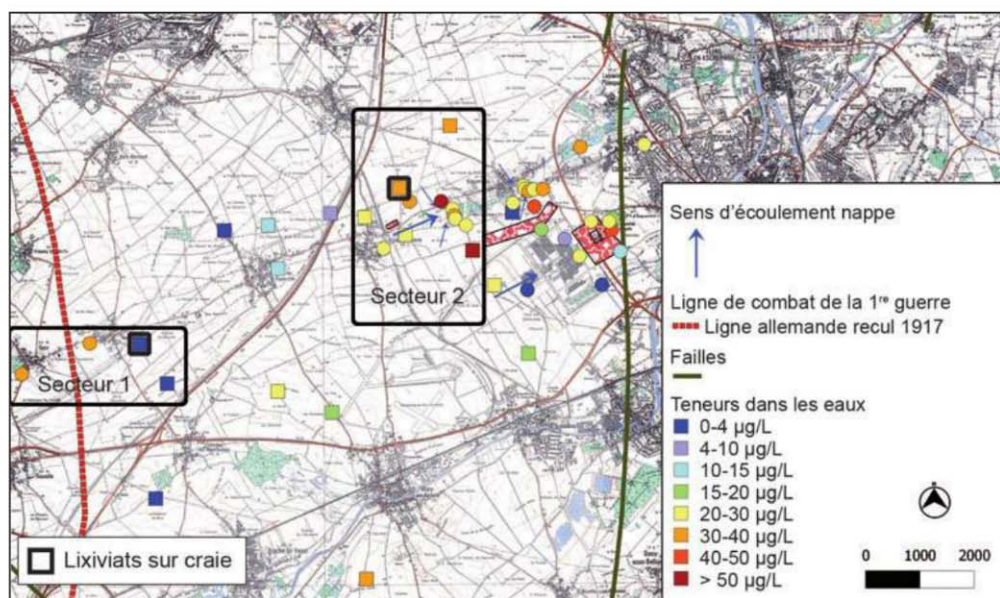


Figure 9. Carte des teneurs en perchlorates dans le premier mètre de la nappe de la craie (carrés) et dans la nappe (ronds)

droit de ces parcelles écarte la responsabilité des engrais azotés dans l'apport des perchlorates vers la nappe.

Les sondages SC1 et SC2 (figure 5) ont été réalisés en bord de route, sur accotement enherbé pour SC1 et sur prairie pour SC2. Le sondage S34 (figure 5) a été réalisé en aval d'un bassin d'infiltration d'eaux de pluie. L'absence de perchlorates pour tous ces sondages écarte une origine météorique pour ce contaminant.

Les teneurs en perchlorates significatives mesurées sur les eaux du premier mètre de nappe montrent que ces teneurs proviennent de pollutions environnant ces secteurs et diffusant au sein de la nappe.

6.3. Recherche des composés concomitants aux perchlorates

Afin d'aider à orienter les conclusions concernant les sources de perchlorates sur les deux sites d'étude le groupe de travail a souhaité rechercher, en parallèle des perchlorates, les composés anthropiques dont le rejet peut-être concomitant. Une étude spécifique a ainsi été commanditée auprès d'une société du groupe Veolia spécialisée dans le traitement des sites et sols pollués (GRS Valtech). Cette étude a permis

de lister les composés rejetés suivant le type d'activité émettant des perchlorates [GIRAUD, 2012].

De très nombreux copolluants peuvent être mesurés conjointement au perchlorate du fait de la diversité d'applications de ce dernier. Ces principaux copolluants peuvent dans une majorité des cas être classés dans deux grands groupes :

- les solvants chlorés ;
- les substances militaires et composés explosifs.

Excepté pour le dichlorométhane et le trichlorométhane qui peuvent exister naturellement dans l'environnement, la présence de solvants chlorés dans l'environnement est généralement d'origine anthropique. De plus, dans l'eau, la dégradation naturelle des solvants chlorés est assez lente et difficile. Ils s'accumulent donc parfois en quantité importante dans les eaux souterraines. Les solvants chlorés sont employés dans de très nombreuses applications concernant les secteurs de la chimie, de la parachimie, du médical, des phytosanitaires, du traitement de surface... On les trouve très souvent comme intermédiaire de synthèse, comme agent de nettoyage (décapant, dégraissant) ou comme solvants.

