



RÉPUBLIQUE  
FRANÇAISE

*Liberté  
Égalité  
Fraternité*



Géosciences pour une Terre durable

**brgm**

Document public



# Établissement du fond pédogéochimique dans la région de l'ancien secteur minier de Salsigne (Aude)

Rapport final

BRGM/RP-70767-FR

Décembre 2021



Document public

# Établissement du fond pédogéochimique dans la région de l'ancien secteur minier de Salsigne (Aude)

Rapport final

**BRGM/RP-70767-FR**  
Décembre 2021

J. Melleton, S. Belbeze, G. Vic, P. Auger, M. Chevillard

**Vérificateur :**

Nom : I. Girardeau

Fonction : Ingénieure environnement

Date : 01/07/2021

Signature :



**Approbateur :**

Nom : J.L. Nédellec

Fonction : Directeur UTAM-Sud

Date : 02/07/2021

Signature :



J.L. NÉDELLEC

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

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



Géosciences pour une Terre durable

**brgm**

**Mots-clés** : Environnement minier ; Fond pédo-géochimique ; Arsenic ; District aurifère.

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

**Melleton J., Belbeze S., Vic G., Auger P., Chevillard M.** (2021) – Établissement du fond pédo-géochimique dans la région de l'ancien secteur minier de Salsigne (Aude). Rapport final. BRGM/RP-70767-FR, 113 p., 40 fig., 8 tabl., 3 ann.

## Synthèse

Le district aurifère de Salsigne a fait l'objet d'une longue exploitation minière ayant généré des impacts environnementaux marqués. Dans le but de mieux appréhender ces impacts, il est nécessaire de mieux connaître les valeurs de référence que constituent le fond pédo-géochimique. Par fond, il est entendu une population statistique de teneurs d'un élément donné dans le sol, pour un ensemble géographique cohérent et échantillons comparables. Le fond pédo-géochimique naturel n'a pas subi d'influence humaine. Il relève des seuls processus géologiques, pédologiques et biochimiques à partir de la roche mère en place. Dans le cas particulier des anciens sites miniers, les minéralisations qui ont été exploitées sont aussi à l'origine (avant exploitation) des anomalies géochimiques naturelles, c'est-à-dire une zone présentant des teneurs inhabituellement fortes d'un ou plusieurs métaux et métalloïdes dans le sol en lien avec des phénomènes géologiques. Ainsi, les éventuelles minéralisations non exploitées participent au fond pédo-géochimique.

Dans le but de définir ces données de référence, cette étude a mis en œuvre les préconisations de l'Ademe (2018) et de la norme ISO 19258:2018 à partir de la réalisation de mesures sur site et en laboratoire de sols échantillonnés dans des secteurs supposés non impactés. Afin d'obtenir la représentativité statistique préconisée, les formations lithostratigraphiques reconnues dans le secteur d'étude ont été regroupées en trois ensembles géologiques cohérents : le domaine de la zone axiale, majoritairement composés de schistes, le domaine des nappes du Minervois, constitué de formations carbonatés et détritiques plissées du Paléozoïque, et le domaine Tertiaire, comprenant des formations détritiques et carbonatées cénozoïques.

Pour l'ensemble des échantillons, deux méthodes d'analyse ont été utilisées :

- analyse *in situ* par fluorescence X portable (pXRF) ;
- analyse en laboratoire par ICP-MS et AES après digestion par eau régale.

Une analyse en laboratoire par ICP-MS et AES après digestion par la méthode quatre acides sur une sélection représentative d'échantillon a permis de déterminer le type de porteur minéralogique des principaux métaux et métalloïdes habituellement étudiés dans les études environnementales. Les différences entre les deux méthodes en laboratoire étant minimes, il est possible de conclure que ces éléments d'intérêts sont principalement contenus par les sulfures qui sont dissous par la digestion en eau régale.

L'ensemble des gammes de valeurs obtenues sont dans les mêmes ordres de grandeur pour les éléments aussi quantifiés en pXRF.

