



RÉPUBLIQUE  
FRANÇAISE

Liberté  
Égalité  
Fraternité



Géosciences pour une Terre durable

**brgm**

Document à accès immédiat



# Recommandations sur l'élaboration de valeurs limites sur le soufre pour des déblais provenant du bassin de Paris (chantiers du Grand Paris Express)

Rapport final  
BRGM/RP-71252-FR

Version 2 du 15 novembre 2021

Étude réalisée dans le cadre des opérations de service public du BRGM

Coussy Samuel, Quesnel Florence

Vérificateur :	Approbateur :
Nom : Françoise Bodénan	Nom : Philippe GOMBERT
Fonction : <sup>1.89 3740.46 - 0555</sup> Cheffe de projet	Fonction : Directeur Direction DEPA
Date : 02/11/2021	Date : 08/11/2021
Signature : 	Signature : 

Le système de management de la qualité et de l'environnement du BRGM  
est certifié selon les normes ISO 9001 et ISO 14001.

Contact : [qualite@brgm.fr](mailto:qualite@brgm.fr)

## Votre avis nous intéresse

Dans le cadre de notre démarche qualité et de l'amélioration continue de nos pratiques, nous souhaitons mesurer l'efficacité de réalisation de nos travaux.

Aussi, nous vous remercions de bien vouloir nous donner votre avis sur le présent rapport en complétant le formulaire mis à votre disposition.

**Mots clés :** sulfure, pyrite, déblais, formations géologiques sédimentaires, Grand Paris Express, Bassin de Paris, Île-de-France

En bibliographie, ce rapport sera cité de la façon suivante :

**Coussy Samuel, Quesnel Florence** (2021) – Recommandations sur l'élaboration de valeurs limites sur le soufre pour des déblais provenant du bassin de Paris (chantiers du Grand Paris Express). Rapport final V2. BRGM/RP-71252-FR, 32 p.

© BRGM, 2021, ce document ne peut être reproduit en totalité ou en partie sans l'autorisation expresse du BRGM.  
IM003-MT008-P2-21/09/2021

## Synthèse

Certains chantiers du Grand Paris Express sont actuellement confrontés à l'excavation de déblais provenant de formations géologiques riches en minéraux sulfurés. Une des spécificités de ces minéraux sulfurés – dont la principale espèce est la pyrite (sulfure de fer de formule  $\text{FeS}_2$ ) – est qu'ils peuvent s'oxyder au contact de l'air atmosphérique et en présence d'eau, conduisant à l'acidification du milieu environnant. Or, une fois excavés, ces déblais sont entreposés en surface, à l'air libre, que ce soit dans le contexte de leur valorisation (réaménagement de carrières, projets d'aménagement) ou de stockage en installation de stockage de déchets. Même si ces déblais sont actuellement tous gérés selon les conditions d'admission en installation de stockage de déchets inertes (arrêté du 12/12/2014), cette grille de lecture ne permet pas de prédire leur caractère acidogène. Une caractérisation de ce potentiel acidogène est pourtant nécessaire, afin d'orienter ces matériaux vers les filières adaptées, et si besoin de les traiter avant stockage. Le présent rapport détaille dans un premier temps le **contexte géologique** des formations du bassin de Paris contenant des sulfures dans l'aire des chantiers du Grand Paris Express. La probabilité d'occurrences en sulfures (essentiellement sous forme de pyrite) dans ces terrains sédimentaires est évaluée, de même que le potentiel de la pyrite à y être mobilisée. Dans un second temps, le rapport propose une **valeur limite en soufre** qui serait adaptée pour évaluer en première approche le caractère acidogène ou non des déblais provenant des chantiers du Grand Paris Express, ainsi qu'un **logigramme d'utilisation de cette valeur**. Ces propositions proviennent d'une revue de littérature nationale et internationale, associée à une étude critique de données de caractérisation de déblais contenant des sulfures mises à disposition du BRGM par certains acteurs des chantiers du Grand Paris Express.

Il ressort de cette étude que, si une expertise géologique indique que les formations géologiques excavées contiennent potentiellement des teneurs importantes en minéraux sulfurés, ou que ceux-ci sont facilement mobilisables, alors une analyse du soufre doit être effectuée. Il est recommandé de réaliser soit une analyse du soufre sous forme de sulfure, soit une analyse du soufre oxydable, afin de ne pas prendre en compte les minéraux sulfatés non oxydables dans cette analyse. **La valeur limite recommandée est une teneur en soufre oxydable ou en sulfure de 0,1 %**. Il s'agit de la valeur limite établie dans le cadre de la réglementation européenne et française pour évaluer le caractère inerte d'un déchet de l'industrie extractive, qui a été jugée ici suffisamment sécuritaire à la fois pour éviter une potentielle acidification du milieu et un relargage en éléments-traces métalliques (ETM) et en sulfates. Ainsi, si la teneur en soufre oxydable ou en sulfure est strictement inférieure à 0,1 % dans ces matériaux, alors ils seront déclarés *de facto* comme non acidogènes et une approche habituelle selon les conditions d'admission en ISDI (arrêté du 12/12/2014) est suffisante pour les orienter dans les différentes filières « inertes » à disposition. Par contre, si la teneur en soufre oxydable ou en sulfure est supérieure ou égale à cette valeur, il faudra vérifier en plus le potentiel de neutralisation du matériau, selon la norme NF EN 15875, et calculer le ratio du potentiel de neutralisation sur le potentiel d'acidification (NP/AP). Si ce ratio est supérieur ou égal à 4, alors le matériau n'est pas potentiellement acidogène, et il ne sera pas nécessaire de le traiter. Cependant, il conviendra de vérifier par des essais cinétiques le comportement à long-terme de ces matériaux, et plus précisément le relargage en sulfates et en ETM. L'admission dans les différentes filières « inertes » se fera ainsi sur la base de ces résultats (sauf pour les filières TN+ où les valeurs limites sont suffisamment élevées), ainsi que selon les conditions fixées dans l'arrêté du 12/12/2014. Si le ratio NP/AP s'avère inférieur à 4, alors le matériau est potentiellement acidogène et il sera nécessaire de le traiter par neutralisation ou toute autre technique, dans les filières autorisées à cet effet par l'administration.



## Sommaire

1. Introduction .....	7
2. Contexte géologique : les formations contenant (ou non) des sulfures dans l'aire du Grand Paris Express .....	9
3. Etat de l'Art – valeurs limites réglementaires ou méthodologiques sur le soufre existant en France et à l'étranger .....	15
3.1. La réglementation européenne.....	15
3.2. la réglementation Française .....	16
3.3. Valeurs limites existant à l'étranger .....	17
3.4. Synthèse des valeurs limites recensées dans le cadre de cette étude .....	20
4. Etude critique de données de caractérisation de déblais contenant des sulfures provenant des chantiers du Grand Paris Express .....	21
4.1. Etude du potentiel acidogène des déblais en fonction de leur teneur en soufre.....	21
4.2. Etude du potentiel de relargage en éléments-traces métalliques et sulfates sur le long terme	23
4.3. Synthèse .....	25
5. Conclusions et recommandations.....	26
6. Références.....	29

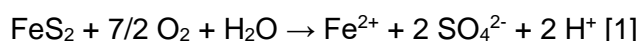
## Liste des figures

Figure 1 : Carte géologique simplifiée à vocation pédagogique "Paris et ses environs" (Charles et al, 2020) .....	12
Figure 2 : Légende générale de la carte géologique simplifiée "Paris et ses environs" (Charles et al, 2020), probabilité de présence et potentiel de mobilisation des occurrences pyriteuses dans les unités lithostratigraphiques de la zone d'étude (de la craie crétacée aux alluvions, colluvions et limons des plateaux quaternaires) .....	13
Figure 3 : A – Coupe géologique traversant la carte géologique simplifiée "Paris et ses environs" (Charles et al, 2020) selon le tracé figuré en rouge (grosso modo de Roissy à Orly) sur le schéma structural en B et C – probabilité de présence et potentiel de mobilisation des occurrences pyriteuses dans les unités lithostratigraphiques représentées par les couches géologiques de la coupe .....	14
Figure 4: Évaluation du potentiel de génération d'acide et classement des matériaux (tiré du guide de caractérisation des résidus miniers et du minerai, Québec, 2020) .....	19
Figure 5: Rapport NP/AP (calculé sur la base de la teneur en carbonate des échantillons) en fonction de la teneur en soufre oxydable des échantillons de déblais analysées dans le cadre de ces deux études. La ligne rouge correspond au rapport NP/AP = 4, en dessous de laquelle un échantillon est potentiellement acidogène, selon Bouzahzah et al., 2015. La ligne bleue correspond à la valeur limite basse de 0,1% sulfure selon la décision n°2009/359/CE du 30/04/09. ....	22
Figure 6 : Recommandation de schéma décisionnel pour orienter la caractérisation des déblais provenant des chantiers du Grand Paris Express.....	28

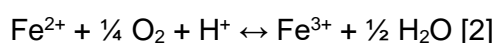


## 1. Introduction

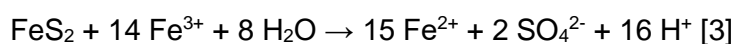
Les chantiers du Grand Paris Express génèrent actuellement une quantité importante de déblais, à la fois en raison des terrassements en surface visant à mettre en place les gares ou les infrastructures connexes, que des creusements par tunnelier des futures lignes du nouveau métro. Dans ce contexte, certaines formations géologiques particulières, possédant une proportion importante en minéraux sulfurés, peuvent être excavées. Une des spécificités de ces minéraux sulfurés – dont la principale espèce est la pyrite (sulfure de fer de formule  $\text{FeS}_2$ ) – est qu'ils peuvent s'oxyder au contact de l'air atmosphérique et en présence d'eau, conduisant à l'acidification du milieu environnant. Cette réaction, bien connue dans le domaine de l'industrie extractive et des mines, est celle du drainage acide (Lowson, 1982). Dans le cas de la pyrite, la réaction principale d'oxydation débute, en présence d'air et d'eau, de la manière suivante :



Le Fe(II) est ensuite oxydé en Fe(III) selon la réaction :



La réaction [2] est considérée comme l'étape limitante de l'oxydation de la pyrite, et dépend du pH. En conditions acides (pH en dessous de 5), la réaction est catalysée par des bactéries oxydantes acidophiles, qui peuvent accélérer la cinétique de la réaction (Blowes *et al.*, 2007 ; Singer et Stumm, 1970). La dernière réaction fait intervenir l'oxydation de la pyrite par le Fe(III) généré au cours de la réaction [2] :



Ces réactions, qui libèrent dans l'environnement de l'acidité et des ions sulfates, peuvent s'accompagner en outre d'une mobilisation d'éléments-traces métalliques (ETM), initialement associés à la pyrite.

En condition anaérobie, ou en l'absence d'eau, la réaction d'oxydation n'a pas lieu. Par contre, à partir du moment où des matériaux géologiques contenant de la pyrite sont excavés et exposés aux conditions météoriques, ils peuvent très rapidement s'acidifier. On parle ainsi de matériaux « acidogènes » lorsqu'ils présentent un tel potentiel d'acidification.

Certains chantiers du Grand Paris Express sont actuellement confrontés à l'excavation de déblais contenant des minéraux sulfurés. Or, une fois excavés, ces déblais sont entreposés en surface, à l'air libre, que ce soit dans le contexte de leur valorisation (réaménagement de carrières, projets d'aménagement) ou de stockage en installation de stockage de déchets. Même si ces déblais sont actuellement tous gérés selon les conditions d'acceptation en installation de stockage de déchets inertes (arrêté du 12/12/2014), cette grille de lecture ne permet pas de prédire leur caractère acidogène. Une caractérisation de ce potentiel acidogène est pourtant nécessaire, afin d'orienter ces matériaux vers les filières adaptées, et si besoin de les traiter avant stockage.

