

VALIDATION D'UNE METHODOLOGIE DE PRELEVEMENT ET D'ANALYSE DU PLOMB DANS LES POUSSIÈRES DES ESPACES PUBLICS EXTERIEURS

S. Riffet^{*1}, B. Le Bot², C. Dassonville³ et N. Lemaitre⁴

¹Laboratoire Central de la Préfecture de Police, 75015 Paris, France

²Ecole des Hautes Etudes en Santé Publique, 35043 Rennes, France

³Centre Scientifique et Technique du Bâtiment, 77447 Marne-la-Vallée, France

⁴Agence Régionale de Santé d'Ile-de-France, 93200 Saint Denis, France

*Courriel de l'orateur : sophie.riffet@interieur.gouv.fr

VALIDATION OF A METHODOLOGY FOR SAMPLING AND ANALYZING LEAD IN DUST FROM OUTDOOR PUBLIC SPACES

RESUME

L'étude porte sur la mise au point et la validation d'une méthode de prélèvement et d'analyse du plomb dans les poussières sédimentées extérieures, afin d'exprimer le résultat à la fois en concentration surfacique et en concentration massique. Elle vise à pouvoir évaluer le risque sanitaire pour les enfants exposés dans les espaces publics extérieurs, population cible du risque d'intoxication au plomb.

ABSTRACT

This study focuses on the development and validation of a method for sampling and analysing lead in outdoor settled dust, in order to express the results as dust loading concentrations and mass concentrations. It aims to assess the health risks for children exposed in outdoor public spaces, a population particularly vulnerable to lead poisoning.

MOTS-CLÉS : plomb, poussières, exposition, risques sanitaires / **KEYWORDS**: lead, dust, exposure, health risks

1. CONTEXTE

L'incendie de la cathédrale Notre-Dame de Paris le 15 avril 2019 a généré une dispersion importante de poussières de plomb issues de la toiture de la cathédrale et de la flèche. De nombreux prélèvements surfaciques ont été réalisés dans les espaces extérieurs et intérieurs afin de caractériser l'étendue de la pollution autour de l'édifice. Les autorités de Santé ont alors été confrontées à l'absence de valeur de référence pour le plomb en extérieur et se sont interrogées sur le statut des poussières déposées sur les surfaces extérieures comme facteur de risques.

L'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail (Anses), saisie par le ministère de la Santé, a souligné dans son avis publié le 7 février 2020 la nécessité de disposer de concentrations massiques et surfaciques de plomb présent dans les poussières déposées au sol pour la réalisation d'évaluations quantitatives des risques sanitaires. Il a ainsi été préconisé la réalisation d'une étude pilote pour mettre au point une méthode de prélèvement par lingette sur les surfaces extérieures, permettant de mesurer à la fois des masses de plomb par unité de surface ($\mu\text{g}/\text{m}^2$) et par masse de poussière prélevée (mg/kg).

L'Agence Régionale de Santé d'Ile-de-France (ARS-IDF) a ainsi confié la coordination de cette étude au LCPP, qui a travaillé conjointement avec l'Ecole des Hautes Etudes en Santé Publique (EHESP) et le Centre scientifique et technique du bâtiment (CSTB). L'étude s'est déroulée de fin 2020 à fin 2023.

2. MISE AU POINT DU PROTOCOLE DE PRELEVEMENT ET D'ANALYSE

2.1. Mise au point du protocole de prélèvement

La mise au point d'une méthode de prélèvement par lingette permettant de déterminer la concentration massique de plomb (en mg/kg) nécessite la connaissance exacte de la quantité de poussières prélevées. Pour connaître cette quantité, il est nécessaire de réaliser une pesée initiale et finale de la lingette.

