



## **2 - SYNTHÈSE DES CONNAISSANCES SUR LE NICKEL DANS LES SOLS EN FRANCHE COMTE**

### **Nickel d'origine naturelle**

En France, le nickel se rencontre naturellement dans cinq catégories principales de sols :

- sols développés sur des roches ferro-magnésiennes (basaltes, serpentinites...) : le nickel est alors particulièrement abondant dans les minéraux primaires silicatés (olivine, pyroxènes) et les minéraux secondaires de type serpentine qui y sont associés ;
- sols développés dans des moraines alpines contenant des minéraux provenant de roches basiques et ultrabasiqes ;
- sols argileux, plus ou moins décarbonatés, riches en fer, issus de calcaires jurassiques ;
- sols argileux et très riches en fer issus de roches minéralisées (calcaires du Sinémurien, marnes du Carixien) ;
- sols calcaires développés directement à partir de calcaires jurassiques

L'analyse lithologique permet donc d'identifier les roches susceptibles de contenir du nickel.

### **Nickel d'origine anthropique**

L'origine anthropique du nickel n'est pas agricole mais résulte des émissions des centrales et des incinérateurs.

La part la plus importante du nickel relâché dans l'environnement est adsorbée par les sédiments et les particules du sol et devient par conséquent immobile.

### **Comportement du nickel dans les sols**

Dans les sols acides, le nickel devient plus mobile et peut rejoindre les eaux.

La spéciation du nickel, c'est-à-dire la répartition du nickel entre les différentes phases constitutives du sol, détermine sa mobilité dans le sol ; les formes les plus mobiles étant les formes adsorbées et solubles.

Plusieurs facteurs du milieu influencent la spéciation du nickel : le pH, le potentiel rédox, la température et l'humidité.

### **Localisation des sols naturellement riches en nickel en Franche Comté**

L'étude du BRGM 2007, après réalisation d'une analyse statistique des données en sa possession, a établi une cartographie des sols de Franche-Comté pour lesquels l'origine géologique du Nickel est fortement probable. Il s'agit de la cartographie du risque de dépassement du seuil de 50 mg/kg dans les sols résultant du croisement entre les informations géochimiques (inventaire minier national) et les informations litho-stratigraphiques au 1/1 000 000 et 1/50 000 (approche analogique), complété par un traitement semi-quantitatif.

### **3 - Modalités d'instruction des dossiers d'épandage de boues issues de stations d'épuration d'effluents domestiques sur des sols dont la teneur en nickel est supérieure à 50 mg/kg :**

La cartographie du BRGM a été établie à partir des seules données disponibles en s'appuyant sur une approche analogique. Elle ne peut en aucun cas suffire pour savoir si le sol sur lequel l'épandage est envisagé a une teneur en nickel conforme à la réglementation.

Des analyses systématiques des sols (partie superficielle) doivent être engagées lors de l'étude préalable à l'épandage. Il peut en effet exister localement des anomalies géochimiques ou des pollutions d'origine anthropique.

Ces analyses seront réalisées conformément aux prescriptions de l'arrêté du 8 janvier 1998.

Le guide technique relatif aux dérogations concernant la réglementation sur l'épandage des boues de stations d'épuration financé par l'ADEME et l'APCA et établi en 2005 par D Baize et al propose un logigramme de décision.

Ce logigramme servira de base pour l'instruction des demandes de dérogation. Toutefois, les pH acides favorisant la mobilité et la phytodisponibilité, **aucune dérogation ne sera accordée si le pH du sol est inférieur à 6.**

Les dérogations seront accordées dans les cas suivants (voir logigramme annexe 1)

➤ **50 mg/kg < [Ni] ≤ 70 mg/kg et pH > 6,8 :**

S'il est démontré que le nickel est d'origine naturelle

➤ **50 mg/kg < [Ni] ≤ 70 mg/kg et 6 < pH ≤ 6,8 :**

S'il est démontré que le nickel :

- est d'origine naturelle
- est faiblement mobile dans le sol
- est faiblement phytodisponible (méthode rapide)

➤ **70 mg/kg < [Ni] ≤ 110 mg/kg et pH > 6 :**

S'il est démontré que le nickel :

- est d'origine naturelle
- est faiblement mobile dans le sol
- est faiblement phytodisponible (méthode lourde)

### **4 - MISE EN ŒUVRE DE LA DEMANDE DE DÉROGATION :**

La demande pourra être présentée soit antérieurement à l'étude préalable d'épandage soit intégrée dans cette étude préalable et donc dans le dossier déposé au titre de l'article L 214-1 du code de l'environnement.