Les méthodes de caractérisation des matériaux géologiques acidogènes sont connues et bien maîtrisées (Bouzahzah *et al.*, 2015 ; UQAT, 2015). Ces méthodes se composent généralement d'essais statiques de prédiction, qui visent à comparer le potentiel d'acidification d'un matériau à son potentiel de neutralisation, et d'essais cinétiques, qui permettent d'évaluer le comportement à long-terme du matériau testé. Cependant, ces méthodes peuvent prendre du temps, et dans

certain cas une caractérisation rapide peut être envisagée, sur la base d'une analyse du seul paramètre soufre, afin de savoir si la mise en place de ces essais est nécessaire, ou si les teneurs en soufre sont suffisamment basses pour que le matériau soit non acidogène. Par ailleurs, en amont d'une telle caractérisation, le contexte géologique est important à prendre en compte, afin d'identifier les formations qui potentiellement pourraient générer des phénomènes de drainage acide.

Le présent rapport vise à détailler dans un premier temps le **contexte géologique des formations du bassin de Paris contenant des sulfures dans l'aire des chantiers du Grand Paris Express**, puis de proposer des **valeurs limites en soufre** qui seraient adaptées pour évaluer en première approche le caractère acidogène ou non des déblais provenant des chantiers du Grand Paris Express. Ces valeurs limites seront établies sur la base d'une revue de littérature nationale et internationale, associée à une étude critique de données de caractérisation de déblais contenant des sulfures mises à disposition du BRGM par certains acteurs des chantiers du Grand Paris Express.



## 2. Contexte géologique : les formations contenant (ou non) des sulfures dans l'aire du Grand Paris Express

Les lignes du Grand Paris Express (GPE) sont toutes situées dans l'aire représentée sur la carte géologique simplifiée de Paris et ses environs, récemment parue (Charles *et al.*, 2020, Figure 1). Les terrains sédimentaires concernés se sont déposés dans des milieux continentaux, lagunaires ou marins peu profonds.

Les conditions les plus propices à la formation de sulfures (en grande majorité la pyrite) dans ce contexte sédimentaire sont :

- En premier lieu les milieux de dépôt réducteurs, acides et riches en matière organique, celle-ci se présentant dans les sédiments sous forme grossière (arbres, branchages, feuilles), particulière (débris végétaux) ou microparticulaire, voire amorphe. Ces milieux sont par exemple les marécages côtiers ou continentaux (lacs avec eaux stratifiées), les chenaux fluviaux abandonnés et bras morts de rivières avec de la matière organique et des particules fines, argiles essentiellement, qui décantent et colmatent le chenal, les dépôts fluviaux, estuariens, tidaux (soumis à l'influence des marées), côtiers et marins peu profonds riches en matière organique apportée par des crues, dans une matrice sédimentaire détritique : sableuse, silteuse, argileuse ou un mélange de ces trois classes granulométriques. Ces milieux de dépôt sont également parfois riches en carcasses d'animaux (notamment de vertébrés, mammifères, tortues, crocodiles, par exemple), qui d'une manière ou d'une autre se sont décomposées après le dépôt, mais dont on retrouve souvent les squelettes ou les carapaces entièrement pyritisés.
- En second lieu les terrains qui restent en conditions réductrices longtemps après le dépôt, lors de la diagenèse, puis de l'enfouissement des sédiments, et qui ne sont jamais soumis à des conditions oxydantes, condition essentielle pour assurer la préservation des sulfures. Dès lors que des argiles suffisamment épaisses et imperméables viennent sceller ces sédiments, elles peuvent aider à leur préservation face aux circulations de fluides météoriques *per descensum*.

Les sédiments de la zone du GPE ont par la suite été plus ou moins transformés au cours des épisodes de l'histoire géologique qui se sont succédés, dont plusieurs phases de déformation tectonique, d'érosion, d'altération sous des conditions climatiques différentes de l'actuelle et de circulation de fluides d'origine météorique. La zone du GPE ne s'est pas comportée de manière uniforme partout : certains secteurs ont été soulevés (au droit des anticlinaux comme celui de Beynes-Meudon), amenant certaines couches à la surface et les soumettant à l'érosion (physique) ou l'altération (chimique), tandis que d'autres secteurs ont été affaissés ou sont restés stables, préservant les couches sédimentaires de l'érosion ou l'altération en conditions supergènes.

Les couches sédimentaires qui résultent aujourd'hui de cette évolution géologique durant les 80 derniers millions d'années sont listées dans l'ordre stratigraphique sur la légende de la carte géologique simplifiée (Figure 2). La géométrie actuelle de ces couches est schématisée sur la coupe qui complète la carte et la légende (Figure 3).

La probabilité des occurrences de sulfures (essentiellement sous forme de pyrite) et leur potentiel à être mobilisés dans ces terrains sédimentaires sont représentées par des symboles d'étoile selon une légende à deux entrées sur les Figures 2 et 3.

Les étoiles sont figurées sous trois tailles, censées correspondre à une probabilité d'occurrence plus ou moins élevée :

- Grande, l'occurrence est très courante,
- Moyenne, elle est moyennement courante,
- Petite, l'occurrence est très occasionnelle.
- L'absence d'étoile dans un caisson de la légende ou une couche sédimentaire de la coupe signifie que l'occurrence de pyrite en leur sein est *a priori* nulle d'après les connaissances géologiques actuelles,
  - o Soit parce que ces terrains sont très superficiels et oxydés (s'ils ont recelé de la pyrite, elle a disparu par altération météorique, en premier lieu par oxydation),
  - o Soit parce qu'il s'agit de sédiments déposés dans des conditions non propices à la formation de pyrite lors du dépôt ou à sa préservation lors de la diagenèse (calcaires lacustres ou marins déposés en conditions oxydantes et de teinte très claire généralement).

Les étoiles sont également figurées sous trois couleurs, qui indiquent le potentiel de la pyrite à être mobilisée dans ces terrains :

- Rouge, la pyrite est *a priori* très facilement mobilisable, par exemple dans des sables meubles (non cimentés) ou au sein de lits interstratifiés dans une roche très soluble comme par exemple le gypse,
- Orange, la pyrite est *a priori* moyennement mobilisable, par exemple dans une argile ou une marne peu indurée,
- Jaune, la pyrite est *a priori* très peu mobilisable, par exemple disséminée dans une roche calcaire cimentée.

Les connaissances géologiques synthétiques actuelles de la zone d'étude permettent de proposer la liste suivante des terrains (dans chaque cas du bas vers le haut de la série) :

- *a priori* porteurs de pyrite :
  - o Plusieurs lits d'argile très organique au sein des Marnes (lacustres) de Meudon (Dano-Montien), notamment vers Nanterre,
  - o Les faciès sparnaciens et plus particulièrement le Cendrier de Paris (terrain ligniteux riche en fossiles pyritisés, notamment de vertébrés), le Conglomérat de Meudon, les Marnes à Rognons, l'Argile plastique (dans son faciès organique et réduit : gris foncé à noire), les chenaux de sable souvent grossier et sombre, riche en matière organique au sein de l'Argile plastique, les lits de lignite au sein des Fausses Glaises et des Sables supérieurs, les sables sombres et ligniteux généralement attribués au Cuisien littoral (Sables d'Auteuil, Sables supérieurs, Yprésien),
  - o Pour le Lutétien, la glauconie de base et dans une moindre mesure certains lits argileux organiques au sein du Calcaire Grossier et des Marnes et Caillasses,
  - o Pour le Bartonien, les lits plus argileux et sombres à la base des Sables d'Auvers et de Beauchamp ou dans le Calcaire de Saint Ouen, éventuellement dans les faciès plus argileux de milieu restreint des Sables de Montceau,

- Pour le Priabonien, les Marnes à *Pholadomya* et des lits organiques au sein des marnes intragypseuses (entre les bancs de gypse) et supragypseuses (au-dessus du gypse, dont les Marnes blanche de Pantin et bleue d'Argenteuil),
  - Pour le Rupélien, l'Argile verte de Romainville sannoisienne et quelquefois des passées organiques sombres dans la partie inférieure des Sables de Fontainebleau stampiens,
  - De manière locale et très occasionnelle quelques passées argileuses et très organiques (tourbeuses ?) des alluvions récentes.
- *a priori* non porteurs de pyrite :
- La craie saine et la craie altérée à son toit,
  - Le Calcaire pisolithique et les calcaires et Marnes de Meudon dans leur grande majorité, hormis les lits argileux organiques cités au-dessus,
  - L'Argile plastique dans son faciès rouge et/ou bariolé (la pyrite éventuellement présente au moment du dépôt y a subi une oxydation très marquée dans des paléosols superposés, sous un climat tropical à saisons contrastées, comme en témoignent les nodules d'hématite centimétriques que l'on y trouve),
  - La grande majorité des terrains lutétiens (Calcaire Grossier et Marnes et Caillasses), hormis les lits argileux organiques cités au-dessus,
  - Le Calcaire de Saint Ouen (Bartonien), le Calcaire de Champigny, les bancs de gypse et la grande majorité des Marnes intra et supra -gypseuses (Priabonien), hormis les lits argileux organiques cités au-dessus,
  - Le Calcaire de Sannois, le Calcaire de Brie, les Marnes à Huîtres et la grande majorité des Sables de Fontainebleau du Rupélien, hormis les sables organiques sombres cités au-dessus,
  - Les Grès de Fontainebleau, les vestiges de Calcaire d'Etampes, les Altérites à meulière et les Sables de Lozère, altérés ou oxydés en très grande majorité sur la zone du Grand Paris Express,
  - Les alluvions anciennes, les limons des plateaux, les rares éboulis, les formations de versant et les colluvions.
- où l'occurrence de pyrite est éventuellement possible, mais reste à vérifier :
- certains faciès littoraux ou transgressifs locaux dans toute la série paléogène,
  - certaines alluvions ou colluvions qui auraient pu remanier les terrains sparnaciens ou autres riches en pyrite et restées sous couverture épaisse ou argileuse (non oxydées après leur dépôt),
  - les remblais mal connus : dans la plupart des cas, le simple examen visuel des remblais observés à une profondeur susceptible d'être atteinte par les travaux des tunneliers permet de se rendre compte qu'il s'agit de terrains géologiques déplacés, issus de divers travaux d'aménagement qui remplissent d'anciennes carrières souterraines.