Usuellement, la réalisation de prélèvements de poussières pour le dosage du plomb acido-soluble se fait par la méthode d'essuyage, avec une lingette humide, sur une surface donnée de $0,1 \text{ m}^2$, via deux passages en S perpendiculaires. Cette méthode, permettant d'exprimer le résultat en $\mu\text{g}/\text{m}^2$ de plomb, est normalisée sur des surfaces intérieures (NF X 46-032) et est également appliquée pour des surfaces extérieures. Elle a notamment été utilisée pour caractériser l'étendue de la pollution générée par l'incendie de la cathédrale Notre-Dame de Paris. Or, la rugosité plus ou moins importante des surfaces extérieures entraîne une détérioration de la lingette, incompatible avec la réalisation de pesées permettant de déterminer précisément la quantité de poussières prélevées.

La méthode de prélèvement par essuyage n'a donc pas été retenue et une méthode par tapotage, entraînant moins de dégradation de la lingette au contact des surfaces extérieures, a été privilégiée. De plus, le tapotage semble plus représentatif de l'application des mains d'un enfant sur le sol, cette population étant en effet la plus exposée au risque d'ingestion de plomb, du fait de son comportement (contact main-bouche fréquent).

La lingette utilisée doit être suffisamment résistante pour ne pas se détériorer au cours du prélèvement, afin que ce dernier soit homogène et efficace sur toute la surface prélevée. Le choix s'est porté sur des lingettes de type « lead wipe », garanties sans présence de plomb et présentant l'avantage d'être conditionnées dans des sachets individuels.

Les essais ont montré qu'une étape de séchage de la lingette était nécessaire avant la réalisation de chaque analyse gravimétrique. Ce séchage implique donc une réhydratation de la lingette avant prélèvement. Deux protocoles de séchage de la lingette ont été testés. L'un consistait à déterminer une masse moyenne des lingettes avant prélèvement, l'autre à peser individuellement chaque lingette avant et après prélèvement. Le premier protocole a été écarté en raison d'une trop grande variabilité des masses obtenues pour un même lot de lingettes. Pour le second protocole retenu, afin de limiter les étapes de manipulation, il a été décidé de sécher la lingette directement dans son tube de conditionnement (tube à fond plat de 50 mL) préalablement gravé (tube et bouchon) en plaçant l'ensemble, bouchon ouvert, à l'étuve ou au bloc chauffant. Les différentes étapes de préparation sont illustrées sur la Figure 1.

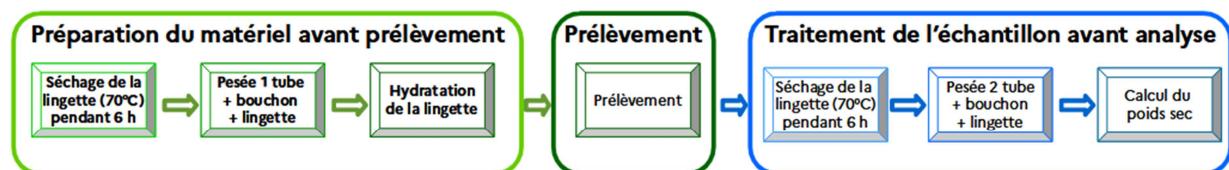


Figure 1. Préparation du kit de prélèvement

Après la pesée initiale de la lingette, le prélèvement est réalisé par la méthode dite de tapotage. La lingette est dépliée entièrement, puis positionnée au sol, dans un coin du cadre (étape a, Figure 2). Une pression est exercée avec la main sur toute la surface de la lingette. Puis, cette dernière est déplacée et repositionnée de façon à couvrir complètement la surface à échantillonner. Avec les lingettes utilisées et les dimensions des gabarits (40 cm x 25 cm), cela représente quatre passages (étape a, Figure 2).

La lingette est ensuite pliée en deux de telle sorte que les particules de poussières déjà prélevées se trouvent à l'intérieur puis elle est déplacée de nouveau sur toute la surface en décrivant un S mais perpendiculairement au premier passage. Cela représente huit déplacements (étape b, figure 2).

