Caractérisation par micro-fluorescence X et microsonde électronique des porteurs minéralogiques d'éléments traces dans des sédiments mis en dépôt

Antonine Poitevin, Philippe Bataillard, Louis Hennet, Catherine Lerouge, Guillaume Wille

▶ **To cite this version:**

Antonine Poitevin, Philippe Bataillard, Louis Hennet, Catherine Lerouge, Guillaume Wille. Caractérisation par micro-fluorescence X et microsonde électronique des porteurs minéralogiques d'éléments traces dans des sédiments mis en dépôt. 9ème colloque " Rayons X et Matière ", Nov 2011, Tours, France. pp.00. hal-00634472

HAL Id: hal-00634472
https://brgm.hal.science/hal-00634472

Submitted on 21 Oct 2011

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Caractérisation par micro-fluorescence X et microsonde électronique des porteurs minéralogiques d'éléments traces dans des sédiments mis en dépôt

A. Poitevin[1,2], L. Hennet[2], C. Lerouge[1], G. Wille[1], P. Bataillard[1]

[1]BRGM, 3 avenue C. Guillemin BP 36009 45060 Orléans cedex 2, France,
[2]CNRS-CEMHTI, 1D avenue de la recherche scientifique 45071 Orléans cedex 2, France

L'entretien des voies navigables en France nécessite des opérations régulières de curage des sédiments. Traditionnellement, ces boues de dragage ont été déposées sur des sols nus, sans précaution préalable ou traitement. Cela peut poser des problèmes environnementaux lorsque les sédiments déposés sont contaminés en polluants organiques et minéraux. C'est le cas de certains sites de dépôt du Nord Pas de Calais, région au fort passé minier et industriel. Le risque chimique associé est la mise en solution de phases porteuses d'éléments traces (Zn, Cd, As, Pb,...) provoquant la migration de ces polluants dans le sol sous-jacent ainsi que dans les nappes. Dans ce contexte, les sédiments mis en dépôt sont couramment étudiés [1, 2, 3, 4] pour déterminer les teneurs en traces, leur distribution au sein des phases et la stabilité de celles-ci, la nature des liaisons polluant - phase porteuse, l'état redox des phases et des éléments...

L'objectif de cette étude est d'identifier et caractériser les porteurs minéralogiques de plomb et de zinc dans un sédiment mis en dépôt situé à Courrières (62) en combinant des techniques analytiques chimiques et spectroscopiques.

Des extractions chimiques séquentielles adaptées du protocole de Gomez-Ariza [5] ont été appliquées sur les sédiments prélevés en surface du dépôt. Les résultats indiquent que Pb et Zn seraient majoritairement concentrés dans la fraction soluble au chlorure d'hydroxylamine que l'on nommera « réductible » (respectivement 80% et 62%). Cette fraction est supposée être enrichie en oxyhydroxydes de fer et de manganèse [6]. La quasi-totalité du zinc restant (35%) semble être extrait avec la fraction « soluble à l'acide » (acétate d'ammonium) rapportée par [6] comme étant la fraction carbonatée riche en sulfures et sulfates amorphes.

Des analyses chimiques d'éléments majeurs pas fluorescence-X et diffraction (DRX) montrent que le sédiment est composé d'une fraction limono-argileuse et carbonatée.

Des observations en microscopie optique et électronique à balayage ont confirmées la minéralogie globale du sédiment. Elles ont également révélées des micro-phases relativement cristallisées ainsi qu'une matrice de nature hétérogène (présence d'amorphes) et de granulométrie fine (grains<10µm) qui n'étaient pas détectés par DRX de laboratoire à cause de la sensibilité de la machine. De plus, les phases minoritaires suivantes ont été identifiées : oxyhydroxydes de fer, phosphates (type apatite, phosphates riches en fer), sulfures (sphalérite, pyrites), sulfates (gypse, barytine, célesto-barytine), carbonates (calcites, dolomites).

Des micro-analyses menées sur des points d'intérêt par microsonde électronique (MSE) ont permis de déterminer la nature de certaines petites phases (~2-5µm) porteuses et de quantifier leurs teneurs en zinc et en plomb le cas échéant. Des oxyhydroxydes de fer, des phosphates riches en fer (de nature encore indéterminée) et des apatites ont montré des teneurs de l'ordre de 3% en Zn. Ces données sont en accord avec les teneurs acquises par les extractions chimiques séquentielles (les oxyhydroxydes de Fe représentent une phase porteuse majeure du zinc et du plomb)

mais suggèrent toutefois fortement que la fraction « acido-soluble » ne représente pas majoritairement la fraction carbonatée (160 +/-325 mg/kg de Zn mesuré à la MSE dans 45 points de calcite et ~4000 mg.kg de Zn dosé dans la fraction soluble à l'acide). Le comportement du plomb est plus difficilement analysable avec cette technique à cause de sa limite de détection élevée pour cet élément (~1000 mg/kg).
Des analyses complémentaires utilisant le rayonnement synchrotron ont été réalisées en Angleterre (DIAMOND Light Source). Des mesures en micro-fluorescence X (taille du faisceau de l'ordre de 3µm) et en XANES ont été enregistrées. Elles confirment la faible voire nulle teneur en zinc des 'gros' grains de carbonates (>10µm, zone a figure 1) et la bonne corrélation existant entre le fer et le zinc (zone c, figure 1). De même, la nature diffuse du plomb (et du zinc) dans la matrice fine a été observée (zone b, figure 1). Cependant, des textures réactionnelles consistant en un liseré d'oxydes de fer riche en zinc entourant des grains de carbonates (dolomites majoritairement, mais aussi calcites) ont été mises en évidence (zone c, figure 1). Les données XANES acquises au seuil du fer sont en cours de traitement et nous permettrons de mettre en évidence différents état d'oxydation du fer à l'endroit où la présence de fer et celle de zinc est fortement corrélée.

Références bibliographiques
[1] Manceau, A, et al., American Journal of Science 300 (2000) 289-343
[2] Sarret, G, et al., Environmental Science & Technology 38 (2004) 2792-2801
[3] Kirpichtchikova, TA, et al., Geochimica Et Cosmochimica Acta 70 (2006) 2163-2190
[4] Isaure, MP, et al., Geochimica Et Cosmochimica Acta 66 (2002) 1549-1567
[5] Gomez-Ariza, JL, et al., International Journal of Environmental Analytical Chemistry 414 (1999) 151-164
[6] Piou, S, et al., Environmental Research 109 (2009) 712-720