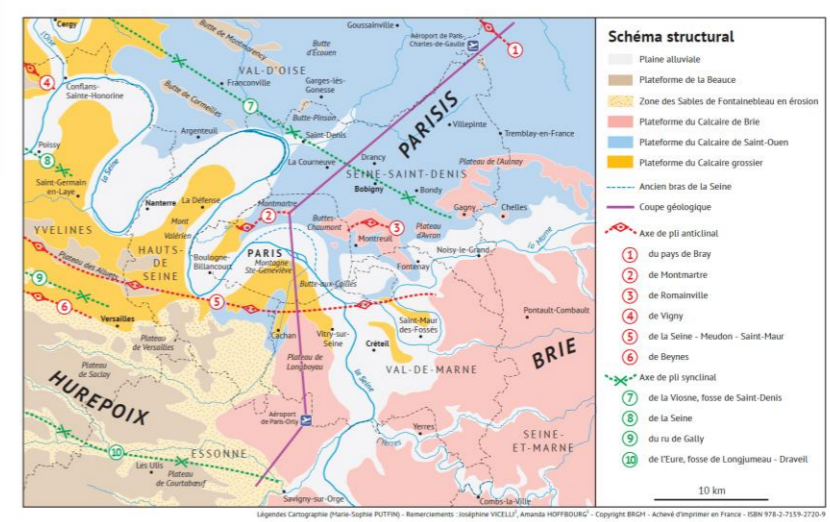
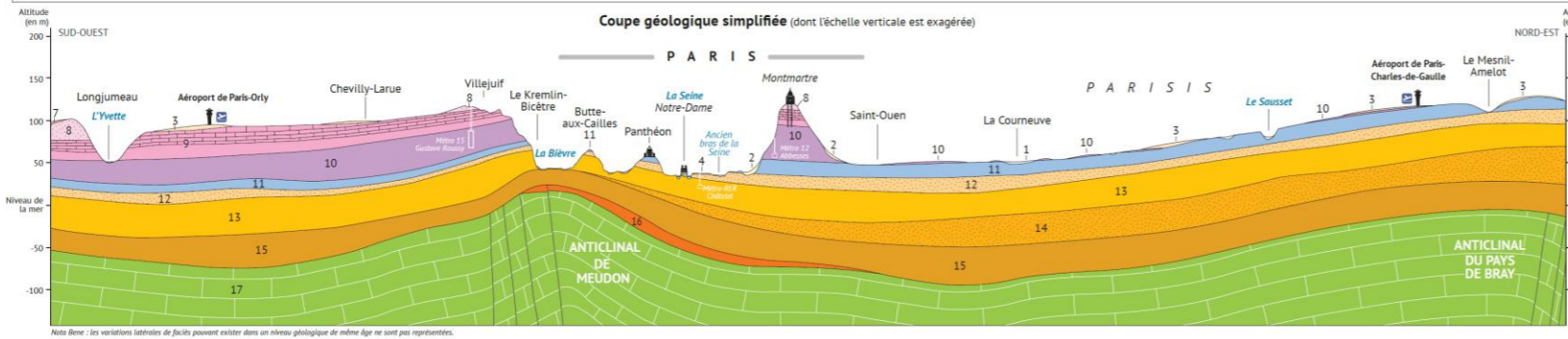
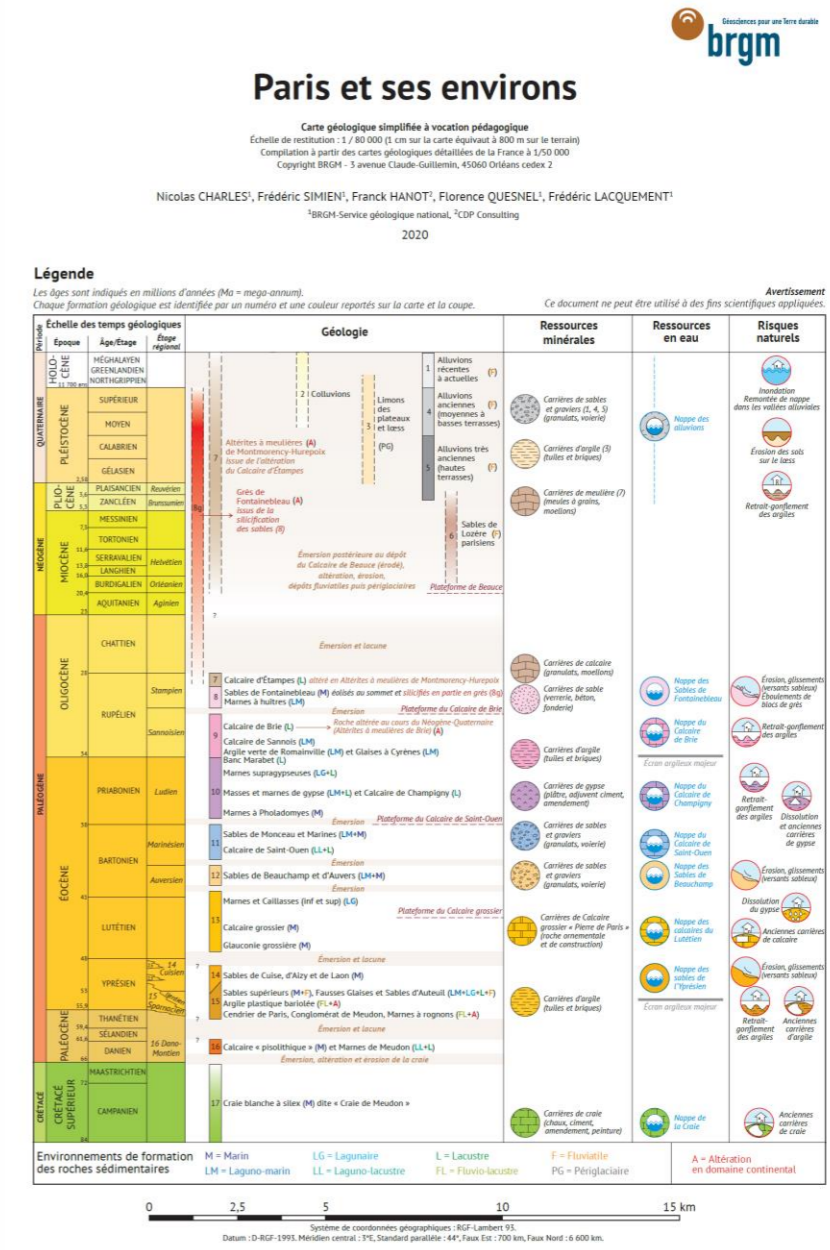
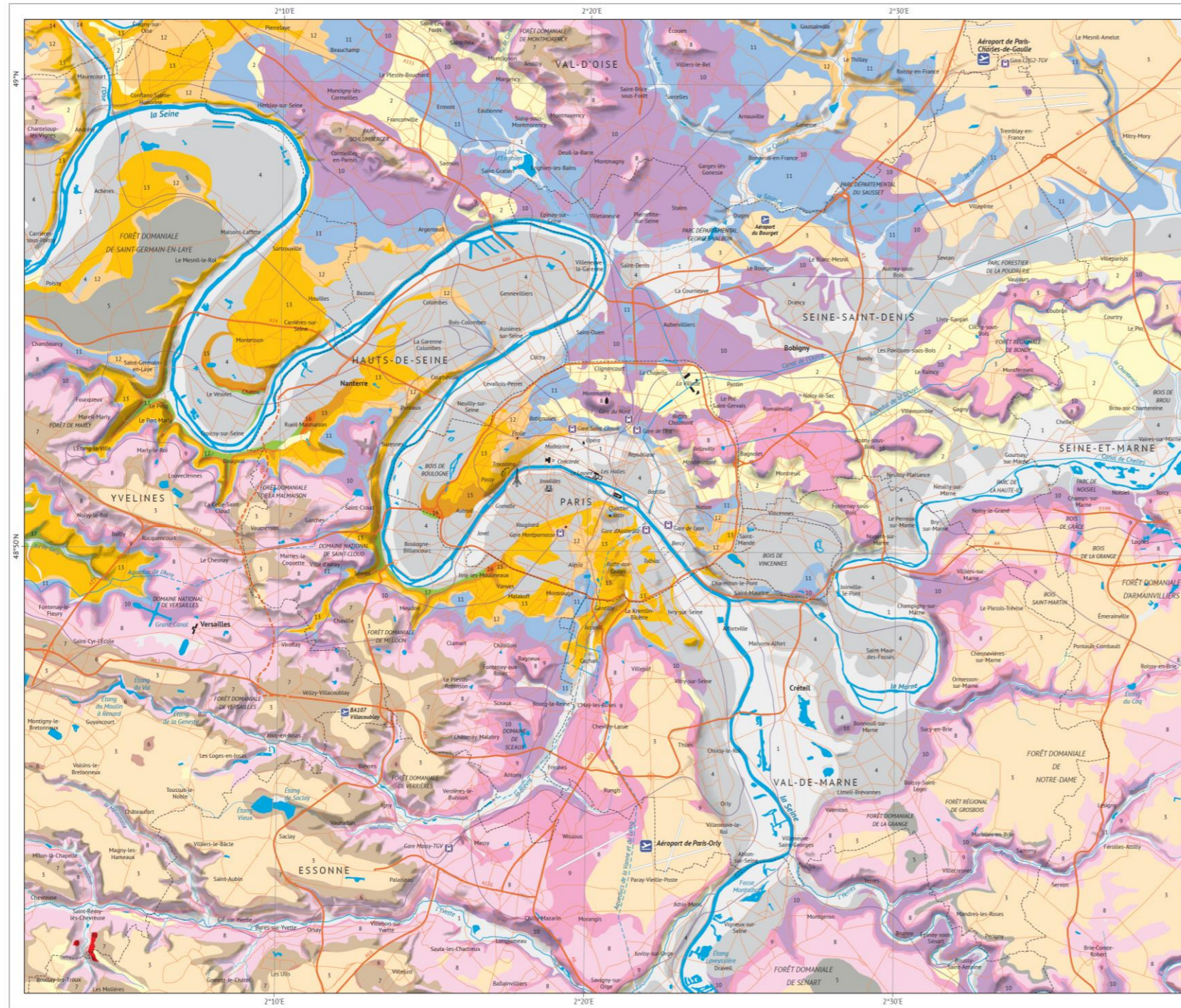
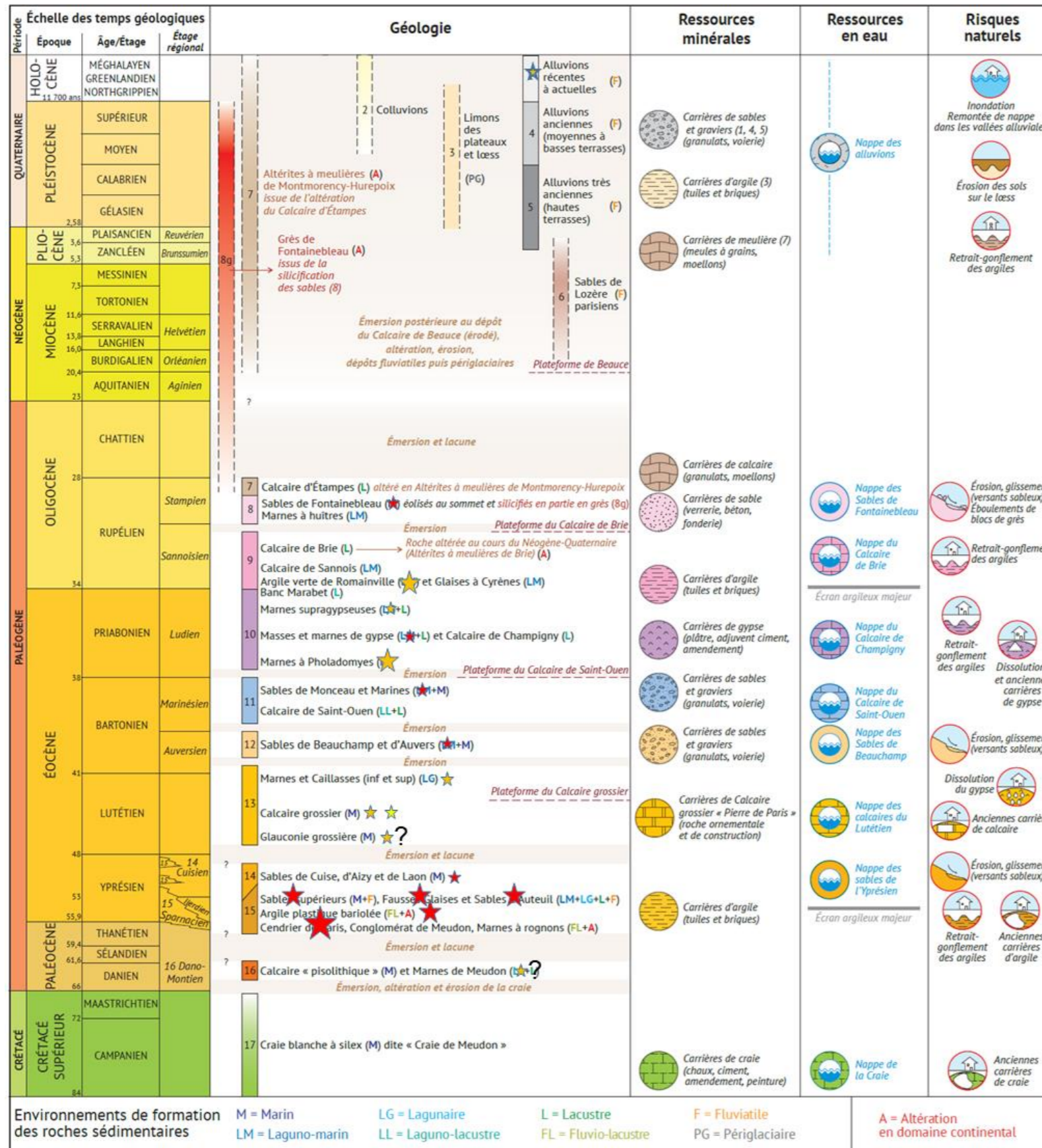