L'intérêt de leur recherche en parallèle des perchlorates réside dans le fait que suivant l'activité

Solvants chlorés	Perchloroéthylène ou tétrachloroéthylène (PCE ou TTCE)	Trichloroéthylène (TCE)
	<i>Cis</i> -1,2-dichloroéthylène (DCE)	<i>Trans</i> -1,2-dichloroéthylène (DCE)
	1,1-dichloroéthylène (DCE)	Chlorure de vinyl/chlorothène (VC)
	Dichlorométhane (DCM)	Trichlorométhane (TCM)
	Tétrachlorométhane (tétrachlorure de carbone)	Dichloroéthane (DCA)
	1,1,1-trichloroéthane (TCA)	1,1,2-trichloroéthane (TCA)
	1,1-dichloroéthane (DCA)	1,2-dichloroéthane (DCA)
Substances explosives	1,3,5-trinitrobenzène	1,3-dinitrobenzène
	2,4,6-trinitrotoluène (TNT)	4-amino-2,6-dinitrotoluène
	2-nitrotoluène	4-amino-2,4-dinitrotoluène
	3-nitrotoluène	Diphénylamine
	4-nitrotoluène	Nitroglycérine
	2,4,6-trinitrophénol (acide picrique)	Octogène (HMX)
	Hexyl	Hexogène (RDX)
	Tétryl	Dinitrate d'éthylène glycol (EGDN)
	Nitropenta (PETN)	Dinitrate de diéthylène glycol (DGDN)

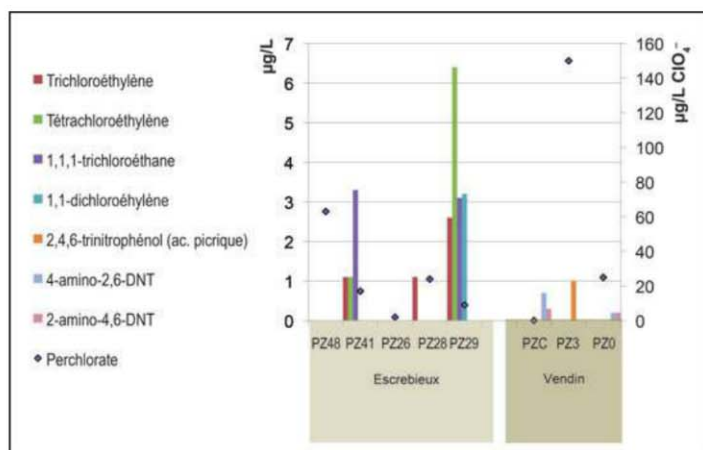
Tableau I. Copolluants de type solvants chlorés et explosifs recherchés spécifiquement

industrielle concernée par une émission de perchlorates, les émissions de substances chlorées émises seront différentes. Ainsi, par exemple, les industries utilisant des solvants pour le dégraissage des métaux pourront émettre à la fois du perchlorate mais également du perchloroéthylène (PCE), du trichloroéthylène (TCE), du dichlorométhane (DCM) et du trichloroéthane (TCA). *A contrario*, dans l'automobile et l'aviation ce sont le trichlorométhane (TCM) et le trichloroéthane (TCA) qui pourront être copolluants des perchlorates.

Si les solvants chlorés représentent bien les copolluants originaires de pollutions industrielles, les sources liées au passif militaire de la zone nécessitent de rechercher des composés très spécifiques.

Les composés les plus fréquemment trouvés sur les sites pollués en perchlorates sont : le 2,4,6-trinitrotoluène (TNT), le 1,3,5-hexahydro-1,3,5-trinitrotriazine (RDX), le 1,3,5,7-tétrahydro-1,3,5,7-tétranitrotétrazocine (HMX), la nitrocellulose et la nitroglycérine. Notons enfin que d'autres copolluants existent. Ils paraissent cependant de moindre intérêt dans les investigations, car ils sont soit minoritaires (fréon, NDMA), soit non spécifiques (métaux lourds, hydrocarbures aromatiques polycycliques...)