Dans tous les cas, la demande de dérogation devra comporter les éléments suivants :

- références documentaires sur le comportement du nickel dans les sols et les teneurs usuelles ou anormales :
- description géologique, hydrogéologique, lithologique et pédologique de la zone concernée ;

- description des activités humaines sur ou à proximité du site.

#### **4.1 - Origine naturelle du nickel dans le sol**

L'origine naturelle du nickel dans le sol pourra être démontrée par l'une des méthodes suivantes :

##### **4.1.1) Recherche d'études ou de demandes de dérogations et/ou étude du contexte géologique et pédologique local:**

Il s'agira de démontrer que les sols concernés par le dépassement du seuil peuvent soit se rattacher à une série de sols déjà connue et étudiée afin de transposer les conclusions déjà acquises ou bien l'étude fournie dans le dossier renseignera sur la présence de roches ou de minéraux potentiellement riches en Ni, qui est un indice de l'origine naturelle du Nickel. Le nickel est par exemple naturellement présent dans les roches calcaires ferrugineuses et dans certains minéraux (péridots, pyrite, pyroxène, serpentine...).

L'argumentation devra être particulièrement étayée et l'appui du BRGM au service de police de l'eau pourra être sollicité lors de l'instruction du dossier par le service de police de l'eau.

##### **4.1.2) Prélèvement et analyse de terre**

Les prélèvements seront réalisés selon la norme NF X31-100 "Qualité des sols. Echantillonnage. Méthode de prélèvement d'échantillons de sol".

Les analyses des éléments traces métalliques (ETM) seront réalisées selon les méthodes suivantes :

- ▶ NF ISO 14869-1. Qualité du sol. Mise en solution pour la détermination des teneurs élémentaires totales – Partie 1 : mise en solution par l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique
- ▶ NF ISO 14869-2. Qualité du sol. Mise en solution pour la détermination des teneurs élémentaires totales. Partie 2 : mise en solution par fusion alcaline

La digestion à l'eau régale (NF ISO 11466) ne sera pas utilisée.

##### **a) Prélèvements de terres :**

Le nombre de points de prélèvements sera celui exigé par l'arrêté du 8 janvier 1998. Tous les points seront repérés par leurs coordonnées Lambert.

Pour réaliser les prélèvements, il est préférable de réaliser une fosse, d'en décrire les horizons pédologiques, de prélever et d'analyser les éléments traces métalliques dans chaque horizon.

A défaut, des prélèvements et analyses de sols seront réalisés à trois profondeurs différentes sur 1,5 m (surface, intermédiaire et matériau parental)

Pour le cas où il n'est pas possible d'effectuer de prélèvements en profondeur, au moins quatre points différents de l'horizon de surface seront prélevés. Seule l'étude des corrélations entre éléments (voir ci-après) pourra alors être réalisée.

##### **b) Méthodes de démonstration de l'origine naturelle du nickel :**

L'une des méthodes suivantes sera utilisée :

➤ Etude des corrélations entre éléments (seule méthode possible si on ne dispose que d'horizons de surface)

Cette méthode, basée sur des corrélations naturelles, nécessitera d'analyser le nickel mais également Fe, Cr, Cu, Co, Zn ou taux d'argile.

Il s'agira d'établir le rapport Ni/X (avec X : Fe, Cr, Cu, Co, Zn ou taux d'argile) et de voir son évolution de l'horizon de surface vers l'horizon profond. Si ce rapport est constant, il sera possible de conclure qu'il n'y a pas eu de contamination en Ni par les activités humaines et que le Nickel est d'origine naturelle.

Dans le cas où l'on ne dispose que de plusieurs horizons de surface, il s'agira de montrer que les variations de teneurs en nickel sont directement proportionnelles aux variations des teneurs en Fe, Cr, Cu, Co ou Zn. Evidemment, dans ce cas, une double contamination en Ni et Fe, Cr, Cu, Co, Zn peut être évoquée mais celle-ci reste bien peu probable.

➤ Etude des profils de teneurs

Les teneurs en Nickel de l'horizon de surface seront comparées à celles des horizons immédiatement sous-jacents.