Figure 1 : Carte géologique simplifiée à vocation pédagogique "Paris et ses environs" (Charles et al, 2020)



- ☆ très courante
- ☆ moyennement courante
- ☆ très occasionnelle
- a priori facilement mobilisable (dans sable non cimenté ou en lit interstratifié dans roche très soluble)
- a priori moyennement mobilisable (dans argile ou marne peu indurée)
- a priori peu mobilisable (disséminée dans roche calcaire cimentée)

Figure 2 : Légende générale de la carte géologique simplifiée "Paris et ses environs" (Charles et al, 2020), probabilité de présence et potentiel de mobilisation des occurrences pyriteuses dans les unités lithostratigraphiques de la zone d'étude (de la craie crétacée aux alluvions, colluvions et limons des plateaux quaternaires)

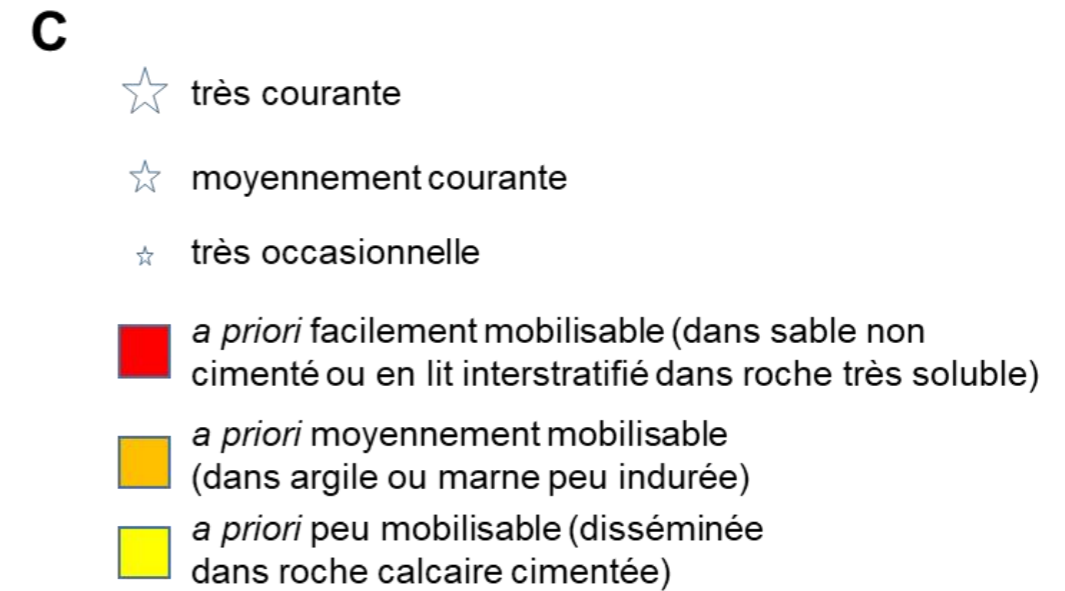
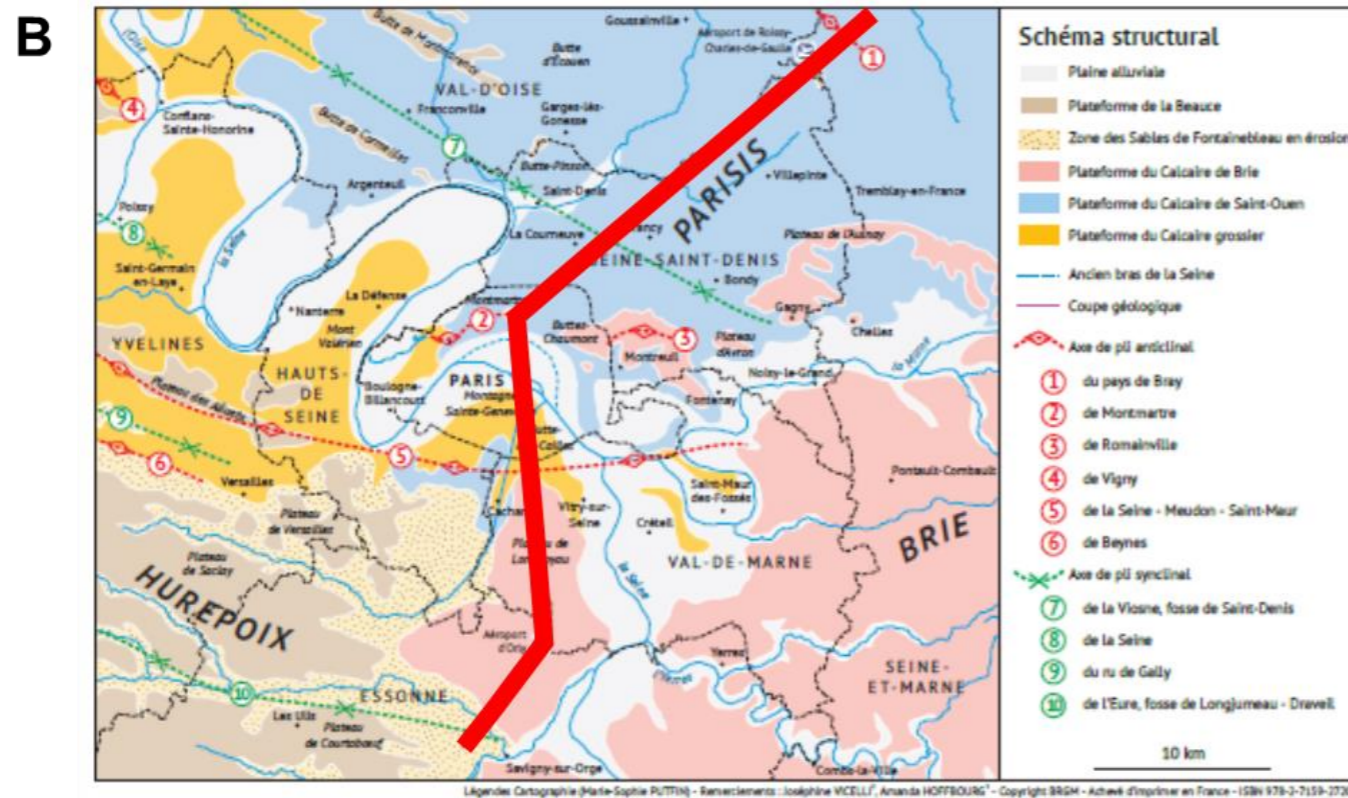
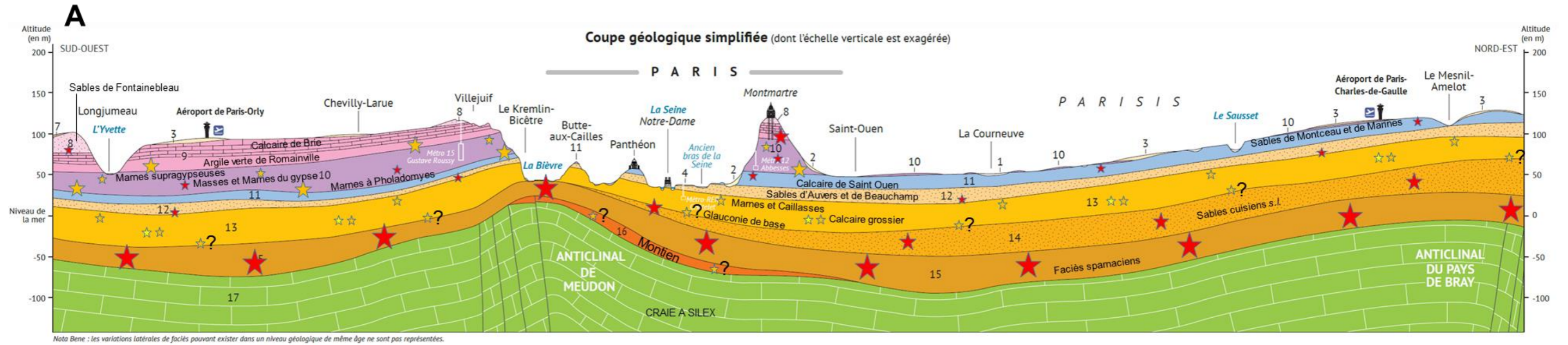


Figure 3 : A – Coupe géologique traversant la carte géologique simplifiée "Paris et ses environs" (Charles et al, 2020) selon le tracé figuré en rouge (grosso modo de Roissy à Orly) sur le schéma structural en B et C – probabilité de présence et potentiel de mobilisation des occurrences pyriteuses dans les unités lithostratigraphiques représentées par les couches géologiques de la coupe

### 3. Etat de l'Art – valeurs limites réglementaires ou méthodologiques sur le soufre existant en France et à l'étranger

La détermination du caractère inerte des déchets du BTP (dont les déblais de chantier), et plus généralement les conditions d'admission de ces déchets en Installation de Stockage de Déchets Inertes (ISDI), sont actuellement régies par l'arrêté ministériel du 12/12/2014. Or, **il n'existe pas de valeur limite sur le soufre, destinée à classer un déchet comme potentiellement acidogène selon cette réglementation**. Actuellement, les seules prescriptions sur le soufre vis-à-vis du potentiel d'acidification d'un déchet minéral proviennent de la **réglementation sur les déchets de l'industrie extractive**. Cette réglementation est évaluée en détail ci-après, dans un premier temps au niveau européen et français, avant de comparer les valeurs limites nationales et européennes existantes à celles définies à l'étranger (cas du Québec).

#### 3.1. LA REGLEMENTATION EUROPEENNE

Au niveau Européen, la **gestion des déchets l'industrie extractive** est encadrée par la directive n°2006/21/CE du 15/03/06. Cette directive propose notamment une définition des « **déchets inertes** » (article 3, §3), qui est la suivante : « [...] *déchets qui ne subissent aucune modification physique, chimique ou biologique importante. Les déchets inertes ne se décomposent pas, ne brûlent pas et ne produisent aucune autre réaction physique ou chimique, ne sont pas biodégradables et ne détériorent pas d'autres matières avec lesquelles ils entrent en contact, d'une manière susceptible d'entraîner une pollution de l'environnement ou de nuire à la santé humaine. La production totale de lixiviats et la teneur des déchets en polluants ainsi que l'écotoxicité des lixiviats doivent être négligeables et, en particulier, ne doivent pas porter atteinte à la qualité des eaux de surface et/ou des eaux souterraines.* »

Afin de préciser et de compléter cette définition, une série de 5 critères à respecter a été mise en place dans la décision n°2009/359/CE du 30/04/09, pour vérifier le caractère inerte d'un déchet de l'industrie extractive. Ces critères sont listés dans l'article 1, §1 de cette décision :

« *Sont considérés comme déchets inertes, au sens de l'article 3, paragraphe 3, de la directive 2006/21/CE, les déchets répondant, à court terme comme à long terme, à l'ensemble des critères suivants:*

*a) les déchets ne sont susceptibles de subir aucune désintégration ou dissolution significative, ni aucune autre modification significative, de nature à produire des effets néfastes sur l'environnement ou la santé humaine;*

*b) les déchets présentent une teneur maximale en soufre sous forme de sulfure de 0,1 %, ou les déchets présentent une teneur maximale en soufre sous forme de sulfure de 1 % et le ratio de neutralisation, défini comme le rapport du potentiel de neutralisation au potentiel de génération d'acide et déterminé au moyen d'un essai statique prEN 15875, est supérieur à 3;*

*c) les déchets ne présentent aucun risque d'autocombustion et ne sont pas inflammables;*

*d) la teneur des déchets, y compris celle des particules fines isolées, en substances potentiellement dangereuses pour l'environnement ou la santé humaine, et particulièrement en*

*As, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mo, Ni, Pb, V et Zn, est suffisamment faible pour que le risque soit négligeable pour la santé humaine et pour l'environnement, tant à court terme qu'à long terme. Sont considérées à cet égard comme suffisamment faibles pour que le risque soit négligeable pour la santé humaine et pour l'environnement les teneurs ne dépassant pas les seuils fixés au niveau national pour les sites considérés comme non pollués, ou les niveaux de fond naturels nationaux pertinents;*

*e) les déchets sont pratiquement exempts de produits, utilisés pour l'extraction ou pour le traitement, qui sont susceptibles de nuire à l'environnement ou à la santé humaine. »*

Le critère b) propose ainsi **des valeurs limites sur le soufre (soufre sous forme de sulfure), qui permettent, sous réserve que les 4 autres critères soient respectés, de classer un déchet comme inerte ou non.** Il est bien précisé dans cette décision (article 1<sup>er</sup>, §2) que ces 5 critères ne doivent pas être systématiquement vérifiés à l'aide d'essais spécifiques, mais qu'ils doivent être *a minima* considérés, sur la base d'informations existantes, ou de procédures, ou de schémas validés. Enfin, l'article 1<sup>er</sup>, §3 de cette décision précise qu'il revient aux États membres de dresser des listes des déchets susceptibles d'être considérés comme inertes au regard de ces critères.