Grâce à ces résultats, les gammes de concentrations rencontrées dans les sols non impactés et une ligne de base de fond pédo-géochimique ont pu être établies pour les trois domaines géologiques cohérents utilisés dans cette étude. **Cette ligne de base est la valeur établie à partir de la caractérisation du fond pédo-géochimique naturel, au-dessus de laquelle toute teneur mesurée dans un sol est considérée comme appartenant au fond pédo-géochimique anthropisé voire à une anomalie anthropique (Ademe, 2018). La ligne de base proposée est donc nécessairement située dans les valeurs hautes rencontrées dans les données du fond géochimique.**

Pour l'arsenic, **les lignes de base proposées sont, respectivement à proximité des contacts entre domaines et à leurs cœurs, de l'ordre de 120 mg/kg et 50 mg/kg pour le domaine des nappes du Minervois, 120 mg/kg et 50 mg/kg pour le domaine du Tertiaire et 267 mg/kg et 250 mg/kg pour le domaine de la zone axiale.** L'analyse statistique multivariée des données obtenues montre que le découpage en trois domaines géologiques est cohérent et que les données sont représentatives pour le secteur d'étude.

Dans le but d'avoir une vision complète du fond pédo-géochimique du secteur, un échantillonnage complémentaire doit être réalisé sur des sols développés sur alluvions et dans les sédiments, comme cela est le cas dans le secteur affecté par les crues de l'Orbiel en 2018, si possible le long d'un cours d'eau dont le bassin-versant traverse les trois domaines géologiques du secteur hors district minier.

Compte-tenu des valeurs rencontrées sur la zone d'étude, nettement supérieures au seuil de recommandation du Haut Conseil de la Santé Publique (HSCP) de 25 mg/kg d'As bio-accessible, des analyses de bio-accessibilité sur ces sols sont fortement recommandées. De la même manière, certaines valeurs en Pb dépassent elles-aussi les valeurs de gestion du HSCP.

## Abréviations et définitions

**ACP** : Analyse en Composantes Principales.

**Anomalie anthropique**: concentration inhabituelle « d'une substance dans un sol en lien avec les activités humaines ». Elle correspond à une pollution ponctuelle, éventuellement concentrée et localisée à la parcelle du site et aux parcelles avoisinantes concernées par la pollution (exemples : cuve fuyarde de station-service, cheminée de fonderie de plomb, dépôts de déchets, fuite de canalisation, déversement accidentel, stériles miniers, etc.).

**Entité Géographique Cohérente (EGC)** : zone spatiale (surface et profondeur) établie à partir de l'occupation des sols, de la géologie, de la pédologie, de facteurs historiques, etc... sur laquelle sont établies les valeurs de fonds.

**Fond Géochimique** : gamme de teneurs d'une substance dans un matériau parental.

**Fond Pédo-Géochimique Anthropisé (FPGA)** : le fond pédo-géochimique anthropisé est issu d'un apport diffus dû aux activités humaines présentes et passées. Les sources diffuses peuvent être automobiles, des substances introduites par les pratiques agricoles, des émissions de chauffage des villes, des dépôts de sédiments par voie hydrique ou aérienne.

**Fond Pédo-Géochimique Naturel (FPGN)** : le fond pédo-géochimique naturel n'a pas subi d'influence humaine. Il relève des seuls processus géologiques, pédologiques et biochimiques dans les matériaux en place, et des apports diffus naturels.

**Ligne de base pédo-géochimique naturelle (LBFPG)** : valeur établie à partir de la caractérisation du fond pédo-géochimique naturel, au-dessus de laquelle toute teneur mesurée dans un sol est considérée comme appartenant au fond pédo-géochimique anthropisé voire à une anomalie anthropique (adapté de Sterckeman *et al.*, 2007).

**Ligne de base pédo-géochimique anthropisée** (ou fond pédo-anthropique) : teneur, établie à partir de la caractérisation du fond pédo-anthropique, au-dessus de laquelle toute teneur mesurée dans un sol est considérée comme une anomalie anthropique.

**Multivariable** : se dit d'une analyse statistique qui recherche les différents prédicteurs d'un seul *composé*.

**Multvariée** : se dit d'une analyse statistique de plusieurs *composés* (variables dépendantes multiples) simultanément en rapport avec de multiple prédicteurs.

**Quantiles** : Les quantiles sont les nombres qui divisent la suite ordonnée des valeurs d'une variable aléatoire en *n* parties égales en étendue. On peut citer le 2-quantile (autrement dit la médiane), les 3-quantiles que sont les terciles, les 4-quantiles que sont les quartiles, les 5-quantiles que sont les quintiles, les 10-quantiles que sont les déciles et les 100-quantiles que

sont les centiles. Les quantiles des multiples du centième sont aussi appelés **centiles**, ou **percentiles** selon un anglicisme fréquent.