Il a donc été choisi de réaliser l'analyse conjointe des solvants chlorés et de composés explosifs (tableau I) en parallèle des perchlorates sur plusieurs points d'étude des sites de Vendin-le-Vieil et de la vallée de l'Escrebieux.



DNT : dinitrotoluène.

Figure 10. Teneurs en perchlorates, composés organiques halogénés volatils (COHV) et explosifs détectés lors de la campagne de recherche de composés concomitants

Cinq points sur la vallée de l'Escrebieux et trois à Vendin-le-Vieil ont fait l'objet de ce type d'analyse complémentaire (figure 10).

Sur la vallée de l'Escrebieux, aucune trace d'explosif n'a été retrouvée. Des traces de composés organiques halogénés volatils (COHV) ont été analysées au sud-est d'Esquerchin sur un site industriel. Toutefois, la répartition des concentrations en COHV n'affiche pas de corrélation avec celles des teneurs en perchlorates. Sur Vendin-le-Vieil, les trois points ayant fait l'objet d'une mesure présentent des traces d'explosifs et aucune trace de COHV ($[COHV] < \text{limite de quantification LQ}$). Les explosifs retrouvés sont des dérivés de dinitrotoluène (DNT) en des concentrations de 0,2 à 0,7 µg/L et peut-être plus puisque, du fait de la turbidité de l'échantillon, la limite de quantification pour le piézomètre présentant la plus forte teneur en perchlorate (150 µg/L) a été de 50 µg/L.

Ce dernier échantillon présente par ailleurs une concentration d'acide picrique de 1 µg/L. L'acide picrique ou 2,4,6-trinitrophénol, encore appelé mélinite, est un explosif très largement utilisé pour la fabrication des obus de la Première Guerre mondiale, notamment du fait de ses propriétés chimiques permettant une marge de sécurité lors du procédé de fabrication. Il fut également utilisé comme colorant ou comme réactif en médecine, en métallurgie ou dans les tanneries.

Sur ce secteur d'étude, il n'existe pas non plus de corrélation entre teneurs en perchlorates et en explosifs ou COHV.

Le recours à l'analyse des composés co-contaminants permet de pointer distinctement des résidus militaires pour Vendin-le-Vieil. Ce n'est pas le cas en revanche pour la vallée de l'Escrebieux où, bien que la répartition des teneurs soit corrélée avec la présence d'anciens sites à usage militaire, aucun résidu d'explosif n'a été retrouvé.

Conclusions et perspectives

Le criblage analytique à échelle régionale a permis d'écarter certaines sources de contamination potentielles. Ainsi l'origine agricole peut être éliminée au regard de la forte disparité des teneurs en perchlorates sur des secteurs mettant en œuvre des pratiques agricoles cohérentes entre elles. L'origine industrielle,

quant à elle, ne conduirait pas à une contamination de si grande échelle. Cette dernière source reste toutefois potentiellement responsable de contaminations ponctuelles de la nappe.

En revanche, la concomitance des zones contaminées par les perchlorates et des zones de combat de la Première Guerre mondiale met en évidence un lien de cause à effet.

Dans le cadre des investigations plus locales, pour le site de Vendin (11 ouvrages sur 7 km²), la maille de l'échantillonnage n'a pas permis d'identifier de sources responsables de la variabilité des teneurs ($LQ < [ClO_4^-] < 150 \mu g/L$). Pour identifier la présence de sources locales en amont du champ captant, il conviendrait de réaliser des investigations complémentaires nécessitant la mise en œuvre d'autres piézomètres. En revanche, la présence de traces d'autres composés explosifs (DNT et dérivés, acide picrique...) confirme l'impact des combats sur la qualité de la nappe sur ce site.