### **3.2. LA REGLEMENTATION FRANÇAISE**

En France, ces 5 critères ont été repris dans l'arrêté du 5 mai 2010 modifiant l'arrêté du 22 septembre 1994 relatif aux exploitations de carrières et aux installations de premier traitement des matériaux de carrières (annexe I de cet arrêté). De plus, la circulaire du 22/08/11 vient préciser comment ces critères doivent être appliqués. Ainsi, le critère b) proposé dans la décision n°2009/359/CE du 30/04/09 est repris tel quel au §II de cette circulaire (en devenant le critère B), mais des paragraphes sont ajoutés à la suite, qui viennent préciser les essais à mettre en œuvre, en cas de faible teneur en sulfures de certains matériaux :

*« Les déchets présentent une teneur maximale en soufre sous forme de sulfure de 0,1 %, ou les déchets présentent une teneur maximale en soufre sous forme de sulfure de 1 % et le ratio de neutralisation, défini comme le rapport du potentiel de neutralisation au potentiel de génération d'acide et déterminé au moyen d'un essai statique prEN 15875, est supérieur à 3.*

*Compte tenu de la faible teneur en sulfure des matériaux extraits, pour les roches magmatiques et métamorphiques, l'utilisation de l'essai normalisé peut poser des difficultés techniques, y compris pour vérifier le potentiel de neutralisation.*

*L'évaluation du risque « sulfure » pourra s'effectuer, en substitution au test normalisé, par un autre essai du type « eau oxygénée » (essai de production acide net : Net Acid Production Test) ou « paste test » (essai dit de pâte), ou d'autres essais pouvant s'avérer pertinents, afin de déterminer le potentiel net de neutralisation. »*

De la même manière que pour la réglementation européenne, il est bien précisé que la vérification de ces 5 critères appartient à l'exploitant, soit en fournissant des données existantes sur les matériaux en question, soit par la réalisation d'une caractérisation. En outre, et en conformité avec la réglementation européenne, la circulaire du 22/08/11 propose en annexe une liste de



matériaux pour lesquels **cette vérification au cas par cas n'est pas nécessaire**. Cette liste couvre une large gamme de déchets provenant de l'exploitation de différents types de carrières. **Des restrictions** sont par contre bien mentionnées dans cette annexe, dès lors qu'un drainage acide est constaté, ou **pour certains déchets provenant de zones minéralisées, qui nécessitent une expertise géologique et éventuellement une caractérisation de leur teneur en sulfures**.

### 3.3. VALEURS LIMITES EXISTANT A L'ETRANGER

Dans certains pays possédant une industrie minière en activité, la problématique du drainage minier acide lié à l'oxydation des sulfures dans les résidus miniers est prépondérante. Ainsi, ces pays ont mis en place des protocoles spécifiques pour évaluer si ces déchets d'extraction peuvent être potentiellement acidogènes. Cette problématique étant identique à celle abordée dans le présent rapport, l'examen de ces protocoles présente ici un intérêt certain.

Au Québec, la Directive 019 sur l'industrie minière est l'outil couramment utilisé pour l'analyse des projets miniers exigeant la délivrance d'un certificat d'autorisation en vertu de la Loi sur la qualité de l'environnement. Dans la version de 2012 de ce document, l'annexe II définit les caractéristiques des **résidus miniers acidogènes** :

*« Il s'agit de résidus miniers contenant du soufre ( $S_{total}$ ) en quantité supérieure à 0,3 % et dont le potentiel de génération acide a été confirmé par des essais de prévision statiques, en répondant à au moins une des deux conditions suivantes :*

- *le potentiel net de neutralisation (PNN) d'acide est inférieur à 20 kg  $CaCO_3$ /tonne de résidus;*
- *le rapport du potentiel de neutralisation d'acide sur le potentiel de génération d'acide (PN/PA) est inférieur à 3.*

*Des essais de prévision cinétiques peuvent aussi être réalisés pour confirmer ou infirmer le caractère acidogène obtenu à la suite des résultats des essais de prévision statiques qui ont été réalisés. »*

En 2020, le ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec a mis en place un guide, à destination des différents acteurs, visant à fournir des recommandations sur les modalités de caractérisation géochimique et environnementale des résidus miniers et du minerai. Notamment, il est bien précisé dans ce guide que *« cette caractérisation vise à prédire le potentiel de contamination et à procéder au classement des différents matériaux miniers, en fonction des risques environnementaux anticipés »*.

Ce guide propose notamment un protocole pour évaluer le potentiel de génération d'acide des matériaux miniers, sur la base du diagramme décisionnel présenté en Figure 4. Par rapport à ce protocole, il est précisé que *« les matériaux miniers caractérisés par de très faibles teneurs en soufre, [...] ( $S_{total} < 0,04$  %), ne sont pas susceptibles de générer du drainage minier acide. Les matériaux dont la teneur en  $S_{total}$  ne dépasse pas 0,04 % peuvent être classés comme étant non acidogènes sans procéder aux essais supplémentaires. »*

La valeur limite basse est ainsi établie en soufre total, mais cependant, il est par ailleurs mentionné dans ce guide que « *lorsque l'analyse minéralogique confirme la présence de sulfates primaires ou de sulfates générés lors du procédé de traitement du minerai qui ne sont pas susceptibles de contribuer à la génération d'acide, les teneurs en soufre sulfate peuvent être déduites des valeurs de  $S_{total}$ .* ».

La valeur limite basse retenue dans ce guide ( $S_{total} < 0,04\%$ ) est donc inférieure à celle proposée dans la Directive 019 sur l'industrie minière ( $S_{total} < 0,3\%$ ). Sur ce point, des pistes de réflexions sont proposées dans la revue de littérature qui a été élaborée par l'Université du Québec en Abitibi Témiscamingue (UQAT) à la demande du ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, en préalable à l'établissement du guide (UQAT, 2015). Dans ce document, il est précisé que « *[...] cette limite de 0,3 % a été proposée sur une statistique (très faibles probabilités de génération de drainage minier acide à ces teneurs), mais certaines exceptions sont possibles (par exemple, voir le cas de la mine Diavik [...])* ». Ainsi, la valeur en  $S_{total}$  de 0,04 % proposée dans le guide a été établie sur la base de la connaissance du potentiel de génération d'acide des stériles miniers de la mine Diavik, dans les Territoires du Nord-Ouest, au Canada (Smith *et al.*, 2013). Cependant, on notera que la revue de littérature réalisée par l'UQAT ne statue pas sur la mise en place de telle ou telle valeur seuil sur le soufre. Il faut plutôt retenir de ce document que **le potentiel de génération d'acide d'un résidu minier est dépendant de chaque situation rencontrée sur le terrain** (potentiel de libération des sulfures, capacité tampon, *etc.*). Cette approche au cas par cas rejoint celle adoptée par l'Australie, autre grand pays minier, où les valeurs seuils génériques en soufre sont absentes de la démarche générale de caractérisation des résidus miniers, et où seule une démarche basée sur des études au cas par cas est admise (Australian Government, 2016).

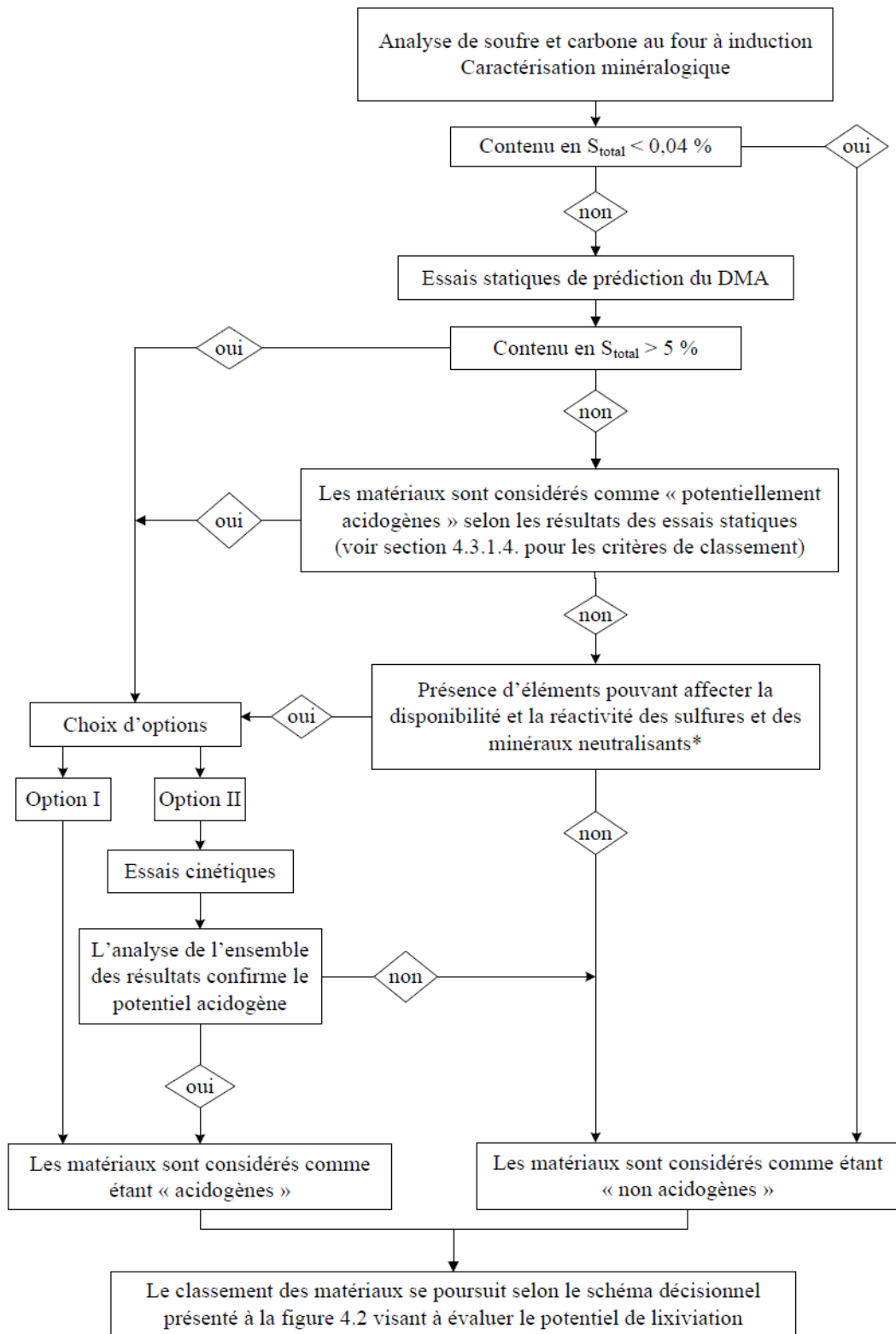


Figure 4: Évaluation du potentiel de génération d'acide et classement des matériaux (tiré du guide de caractérisation des résidus miniers et du minerai, Québec, 2020)

### 3.4. SYNTHÈSE DES VALEURS LIMITES RECENSEES DANS LE CADRE DE CETTE ETUDE

Les valeurs limites recensées dans le cadre de cette revue de littérature sont résumées dans le Tableau 1. A noter que la plupart de ces approches propose un jeu de deux valeurs limites : une valeur limite basse, en dessous de laquelle on considère qu'un déchet de l'industrie extractive ne sera pas acidogène, et une valeur limite haute au-delà de laquelle ce déchet sera considéré comme *de facto* acidogène ou avec une probabilité assez forte de générer un drainage acide. Entre ces deux valeurs, des essais spécifiques doivent être mis en œuvre afin d'évaluer plus précisément le potentiel d'acidification du déchet. Par ailleurs, on notera qu'aucune de ces approches ne considère le risque de relargage de sulfates à long terme suite à l'oxydation des sulfures.