Cette méthode repose sur l'hypothèse que, en cas de pollution, l'élément polluant est resté en surface.

Il conviendra alors de prélever 3 ou 4 horizons superposés en un même point et pas seulement l'horizon de surface labouré (dans une fosse ou avec une tarière) et de faire analyser les 3 ou 4 échantillons en ce qui concerne les propriétés agropédologiques classiques (granulométrie, carbone organique, CEC, calcaire, pH), les teneurs totales en nickel et en un ou deux éléments majeurs de référence (fer, aluminium).

Ainsi, une teneur en nickel beaucoup plus forte en surface qu'en profondeur est souvent l'indice d'une contamination par une ou plusieurs activités humaines.

➤ Calcul de facteurs d'enrichissement

Pour chaque horizon de sol, on calculera le facteur d'enrichissement FE tel que :

$$FE : ([Ni]_{HS}/[EC]_{HS}) / ([Ni]_{MP}/[EC]_{MP})$$

pour lequel EC représente un élément de référence (élément conservatif choisi pour sa mobilité minimale comme Al).

L'indice HS se rapporte à un horizon de sol et MP au matériau parental (ou, à défaut, la base du profil).

Si FE est sensiblement supérieur à 1, l'horizon de surface apparaît enrichi en Ni.

Si, par contre, les teneurs dans les horizons sont d'origine géologique, FE est alors voisin de 1, voire inférieur à 1.

## **4.2 - Etude de la mobilité du nickel dans les sols**

La non mobilité du nickel dans le sol sera démontrée par un test de lixiviation (mise en contact de l'échantillon de sol avec de l'eau additionnée de  $C_a Cl_2$  à 0,001 mol/l sous agitation pendant 24 heures et échantillon des substances solubles).

Il s'agit d'une extraction de la fraction mobile du nickel.

**Si  $[Ni] > 20 \mu g/l$ , le nickel sera considéré comme mobile et la dérogation sera refusée**

## **4.3 - Etude de la phytodisponibilité du nickel : extraction rapide**

### **4.3.1) Extraction rapide ( $50 \text{ mg/kg} < [Ni] \leq 70 \text{ mg/kg}$ et $6 < \text{pH} < 6,8$ ) :**

La phytodisponibilité représente la quantité du nickel qui peut être transférée dans la plante durant son développement.

Les méthodes suivantes seront utilisées :

▶ NF ISO 17870. Qualité du sol. Extraction des éléments traces par une solution tamponnée de DTPA

ou

▶ la méthode d'extraction au  $NH_4NO_3$  à  $1 \text{ mol.l}^{-1}$

**Extraction au DTPA : si la quantité de nickel extrait par le DTPA est supérieure à  $5 \text{ mg/kg MS}$ , le nickel sera considéré comme phytodisponible et la dérogation sera refusée.**

**Extraction au  $NH_4NO_3$  : si la quantité de nickel extrait est supérieure à  $1,5 \text{ mg/kg MS}$ , le nickel sera considéré comme phytodisponible et la dérogation sera refusée.**

### **4.3.2) Essais au champ ( $70 \text{ mg/kg} < [Ni] \leq 110 \text{ mg/kg}$ )**

Cela revient à comparer les teneurs en Ni des plantes cultivées sur la parcelle dont le sol est anormalique à celles d'une culture identique (même variété, même itinéraire de culture, même stade phénologique) cultivée sur une (ou plusieurs) parcelle(s) voisine(s) dont le sol n'est pas anormalique qui va servir de parcelle de référence.

## BIBLIOGRAPHIE

ADEME et APCA . 2005. Dérogations relatives à la réglementation sur l'épandage des boues de stations d'épuration. Comment formuler une demande pour les sols à teneurs naturelles élevées en éléments traces métalliques? Guide technique. J. Béraud et A. Bispo (coordinateurs). D. Baize; T. Sterckeman, A. Piquet, H. Ciesielski, J. Béraud et A. Bispo (auteurs).