La lingette est alors pliée deux fois (comme décrit précédemment) et est passée en tapotant sur tout le pourtour du gabarit (étape c, Figure 2). Enfin elle est repliée encore deux fois puis positionnée dans le tube, avant de le fermer.

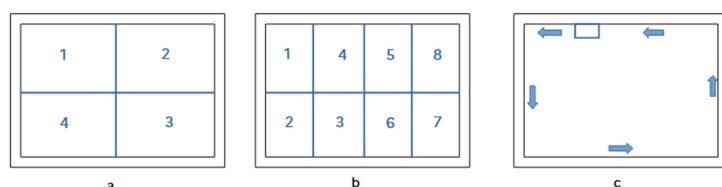


Figure 2. Prélèvement par tapotage

2.2 Mise au point du protocole d'analyse

Lors de la réalisation de prélèvements par essuyage, classiquement, seul le plomb acido-soluble est dosé. Or il a été décidé, pour cette étude, de réaliser à la fois le dosage du plomb acido-soluble et du plomb total sur un même échantillon. Cela a nécessité la mise au point d'un protocole d'analyse plus complexe car deux types de minéralisation (minéralisation du plomb acido-soluble puis minéralisation du plomb sous forme totale) et deux analyses par spectrométrie de masse par plasma à couplage inductif (ICP/MS) sont réalisées pour un seul échantillon (Figure 3). Ce protocole a été validé par l'analyse de plusieurs prises d'essai d'un matériau de référence contenant une quantité connue de plomb total. Des essais d'intercomparaison entre l'EHESP et le LCPP ont été réalisés et se sont révélés satisfaisants (rendement moyen pour le plomb sous forme totale compris entre 93 et 103 %).

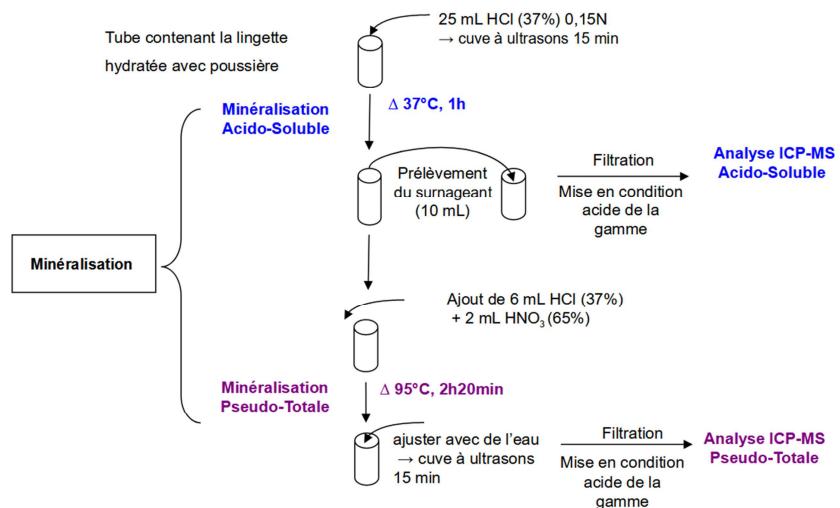


Figure 3. Protocole de minéralisation et d'analyses

2.3 Réalisation d'un essai d'intercomparaison du prélèvement

Afin de valider l'ensemble du protocole, un essai d'intercomparaison a été mis en œuvre. Six équipes ont participé à cet essai pour la partie prélèvement : les 3 partenaires du projet (LCPP, EHESP et CSTB) ainsi que le Service parisien de santé environnementale (SPSE), l'Institut technique des gaz et de l'air (ITGA) et L3A. Un seul laboratoire, le LCPP, a été choisi pour effectuer l'intégralité des analyses.