Tableau 1 : Synthèse des valeurs limites recensées dans le cadre de cette étude

Paramètre analysé	Valeur limite basse	Valeur limite haute	Pays/Région	Référence
Soufre sous forme de sulfure	0,1 %	1 %*	Europe, France	Décision n°2009/359/CE du 30/04/09
Soufre total	0,3 %	-	Québec	Directive 019 sur l'industrie minière
Soufre total (possibilité de déduire le soufre sulfate sous réserve d'une justification suffisante)	0,04 %	5 %	Québec	Guide de caractérisation des résidus miniers et du minéral

\*entre 0,1 % et 1 % de sulfure, une condition supplémentaire doit être vérifiée : le rapport du potentiel de neutralisation au potentiel de génération d'acide est supérieur à 3.

## 4. Etude critique de données de caractérisation de déblais contenant des sulfures provenant des chantiers du Grand Paris Express

Le chapitre précédent a mis en évidence que le caractère acidogène d'un matériau géologique est dépendant de ses caractéristiques chimiques et minéralogiques, qui vont au-delà de la simple analyse du soufre. Même si des valeurs limites génériques assez basses ont été mises en place sur le soufre pour classer un déchet comme non acidogène, il est important d'envisager le contexte local d'un matériau géologique donné. Pour cela, il convient d'étudier en détail les déblais évacués des chantiers du Grand Paris Express et provenant des formations géologiques potentiellement riches en sulfures.

Le ministère de la Transition Ecologique (MTE) a fait un appel à certains acteurs des chantiers du Grand Paris Express pour qu'ils proposent des études sur lesquelles l'administration pourrait se baser afin (i) d'évaluer le caractère acidogène des déblais, (ii) d'évaluer le relargage potentiel en éléments-traces métalliques et sels solubles associé à leur acidification et (iii), et de définir un traitement potentiel de ces déblais. A ce jour, les seules études mises à disposition du MTE sont les deux études réalisées par BURGEAP et PROVADEMSE pour le compte de la société Lafarge Holcim (BURGEAP, 2021 ; PROVADEMSE, 2021). Ce sont les données issues de ces études qui sont exploitées ci-après.

### 4.1. ETUDE DU POTENTIEL ACIDOGENE DES DEBLAIS EN FONCTION DE LEUR TENEUR EN SOUFRE

Les deux études réalisées portent sur des déblais provenant du chantier EOLE et stockés après excavation sur le site de Sandrancourt (carrière Lafarge située à Saint-Martin La Garenne, 78). L'échantillonnage a été effectué alors que les déblais étaient déjà stockés depuis plusieurs semaines/mois sur le site de Sandrancourt. Il n'est donc pas possible de connaître la localisation initiale de ces matériaux, même si le rapport précise que tous les échantillons proviennent des formations « Fausse Glaise » ou « Sable de Cuise », soit donc deux formations contenant potentiellement de la pyrite facilement mobilisable (voir chapitre 2 ci-dessus).

Les échantillons ont été caractérisés selon la norme NF EN 15875, afin d'évaluer leur potentiel d'acidification (« acidification potential » AP) et de neutralisation (« neutralisation potential » NP). Dans ces études, il a été décidé de retenir la teneur en **soufre oxydable en approximation de la teneur en sulfure** pour évaluer le potentiel d'acidification. En effet, même s'il existe plusieurs méthodes, normalisées ou non, de détermination directe de la teneur en sulfure (NF EN 15875 – annexe C ; NF EN 1744-1), ces techniques sont peu utilisées en routine. Or, la teneur en sulfure peut aussi être approchée par la mesure indirecte du soufre oxydable, c'est-à-dire du soufre total moins la teneur en sulfates solubles dans l'acide. Par contre, pour cette dernière technique, seule est acceptable la méthode de solubilisation des sulfates dans l'acide (par exemple, selon la norme NF EN 1744-1, §12), et non dans l'eau, car la solubilisation des sulfates risque d'être partielle dans ce dernier cas.

Dans ces études, le potentiel de neutralisation correspond à la teneur en carbonates ( $\text{CaCO}_3$ ) des échantillons. La norme NF EN 15875 préconise plutôt de mesurer le potentiel de neutralisation par titrage acido-basique. Cependant, les deux études BURGEAP et

PROVADEMSE (2021) ont montré que pour les matériaux étudiés ici, l'utilisation de la teneur en carbonates plutôt que les résultats du titrage acido-basique permettait d'obtenir au final des valeurs plus sécuritaires de ratio NP/AP. La pertinence de cette approche a été discutée dans le rapport BRGM/RP-70896-FR (Coussy, 2021), auquel le lecteur pourra utilement se référer.

Tous les échantillons analysés au cours de ces deux études ont été rassemblés en un seul graphique, qui précise le rapport du potentiel de neutralisation sur le potentiel d'acidification (NP/AP) en fonction de la teneur en soufre oxydable (Figure 5).

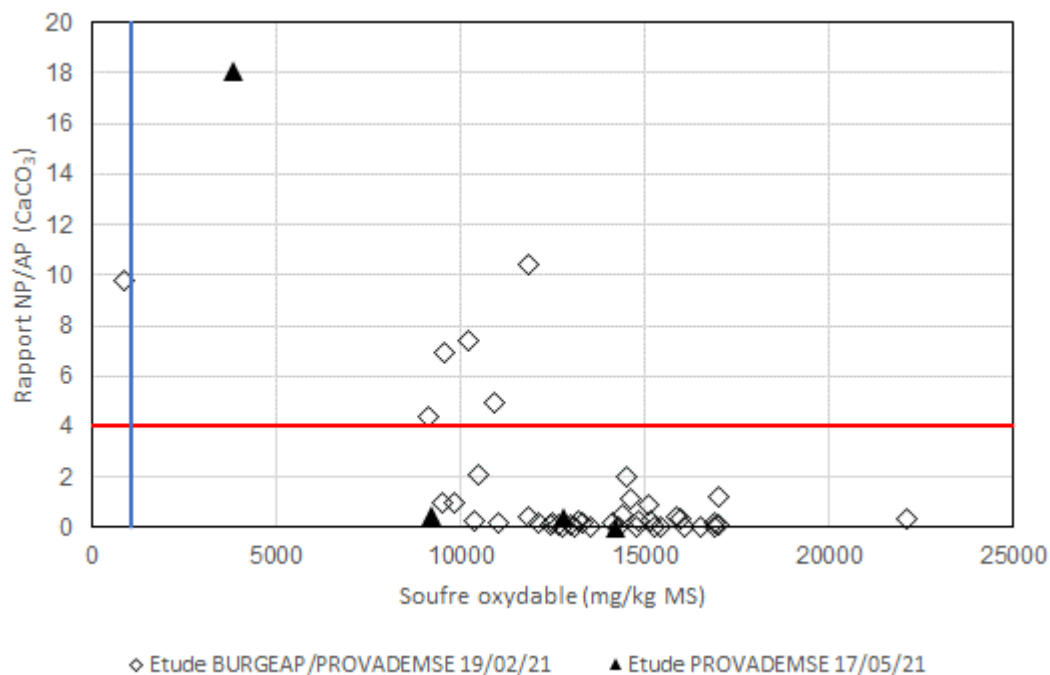


Figure 5: Rapport NP/AP (calculé sur la base de la teneur en carbonate des échantillons) en fonction de la teneur en soufre oxydable des échantillons de déblais analysés dans le cadre de ces deux études. La ligne rouge correspond au rapport NP/AP = 4, en dessous de laquelle un échantillon est potentiellement acidogène, selon Bouzahzah et al., 2015. La ligne bleue correspond à la valeur limite basse de 0,1% sulfure selon la décision n°2009/359/CE du 30/04/09.

Trois grands types de comportement sont visibles sur la Figure 5 :

- un comportement non acidogène de deux échantillons pour des teneurs de 849 et 3800 mg/kg MS de soufre oxydable respectivement, avec des rapports NP/AP très supérieurs à 4 ;
- un comportement varié pour les échantillons dont les teneurs sont comprises entre 9 200 et 12 000 mg/kg MS de soufre oxydable ;
- un comportement systématiquement acidogène au-delà de 12 000 mg/kg MS de soufre oxydable, avec des rapports NP/AP inférieurs à 2.

**La valeur limite basse en sulfure de 0,1% recensée dans la littérature (décision n°2009/359/CE du 30/04/09) est pertinente dans le contexte bien particulier de ces deux études.** Par ailleurs, sur le jeu de données provenant de ces deux études, l'écart entre les teneurs

obtenues en soufre total et celles obtenues en soufre oxydable est relativement limité (écart de 17% au maximum). **Ainsi, les valeurs limites basses de la littérature de 0,04 % et 0,3 % (guide de caractérisation des résidus miniers et du minerai et directive 019 sur l'industrie minière), exprimées en soufre total, sont là aussi adaptées dans ce contexte.**

Cependant, une étude complémentaire serait nécessaire, car la localisation précise de chacun de ces échantillons au sein des formations géologiques contenant des sulfures n'est pas connue (il n'est pas possible de savoir si ces échantillons sont représentatifs des formations géologiques concernées). De plus, le nombre d'échantillons présentant une teneur en soufre (total ou oxydable) inférieure à 0,1%, ou même 0,3%, n'est pas suffisant pour conclure sur l'absence de caractère acidogène en dessous de ces valeurs (un seul échantillon dans ce jeu de données possède une teneur en  $S_{\text{oxydable}} < 0,1\%$ ). Par contre, on notera l'importance de la double mesure  $S_{\text{oxydable}}$  et rapport NP/AP, pour toutes les valeurs supérieures à 0,1% de sulfure (soufre oxydable), afin de trancher sur le caractère acidogène ou non des déblais.

#### **4.2. ETUDE DU POTENTIEL DE RELARGAGE EN ELEMENTS-TRACES METALLIQUES ET SULFATES SUR LE LONG TERME**

En parallèle d'une potentielle acidification du milieu, les réactions d'oxydation des sulfures dans les déblais peuvent libérer des éléments-traces métalliques (ETM) et des sels solubles dans les eaux. Or, les conditions d'admission des déblais en installation de stockage de déchets inertes (ISDI), ainsi que dans les filières associées, sont définies, pour certains déblais, sur la base de valeurs limites sur éluât (après réalisation d'un essai de lixiviation) pour les principaux ETM (As, Ba, Cd, Cr total, Cu, Hg, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Zn) et sels solubles (chlorure, fluorure, sulfate). Trois filières « inertes » sont ainsi actuellement recensées en région parisienne :

- ISDI, dont les valeurs limites sont précisées en annexe II de l'arrêté du 12/12/2014, si les déblais ne font pas partie de la liste proposé en annexe I de cet arrêté (déchets admissibles sans procédure d'acceptation préalable) ;
- ISDI+, c'est-à-dire des ISDI pouvant accueillir et remblayer des déblais présentant des problématiques en métaux sur éluât, fraction soluble et sulfates inférieures à 3 fois le seuil de l'arrêté du 12/12/2014 ;
- TN+, c'est-à-dire des ISDI pouvant recevoir des matériaux excavés naturellement impactés par éléments chimiques naturels présents dans les formations géologiques.