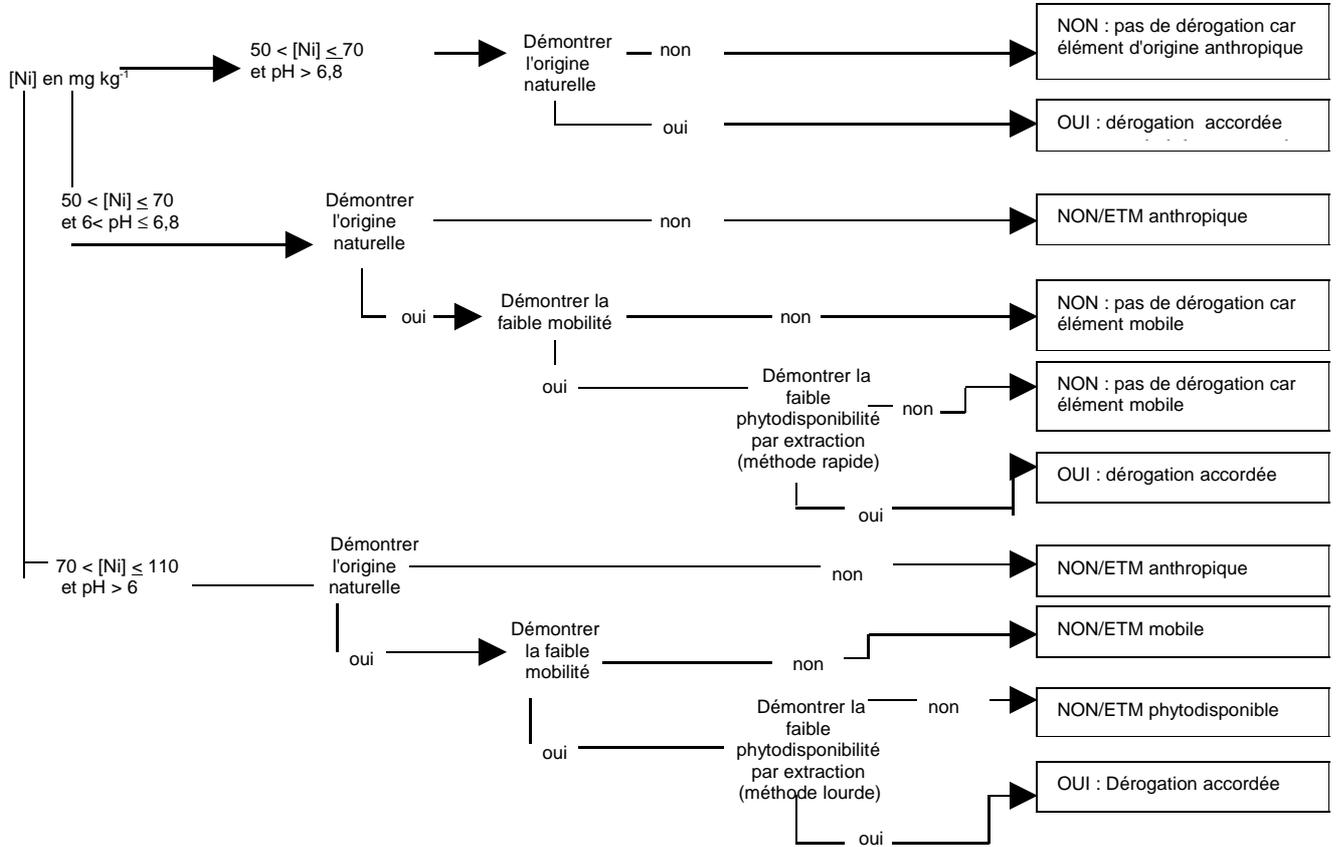
ENSAIA – INRA, institut national polytechnique de Lorraine – Laboratoire des sols et environnement, 2002 : Mesures de la biodisponibilité du nickel dans les sols du plateau lorrain dans le cadre de l'épandage agricole de boues de station d'épuration, G. Echevarria, S. Massoura, JL Morel.

BRGM, mai 2007 : teneurs en nickel dans les sols franc-comtois - proposition d'une stratégie pour l'instruction des données d'épandage des boues domestiques rapport final - 46 p

NF ISO 14870 (mars 2002). Extraction des éléments en traces par une solution tamponnée de DTPA.

PR NF ISO 21268-2 (septembre 2004). Modes opératoires de lixiviation en vue d'essais chimiques et écotoxicologiques ultérieurs des sols et matériaux du sol.

**ANNEXE 1 - Logigramme de décision pour une demande de dérogation appliquée au nickel**  
(source : ADEME et APCA 2005)



**Rappel des méthodes à utiliser pour les différentes analyses**