Cinq types de surfaces de prélèvement différentes ont été retenus (caoutchouc, bitume, graviers+ciment, béton et pavés) réparties sur cinq sites de prélèvements dans l'espace public parisien (aire de jeux, trottoir, etc.). Pour chaque point de prélèvement, chaque équipe a réalisé un blanc terrain, trois prélèvements par tapotage et un prélèvement par essuyage. Chaque laboratoire a été identifié par une lettre (P : LCPP, E : EHESP, C : CSTB : L : L3A, I : ITGA et S : SPSE). Les trois prélèvements par tapotage par équipe ont été répartis sur toute la zone de prélèvement afin qu'ils ne soient pas contigus. Les six prélèvements par essuyage sont au centre, les prélèvements par tapotage sont situés sur le pourtour (Figure 4).

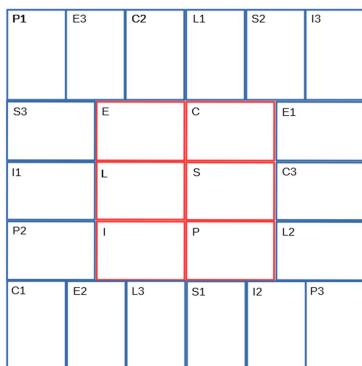


Figure 4. Schéma de prélèvement

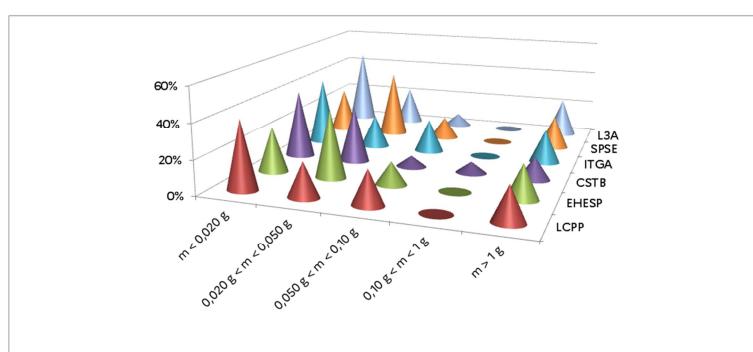


Figure 5. Répartition des masses collectées par équipe

Les résultats de cet essai montrent que les masses prélevées sont faibles. En effet, 80% d'entre elles étaient inférieures à 100 mg et 66% à 50 mg. Les masses supérieures à 1 g ont toutes été récoltées sur le même site de prélèvement, une aire de jeux. Ceci s'explique par la présence de sable tout autour du revêtement en caoutchouc. Il est important de noter que la répartition des masses était homogène entre les différents préleveurs (Figure 5), avec des coefficients de variation de l'ordre de 20-30%, à l'exception d'un site où les masses de poussières étaient très faibles et non évaluables car dans l'incertitude de pesée des lingettes (blanc terrain).

Cet essai d'intercomparaison a montré que les méthodes de prélèvement et d'analyse mises en œuvre permettent de réaliser une mesure de plomb total et acido-soluble exprimée à la fois en $\mu\text{g}/\text{m}^2$ et en mg/kg. Toutefois, il est impératif de fixer une masse minimale de poussière collectée afin de s'affranchir de l'impact de la variabilité des masses des lingettes sur la masse de poussière prélevée. Un maximum de 13 mg a été observé sur les blancs terrain. Une masse minimale de 20 mg de poussières a donc été préconisée.

3. MISE EN ŒUVRE DE LA METHODE

Pour faire suite à cette étude, l'ARS-IDF a sollicité le LCPP pour une étude complémentaire visant à valider la méthodologie de prélèvement et d'analyse développée en conditions réelles, dans 45 sites parisiens accueillant des enfants (dont 33 aires de jeux). Pour chaque site, il a été réalisé, en période de temps sec, un blanc terrain, 3 prélèvements par tapotage sur la surface des structures de jeux, 3 prélèvements par tapotage et 1 prélèvement par essuyage sur la surface de sol. Cette étude a permis de confirmer que la quantité de matière prélevée conditionnait la qualité des résultats et qu'une masse minimale de 20 mg de poussières prélevées était nécessaire pour l'exploitation des résultats en concentration massique (mg/kg).