Pour les sites d'Esquerchin et Quiéry-la-Motte (42 ouvrages sur 60 km²), les teneurs enregistrées sont très variables ($LQ < [ClO_4^-] < 61 \mu g/L$) et mettent en évidence la présence de sources multiples et locales. Le criblage mis en œuvre sur ce site a atteint ses limites puisqu'on constate qu'il reste difficile de localiser précisément une source de pollution par cette méthode. En revanche, la piste de l'impact de la Première Guerre, voire de la Seconde Guerre mondiale sur les teneurs en perchlorates dans la nappe reste la plus probable. Elle est confortée par la présence de teneurs élevées en perchlorate à proximité d'anciens sites impliqués dans les combats (voie

de chemin de fer, stock d'obus décaissés, champ d'aviation).

Dans son ensemble, le criblage analytique a permis d'établir la présence de sources locales de perchlorates superposées à un bruit de fond au sein de la nappe. La recherche des perchlorates dans les lixiviats de sol et de roche en zone non saturée a permis de constater l'absence de ce polluant pour tous les sondages étudiés, que ceux-ci se trouvent sur des parcelles agricoles, en prairie ou en accotement routier. Ces résultats confirment l'absence d'apports par des engrais azotés d'une part et par les eaux de pluie d'autre part.

La présence de stocks de munitions enfouis ayant émis ou continuant d'émettre des perchlorates pourrait expliquer les teneurs élevées en perchlorates de certains ouvrages.

La mise en œuvre de méthodes permettant de localiser ces stocks est donc nécessaire pour poursuivre ce premier criblage. Les méthodes de recherche géophysiques sont particulièrement adaptées à ces objectifs. La difficulté reste leur mise en œuvre à l'échelle d'un territoire. Une fois des stocks enterrés détectés, une deuxième phase de criblage serait à envisager. Elle nécessiterait la réalisation d'un nouveau réseau de piézomètres et sondages recentrés autour de ces sources. Il serait alors possible de vérifier la présence de plus fortes teneurs de perchlorates au droit de ce stock et d'en étudier le mode de transfert au sein de la nappe.

À l'issue de ce type de travaux, il pourrait être établi site par site s'il y a des bénéfices à extraire ces stocks pour améliorer la qualité de la ressource.

Bibliographie

ADILMAN D., CURRY D., CLAUSEN J., ABATE C. (2002) : *Characterization of perchlorate plumes in a high permeability aquifer*. AMEC EarthantEnvironmental Inc.

ANSES (2011) : Saisine n° 2011-SA-0024. *Avis relatif à l'évaluation des risques sanitaires liés à la présence d'ions perchlorate dans les eaux destinées à la consommation humaine*.

ANSES (2013) : Édition scientifique. *Campagne nationale d'occurrence de polluants émergents dans les eaux destinées à la consommation humaine. Perchlorates et nitrosamines*.

ASAMI M., KOSAKA K., KUNIKANE S. (2009) : « Bromate, chlorate, chlorite and perchlorate in sodium hypochlo-

rite solution used in water supply ». *Journal of Water Supply : Research and Technology - AQUA* ; 58 (2) : 107-15.

ARS NPdC (2013) : Cartographie des teneurs en perchlorates dans l'eau de distribution au 24/09/2013. Agence régionale de santé Nord Pas-de-Calais. Disponible sur : http://www.ars.nordpasdecalsais.sante.fr/fileadmin/NOR-D-PAS-DE-CALAIS/votre_sante/environnement/eau/Perchlorate/Carte_perchlorate_24_09_2013.pdf (30/06/2016).

ATSDR (2009) : *Toxicological profile for perchlorates*. U.S. Department of Health and Human Services. Public

Health Service Agency for Toxic Substances and Disease Registry. pp. 299.

BAULT V., MATON M. avec la collaboration de Mathon Ch. (2012) : *Appui à la police de l'eau. Modification des temps de transfert de l'eau et des polluants au travers de la craie dans les zones impactées par la guerre 1914-1918*. Rapport BRGM/RP-61729-FR, 42 p., 10 fig.

DUNCAN P.B., MORRISON R.D., VAVRICKA E. (2005) : « Forensic identification of anthropogenic and naturally occurring sources of perchlorate ». *Environ. Forensics* ; 6 : 205-15.