Cependant, ces critères d'acceptation sont vérifiés à l'issue de la réalisation d'un essai de lixiviation à court terme (24h selon la norme NF EN 12457-2), **qui ne permet pas de vérifier les processus d'oxydation des sulfures sur le long-terme.**

Pour cela, certains acteurs des chantiers du Grand Paris Express proposent d'évaluer la quantité de sulfates potentiellement relargués lors des processus d'oxydation sur la base de la teneur en soufre oxydable des déblais. Par exemple, Lafarge Holcim considère que pour tout type de déblai contenant des sulfures, 100% du soufre sous forme de sulfure sera converti en sulfates sur le long-terme, et propose de définir des valeurs limites en sulfure, en se plaçant en dessous des critères d'acceptation dans les différentes filières. La proposition de Lafarge Holcim est la suivante, en fonction des différentes filières :

- ISDI : soufre < 300 mg/kg MS soit 0,03% (ce qui donnerait théoriquement à terme 900 mg/kg MS de sulfates lixiviables selon la norme NF EN 12457-2, et permettrait de rester en dessous du critère d'acceptation de 1000 mg/kgMS dans cette filière) ;
- ISDI+ : soufre < 900 mg/kgMS soit 0,09% (ce qui donnerait théoriquement à terme 2 700 mg/kg MS de sulfates lixiviables selon la norme NF EN 12457-2, et permettrait de rester en dessous du critère d'acceptation de 1000 mg/kgMS x 3)
- TN+ : pas de limite maximale.

Le fait de ne pas définir de valeur maximale en soufre est acceptable, en raison du plafonnement de la quantité de sulfates lixiviables à la limite de solubilité du gypse, fixée à 0,0153 mol/l, ce qui correspondrait à 14 700 mg(SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)/kg MS dans les conditions du test de lixiviation normalisé NF EN 12457-2 (BURGEAP, 2021 ; PROVADEMSE, 2021).

En revanche, pour les valeurs basses proposées par Lafarge, même si l'approche retenue est majorante et simple, elle **n'est pas représentative des mécanismes d'oxydation** se déroulant sur le long-terme. Ces mécanismes sont en général approchés par la mise en place d'essais cinétiques, qui consistent à accélérer les phénomènes d'oxydation en laboratoire. Les essais les plus représentatifs des conditions d'altération météorique de terrain sont les essais en cellule humide ou en mini-cellules d'altérations, ainsi que certains essais colonne (e.g. Bouzahzah *et al.*, 2015 ; Cruz *et al.*, 2001 ; Sapsford *et al.*, 2009). Ces essais présentent l'avantage de déterminer l'évolution des concentrations en ETM et en sulfate en fonction du temps. En effet, l'oxydation est un mécanisme progressif, et tout le soufre sous forme de sulfures ne va pas se libérer en une fois sous forme de sulfates, mais selon une cinétique qui peut être variable en fonction du temps.

Une revue de littérature de ces essais montre que la cinétique d'oxydation décroît généralement en fonction du temps (Chopard *et al.*, 2017 ; Coussy *et al.*, 2011 ; Dublet-Adli *et al.*, 2021 ; Hollings *et al.*, 2001 ; Holmström *et al.*, 1999 ; Roy *et al.*, 2020 ; Sapsford *et al.*, 2009 ; Yolcubal *et al.*, 2017). Cela est dû à des mécanismes de passivation des minéraux sulfurés, en raison de la précipitation de minéraux secondaires à la surface des minéraux sulfurés au cours du temps, qui rendent moins accessibles les sulfures à l'oxydation (e.g. Jerz et Rimstidt, 2004). Ainsi, on constate généralement qu'à l'issue de ces essais, seule une fraction du soufre sous forme de sulfures est relarguée sous forme de sulfates, avec des pourcentages d'extraction cumulés variables, mais ne dépassant pas 30% du soufre initialement présent sous forme de sulfures (e.g. Coussy *et al.*, 2011 ; Holmström *et al.*, 1999 ; Roy *et al.*, 2020 ; Sapsford *et al.*, 2009 ; Yolcubal *et al.*, 2017).

L'essai d'oxydation forcée qui a été proposé par PROVADEMSE dans le cadre de l'étude réalisée pour le compte de Lafarge Holcim est pertinent pour évaluer le comportement des matériaux à long-terme (avant ou après stabilisation aux carbonates), selon une approche très sécuritaire car on utilise dans ce cas un oxydant puissant (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>). Cependant, il possède deux limites : (i) il ne renseigne pas sur la cinétique d'oxydation des sulfures dans le temps et (ii) il n'est pas forcément représentatif des conditions de terrain (il n'y a pas de cycle humectation/dessiccation). Or, à l'issue de cet essai très majorant, on constate que le pourcentage d'extraction du soufre initialement sous forme de soufre en sulfate atteint en moyenne 50 %. **L'hypothèse proposée par Lafarge de se baser sur une hypothèse de 100 % du soufre soufre extrait en sulfates est ainsi trop sécuritaire.**

L'étude de Lafarge propose, pour chacune des filières ISDI, une estimation de la quantité de sulfates lixiviés à l'issue d'une oxydation du soufre oxydable qui serait complète. Cependant, en raison des phénomènes cinétiques en jeu, le BRGM considère qu'il n'est pas réaliste d'assimiler la totalité des sulfates cumulés potentiellement libérés après oxydation, à une valeur sur éluat



ponctuelle établie sur la base de l'essai de lixiviation normalisé NF EN 12457-2 (durée de 24h, ratio L/S de 10). Il faudrait dans ce cas considérer un comportement variable du terme source en fonction du temps, à partir duquel le relargage potentiel en sulfates correspondant à un ratio L/S de 10 serait évalué. Cette approche serait ainsi similaire à celle qui a été adoptée pour la mise en place des critères d'admission en ISDI dans les années 2000 (Hjelmar *et al.*, 2001).

Enfin, l'approche proposée par Lafarge Holcim ne prend pas en compte le risque de relargage d'ETM autre que les sulfates. Bien que l'étude réalisée par PROVADEMSE conclut quant à l'absence de risques pour les échantillons testés dans le cadre de cette étude, cela ne peut pas être généralisé à l'ensemble des déblais pouvant contenir des sulfures.

#### 4.3. SYNTHÈSE

Il apparaît au travers de ces études que **la valeur limite basse de 0,1% en sulfure** recensée dans la réglementation européenne et française est pertinente pour évaluer en première approche le **caractère non acidogène** d'un déblai dont la teneur en sulfure serait inférieure à cette valeur. De la même manière, les deux autres valeurs limites de 0,04 % et 0,3 % en soufre total utilisées au Québec sont aussi pertinentes dans ce contexte.

Par contre, en l'absence de résultats d'essais cinétiques sur les déblais sulfurés du Grand Paris Express, il n'est pas possible de conclure sur les cinétiques d'oxydation, et donc sur le potentiel de relargage en sulfates et en ETM à long-terme, ni d'établir en conséquence des valeurs-seuils suffisamment précises sur ces aspects. Le BRGM considère cependant que la **valeur limite de 0,1% en sulfure** établie dans le cadre de la réglementation européenne et française, pour évaluer le caractère inerte d'un déchet de l'industrie extractive, est suffisamment basse pour **éviter tout phénomène de relargage en sulfate et ETM à long-terme**, pouvant créer des problèmes d'acceptation en ISDI, ISDI+ et TN+.

## 5. Conclusions et recommandations

Afin de gérer le potentiel risque acidogène des déblais issus de certains chantiers du Grand Paris Express, le BRGM recommande en premier lieu de réaliser une **expertise géologique** des matériaux excavés. S'il s'avère que ces matériaux proviennent de formations géologiques contenant peu de minéraux sulfurés, ou que ces minéraux sulfurés sont très peu mobilisables, alors il ne sera pas nécessaire d'analyser le soufre dans ces matériaux, et une approche habituelle selon l'arrêté du 12/12/2014 est suffisante pour évaluer l'acceptation des déblais dans les différentes filières « inertes » à disposition.

En revanche, si l'expertise géologique indique que les formations géologiques contiennent potentiellement des teneurs importantes en minéraux sulfurés, ou que ceux-ci sont facilement mobilisables, alors une analyse du soufre doit être effectuée. Lors de cette expertise, un point d'attention devra être porté à la présence de remblais mal connus, qui peuvent potentiellement contenir des sulfures mobilisables.

Etant donné les teneurs parfois importantes en minéraux sulfatés (e.g. gypse) dans les formations géologiques rencontrés dans les chantiers du Grand Paris Express, le BRGM recommande de réaliser **soit une analyse du soufre sous forme de sulfure, soit une analyse du soufre oxydable**, afin de ne pas prendre en compte les minéraux sulfatés non oxydables dans cette analyse. Le choix de la méthode sera laissé à la discrétion des opérateurs ou des laboratoires. Il existe en effet plusieurs méthodes, normalisées ou non, de détermination directe de la teneur en sulfure. Cette teneur peut aussi être approchée par la mesure indirecte du soufre oxydable, c'est-à-dire du soufre total moins la teneur en sulfates solubles dans l'acide. Pour cette dernière technique, seule est acceptable la méthode de solubilisation des sulfates dans l'acide (par exemple, selon la norme NF EN 1744-1, §12), et non dans l'eau, car la solubilisation des sulfates risque d'être partielle dans ce dernier cas.

La valeur limite recommandée par le BRGM est **une teneur en sulfure ou soufre oxydable de 0,1 %**. Il s'agit de la valeur limite établie dans le cadre de la réglementation européenne et française pour évaluer le caractère inerte d'un déchet de l'industrie extractive, qui a été jugée ici suffisamment sécuritaire à la fois pour éviter une potentielle acidification du milieu et un relargage d'ETM et de sulfates. La valeur limite de 0,04 % sur le soufre total récemment mise en place au Québec n'a pas été retenue ici car il s'agit d'un cas très particulier recensé dans la littérature scientifique, où les sulfures sont extrêmement mobilisables dans un matériau qui ne dispose pas de potentiel de neutralisation (Smith *et al.*, 2013). Sur la base des deux études qui ont été mises à la disposition du BRGM sur les déblais potentiellement acidogènes provenant du Grand Paris Express (46 analyses), le soufre oxydable ne semble pas être aussi mobilisable, même si des études complémentaires seraient nécessaires pour l'évaluer en détail.

Ainsi, si la teneur en soufre oxydable est strictement inférieure à 0,1 % dans ces matériaux, alors ils seront déclarés *de facto* comme non acidogènes et une approche habituelle selon l'arrêté du 12/12/2014 est suffisante pour les orienter dans les différentes filières « inertes » à disposition. Par contre, si la teneur en soufre oxydable est supérieure ou égale à cette valeur, il faudra vérifier en plus le potentiel de neutralisation du matériau, selon la norme NF EN 15875, et calculer le ratio NP/AP. Si ce ratio est supérieur ou égal à 4 (valeur retenue pour être au-delà de toute zone d'incertitude, selon Bouzahzah *et al.*, 2015 – et non 3 comme proposé dans la circulaire du 22/08/11), alors le matériau n'est pas potentiellement acidogène, et il ne sera pas nécessaire de le traiter. Cependant, il conviendra de vérifier par des essais cinétiques le comportement à long-terme de ces matériaux, et plus précisément le relargage en sulfates et en ETM, pour intégrer les filières ISDI et ISDI+ (cela ne sera pas nécessaire pour les filières TN+ qui disposent de valeurs

limites suffisamment élevées, notamment pour les sulfates). L'admission dans les différentes filières « inertes » se fera ainsi sur la base de ces résultats, ainsi que selon les conditions d'admission fixées dans l'arrêté du 12/12/2014. Si le ratio NP/AP s'avère inférieur à 4, alors le matériau est potentiellement acidogène et il sera nécessaire de le traiter par neutralisation ou tout autre technique, dans les filières autorisées à cet effet par l'administration sur la base d'études spécifiques.