Au-delà de la validation en conditions réelles, cette étude a permis une meilleure connaissance du bruit de fond parisien. Elle a mis en exergue des valeurs surfaciques en plomb majoritairement faibles (Tableau 1). Une relation étroite et cohérente a été observée entre les concentrations en plomb total et acido-soluble. La fraction acido-soluble moyenne obtenue était de 74%, soit sensiblement le même ratio qu'indiquait le Haut Conseil de Santé Publique (HCSP) pour les poussières en espace intérieur dans son avis du 1er février 2021 (75%).

Tableau 1. Concentrations en plomb acido-soluble pour les aires de jeux, prélèvement par tapotage

	Pb acido-soluble en $\mu\text{g}/\text{m}^2$		Pb acido-soluble en mg/kg	
	Sol aires de jeux (79 prélèvements)	Structure aires de jeux (57 prélèvements)	Sol aires de jeux (79 prélèvements)	Structure aires de jeux (57 prélèvements)
Minimum	2,9	2,5	0,15	0,28
Médiane	12	9,0	5,7	9,2
Moyenne	17	13	13	12
Percentile 95	43	39	36	33
Maximum	111	46	170	56

En conservant l'ensemble des résultats d'analyse, une très faible corrélation entre le plomb exprimé en $\mu\text{g}/\text{m}^2$ et le plomb exprimé en mg/kg a été mise en évidence.

L'ARS-IDF a souhaité mener une étude statistique complémentaire écartant les valeurs extrêmes et les résultats pour les masses de poussières inférieures à 20 mg, jugés non significatifs. Les résultats de ces tests statistiques suggèrent que les concentrations de plomb peuvent être mesurées de manière fiable avec des résultats cohérents à travers les deux méthodologies de prélèvement (essuyage et tapotage) et les deux types de surface (sol dur et structure). Ainsi, la surveillance des contaminations des aires de jeux poursuivie dans le cadre du quatrième Plan Régional Santé-Environnement Ile-de-France adopte une stratégie de prélèvement simplifiée (méthode par essuyage sur des prélèvements de sol) en première intention. Si les concentrations surfaciques en plomb dépassent la valeur de gestion définie par l'ARS-IDF, de nouveaux prélèvements sont alors engagés en suivant la méthode par tapotage appliquée sur les sols et les structures de jeux dans le but d'évaluer le risque sanitaire pour les enfants.

4. CONCLUSION

La méthodologie de prélèvement et d'analyse par tapotage à l'aide de lingettes humidifiées permet d'obtenir des concentrations de plomb contenu dans des poussières sur des surfaces dures, dans des espaces extérieurs, sous forme de concentration surfacique ($\mu\text{g}/\text{m}^2$) et sous forme de concentration massique (mg/kg), cette dernière étant nécessaire pour la réalisation d'évaluations quantitatives des risques sanitaires. Cette méthode permet également d'avoir les résultats pour le plomb acido-soluble et le plomb total.

Cette méthodologie s'avère plus complexe et plus coûteuse à mettre en œuvre comparativement à un prélèvement par essuyage. En effet, elle nécessite la préparation de kits de prélèvement impliquant le séchage puis la réhydratation des lingettes avec la réalisation de deux pesées pour chaque échantillon (avant et après prélèvement). D'autre part, la méthode analytique reste complexe et longue car elle implique une digestion acido-soluble suivie d'une minéralisation pour déterminer le plomb total. Ainsi deux analyses sont nécessaires pour chaque échantillon prélevé. Bien que présentant des limites sur des sols extérieurs, la méthode par essuyage reste la méthode à mettre en œuvre en première intention, notamment lors de levées de doute urgentes.

Enfin, cette étude a permis une meilleure connaissance du bruit de fond parisien en plomb, les données jusqu'alors disponibles étant très lacunaires.