EPA – Environmental Protection Agency (2001) : *Survey of fertilizers and related materials for perchlorate (ClO_4^-)*. Final report. EPA/600/R-01/049.

GIRAUD A. (2012) : *Synthèse bibliographique sur les principaux co-polluants du perchlorate et leurs applications*. Rapport GRS Valtech.

GREINER P., MCLELLAN C., BENNETT D., EWING A. (2008) : Occurrence of perchlorate in sodium hypochlorite. *Journal AWWA* ; 100 (11) : 68-74.

HUBÉ D. (2013) : *Potentialités d'un marquage des eaux souterraines par des substances pyrotechniques en relation avec les zones de combats de la Première Guerre mondiale. Le cas des perchlorates*. Rapport BRGM/RP-62008-FR.

LACHEREZ-BASTIN S. (2005) : *Contribution à l'étude de la migration des nitrates dans le sol et la zone non saturée de la nappe de la craie dans le nord de la France* [thèse]. Université des Sciences et technologies de Lille, 191 p.

LARCHÉ J. (2001) : *Rapport d'information fait au nom de la commission des lois constitutionnelles, de législation, du suffrage universel, du règlement et d'administration générale sur le déminage*. Sénat, Session ordinaire de 2000-2001.

URBANSKY E.T., BROWN S.K., MAGNUSON M.L., KELTY C.A. (2001) : « Perchlorate levels in samples of sodium nitrate fertilizers derived from Chilean caliche ». *Environmental Pollution* ; 112 (3) : 299-302.

Résumé

É. BLAIN-LEFÈVRE, S. JACOB, C. DOUCHÉ, S. GAUDRÉ, J.-J. HÉRIN, Y. VAN ES

Recherche de sources de perchlorates dans les ressources en eau du Nord – Pas-de-Calais

À la suite de la découverte de la présence d'ions perchlorates au sein de ressources de la métropole lilloise, une campagne de recherche de ce polluant a été lancée et a confirmé la présence de ces ions sur un secteur étendu de la région Nord – Pas-de-Calais. En vue de localiser d'éventuelles sources et de mieux comprendre les mécanismes de transfert de cette pollution vers la nappe, deux sites ont fait l'objet de criblages spécifiques. Les investigations ont été menées afin de définir

l'origine probable de ces apports dans la nappe de la craie, elles ont comporté notamment la recherche de composés concomitants, la réalisation de carottage et d'analyses d'eau et de lixiviats. L'ensemble des travaux met en évidence la concomitance des zones contaminées et des zones touchées par les combats de la Première Guerre mondiale. Par ailleurs, la pollution semble le résultat de plusieurs sources ponctuelles superposées à un bruit de fond de la nappe.

Abstract

É. BLAIN-LEFÈVRE, S. JACOB, C. DOUCHÉ, S. GAUDRÉ, J.-J. HÉRIN, Y. VAN ES

Searching perchlorates sources in chalk aquifer of Nord – Pas-de-Calais

Following the characterization of perchlorate contamination of groundwater in South of France, its presence has been investigated and confirmed in groundwater of Northern France. In order to set perchlorate origins and its pathway to groundwater, two fields have been studied. Works have entailed

concomitants compounds analysis, core sampling and water and chalk analysis. This study shows the concomitance of perchlorate contamination and first world war battle fields. Besides groundwater pollution seems to result from local sources overlaid with an extended background.



Projection à la lance

ERGELIT
KS2b-L

**Mortier de protection
des bétons contre l'H₂S
en assainissement**



Application à la main

- 25 ans de références à travers le monde
- Protection mono-matériau dans la masse
- Finition très propre
- Résultat durable
- Assistance technique



Par centrifugation



Réparation des bétons, voirie, scellement, assainissement, réhabilitation de canalisations, réservoirs et sols industriels

ZAC de Royallieu - 17 rue du Four St-Jacques
F-60200 Compiègne
Tél : +33 (0) 344 970 222 - Fax : +33 (0) 344 970 932
Email : bureau@hermes-technologie.com
www.hermes-technologie.fr

HERMES
TECHNOLOGIE