Les différentes étapes de ce protocole sont résumées dans le logigramme proposée en Figure 6 ci-après.

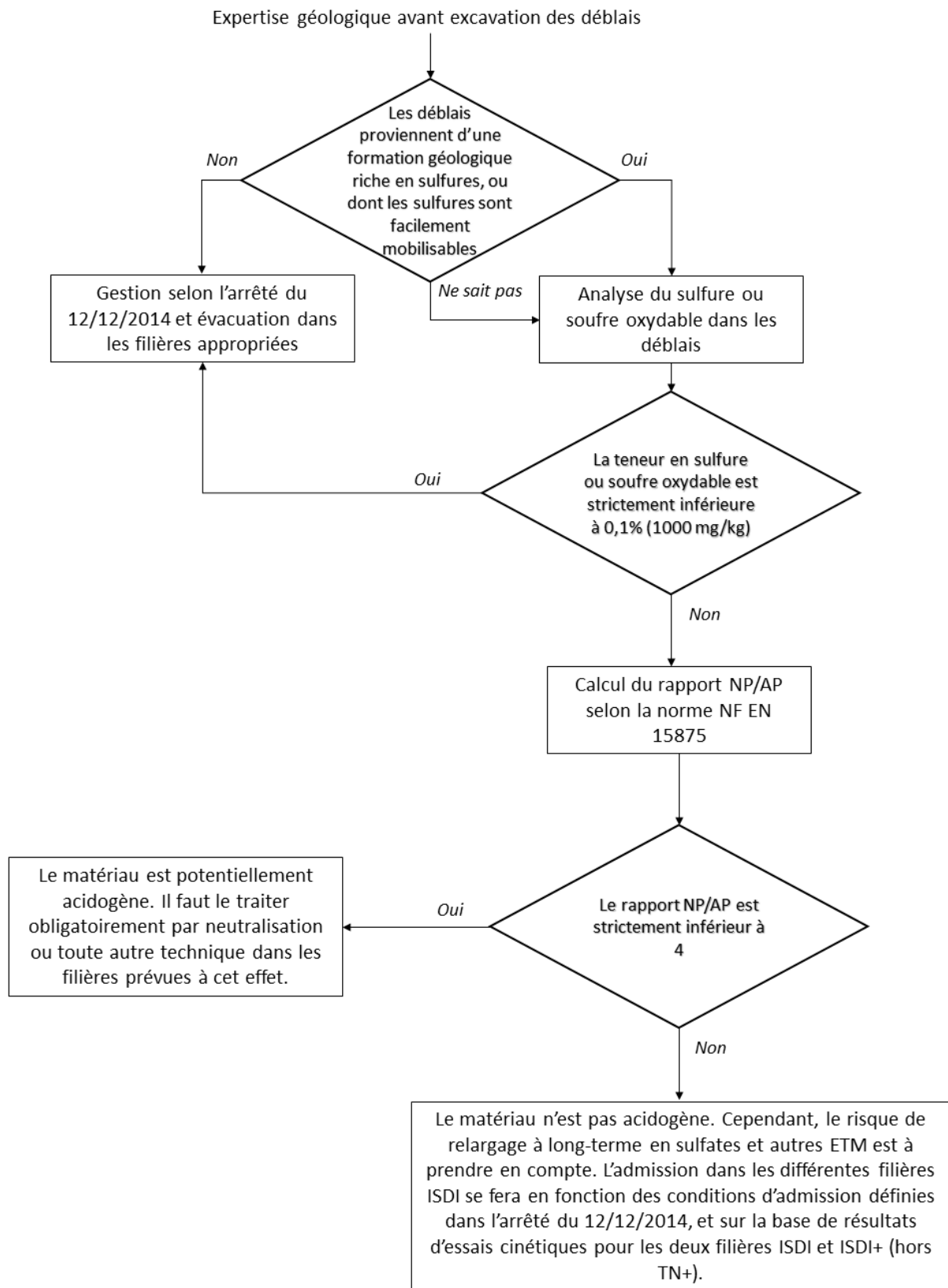


Figure 6 : Recommandation de schéma décisionnel pour orienter la caractérisation des déblais provenant des chantiers du Grand Paris Express

## 6. Références

### Textes réglementaires

Arrêté du 22 septembre 1994 relatif aux exploitations de carrières

Arrêté du 12 décembre 2014 relatif aux conditions d'admission des déchets inertes dans les installations relevant des rubriques 2515, 2516, 2517 et dans les installations de stockage de déchets inertes relevant de la rubrique 2760 de la nomenclature des installations classées

Circulaire du 22/08/11 relative à la définition des déchets inertes pour l'industrie des carrières au sens de l'arrêté du 22 septembre 1994 relatif aux exploitations de carrières et aux installations de premier traitement des matériaux de carrières

Décision n°2009/359/CE du 30/04/09 complétant la définition du terme « déchets inertes » en application de l'article 22, paragraphe 1, point f), de la directive 2006/21/CE du Parlement européen et du Conseil concernant la gestion des déchets de l'industrie extractive

Directive n°2006/21/CE du 15/03/06 concernant la gestion des déchets de l'industrie extractive et modifiant la directive 2004/35/CE.

Directive 019 sur l'industrie minière – mars 2012 (ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec).

### Guides méthodologiques

Ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques (2020). Guide de caractérisation des résidus miniers et du minerai, Québec, 52 p. [En ligne]. <http://www.environnement.gouv.qc.ca/Industriel/secteur-minier/guide-caracterisation-minerai.pdf>

Preventing Acid and Metalliferous Drainage - Leading Practice Sustainable Development Program for the Mining Industry, Australian Government, September 2016. [En ligne]. <https://www.industry.gov.au/sites/default/files/2019-04/lpsdp-preventing-acid-and-metalliferous-drainage-handbook-english.pdf>

### Articles scientifiques

Blowes, D. W., Ptacek, C. J., Jambor, J. L., Weisener, C. G., 2007. The Geochemistry of Acid Mine Drainage. Treatise on Geochemistry, Chapter 9.05, Elsevier éd., pp 149- 204.

Bouzahzah, H., Benzaazoua, M., Bussière, B., Plante, B., 2014. Revue de littérature détaillée sur les tests statiques et les essais cinétiques comme outils de prédiction du drainage minier acide. Déchets Sciences et Techniques - N°66 - Mars 2014

Chopard, A., Plante, B., Benzaazoua, M., Bouzahzah, H., Marion, P., 2017. Geochemical investigation of the galvanic effects during oxidation of pyrite and base-metals sulfides. Chemosphere 166, 281-291.

Coussy, S., Benzaazoua, M., Blanc, D., Moszkowicz, P., Bussièrre, B., 2011. Arsenic stability in arsenopyrite-rich cemented paste backfills: A leaching test-based assessment. *Journal of Hazardous Materials* 185, 1467–1476.

Cruz, R., Bertrand, V., Monroy, M., González, I. 2001. Effect of sulfide impurities on the reactivity of pyrite and pyritic concentrates: A multi-tool approach. *Applied Geochemistry* 16, 803-819.

Dublet-Adli, G., Pabst, T., Okkenhaug, G., Sætre, C., Vårheim, A.M., Tvedten, M.K., Gelena, S.K., Smebye, A.B., Kvennås, M., Breedveld, G.D., 2021. Valorisation of Partially Oxidized Tailings in a Cover System to Reclaim an Old Acid Generating Mine Site. *Minerals* 11, 987.

Hjelmar, O., van der Sloot, H.A., Guyonnet, D., Rietra, R.P.J.J., Brun, A., Hall, D., 2001. Development of acceptance criteria for landfilling of waste: An approach based on impact modelling and scenario calculations. In: T.H. Christensen, R. Cossu and R. Stegmann (eds.): *Sardinia 2001, Proceedings of the Eighth International Waste Management and Landfill Symposium, S. Margharita di Pula, Cagliari, CISA*, Vol. III, pp. 712-721, CISA.

Hollings, P., Hendry, M.J., Nicholson, R.V., Kirkland, R.A., 2001. Quantification of oxygen consumption and sulphate release rates for waste rock piles using kinetic cells: Cluff lake uranium mine, northern Saskatchewan, Canada. *Applied Geochemistry* 16 (9–10), 1215-1230.

Holmström, H., Ljungberg, J., Öhlander, B., 1999. Role of carbonates in mitigation of metal release from mining waste. Evidence from humidity cells tests. *Environmental Geology* 37, 267–280.

Jerz, J.K., Rimstidt, J.D., 2004. Pyrite oxidation in moist air. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 68 (4), 701–714.

Lowson, R. T. 1982. "Aqueous oxidation of pyrite by molecular oxygen". *Chemical Reviews* 82(5), 461-497.

Roy, V., Demers, I., Plante, B., Thériault, M., 2020. Kinetic Testing for Oxidation Acceleration and Passivation of Sulfides in Waste Rock Piles to Reduce Contaminated Neutral Drainage Generation Potential. *Mine Water and the Environment* 39, 242–255.

Sapsford, D.J., Bowell, R.J., Dey, M., Williams, K.P., 2009. Humidity cell tests for the prediction of acid rock drainage. *Minerals Engineering* 22, 25–36.

Singer, P. C., Stumm, W., 1970. Acidic mine drainage: the rate determining step. *Science* 167(3921), 1121-1123.

Smith, L.J.D., Bailey, B.L., Blowes, D.W., Jambor, J.L., Smith, L., Segó, D.C., 2013. The Diavik waste rock project: Initial geochemical response from a low sulfide waste rock pile. *Applied Geochemistry* 36, 210-221.

Yolcubal, I., Demiray, A.D., Ciftçi, E., 2017. Assessment of acid mine drainage potential of flotation slurry from a tailing dam in a copper mine, Murgul, Northeastern Turkey. *Environ Earth Sci* 76(100).

## Rapports

BURGEAP, 2021. LAFARGEHOLCIM GRANULATS - Sandrancourt, Saint-Martin-La-Garenne (78) - Evaluation du risque d'acidification de déblais pyritifères stockés et étude de mesures correctives - Rapport provisoire- Réf : CDMCIF205786 / RDMCIF02773-02. 46 p.

Coussy S., 2021 – Evaluation du protocole de traitement au calcaire de déblais du projet EOLE contenant de la pyrite. Rapport d'expertise. Rapport BRGM/RP-70896-FR. 25 p., 5 fig., 2 tabl.

PROVADEMSE, 2021. Etude de l'oxydation de déblais sulfurés et influence de leur neutralisation par la craie sur le relargage en polluant. Rapport C75/LAFARGE HOLCIM. 25 p., 1 ann.

UQAT, 2015. Revue de littérature en vue de la mise à jour du guide de caractérisation des résidus miniers et du minerai – Rapport PU-2013-05-806. URSTM, Québec, 48 p.

## **Normes**

NF EN 12457-2, décembre 2002 : Caractérisation des déchets - Lixiviation — Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues - Partie 2 : Essai en bûchée unique avec un rapport liquide-solide de 10 l/kg et une granularité inférieure à 4 mm (sans ou avec réduction de la granularité).

NF EN 15875, décembre 2011 : Caractérisation des déchets - Essai statique pour la détermination du potentiel de génération d'acide et du potentiel de neutralisation des déchets sulfurés.

NF EN 1744-1, février 2014 : Essais visant à déterminer les propriétés chimiques des granulats — Partie 1 : Analyse chimique.



**RÉPUBLIQUE  
FRANÇAISE**

*Liberté  
Égalité  
Fraternité*

**Centre scientifique et technique**

3, avenue Claude-Guillemin  
BP 36009  
45060 – Orléans Cedex 2 – France  
Tél. : 02 38 64 34 34



Géosciences pour une Terre durable

**brgm**

[www.brgm.fr](http://www.brgm.fr)