**Q90 (Centile 90 %)** : c'est une valeur qui partage la série ordonnée en deux sous-ensembles tels que 90 % des données se trouvent en dessous de cette valeur et 10 % au-dessus.

**Q95 (Centile 95 %)** : idem au Q90, mais 95 % des données se trouvent en dessous de cette valeur et 5 % au-dessus.

**Taux de censure** : Dans un ensemble de résultats d'analyse, il s'agit du pourcentage de valeurs rapportées comme inférieures aux limites de quantification (LQ) du laboratoire

**Vibrisse de Tukey** : le boxplot de Tukey est une représentation graphique des statistiques de base (minimum, maximum, quantiles, médiane, valeurs extrêmes). Les vibrisses correspondent aux extrémités du boxplot. La valeur de la vibrisse interne supérieure, valeur utilisée pour déterminer un seuil, est définie par la formule suivante : *Vibrisse X* = max X tel que  $X \leq Q75 \% + 1,5 \times (Q75 \% - Q25 \%)$ . Les travaux de Tukey furent mal compris et les « Hinges » ou « fourth » de ses Boxplots ont été à tort remplacés dans de nombreux logiciels par des quartiles et la vibrisse de Tukey par le centile de Tukey. Certains logiciels de statistique récents comme « R » ont corrigé ces erreurs mais l'appellation « centile de Tukey » reste encore très utilisée indifféremment en lieu et place de la vibrisse de Tukey.



## Sommaire

<b>1. Introduction .....</b>	<b>11</b>
1.1. CONTEXTE DE L'ÉTUDE.....	11
1.2. RAPPEL : NORME ISO 19258:2018.....	12
1.3. ZONE D'ÉTUDE .....	12
<b>2. Contexte géologique et gitologique.....</b>	<b>13</b>
2.1. CONTEXTE GÉOGRAPHIQUE DE LA ZONE D'ÉTUDE .....	13
2.2. GÉOLOGIE .....	14
2.3. CONTEXTE GITOLOGIQUE.....	18
<b>3. Méthodes déployées .....</b>	<b>19</b>
3.1. SÉLECTION DES SITES DE PRÉLÈVEMENT .....	19
3.1.1. Plan d'échantillonnage des sols .....	19
3.1.2. Mise en place d'une base de données .....	21
3.1.3. Cartes de terrain et fonds GPS .....	21
3.1.4. Fiche d'échantillonnage .....	21
3.2. PRÉLÈVEMENTS DES ÉCHANTILLONS.....	23
3.3. ANALYSES AU SPECTROMÈTRE DE FLUORESCENCE X PORTABLE (PXRF).....	24
3.4. ANALYSES EN LABORATOIRE .....	26
3.5. ANALYSE ET CONTRÔLE QUALITÉ .....	27
3.6. DÉTERMINATION STATISTIQUE DES FONDS PÉDOGÉOCHIMIQUES.....	27
3.6.1. Découpage des données en EGC.....	30
3.6.2. Choix de la ligne de base du fond pédo-géochimique (LBFG) .....	31
<b>4. Résultats .....</b>	<b>33</b>
4.1. DÉROULÉ DES MISSIONS DE TERRAIN ET OBSERVATIONS GÉNÉRALES.....	33
4.2. QUALITÉ DES ANALYSES EN LABORATOIRE.....	36
4.2.1. Contrôle qualité interne du laboratoire ALS.....	36
4.2.2. Contrôle qualité BRGM .....	36
4.3. COMPARAISON ENTRE LES DEUX MÉTHODES D'ANALYSE EN LABORATOIRE ..	39
4.4. RÉSULTATS DES ANALYSES DE SOLS.....	41

4.4.1. Données de laboratoire (digestion par eau régale).....	41
4.4.2. Données <i>in situ</i> en XRF portable .....	54
<b>5. Discussions .....</b>	<b>55</b>
5.1. REPRÉSENTATIVITÉ DES RÉSULTATS OBTENUS.....	55
5.2. ANALYSE SPATIALE DE L'ÉCHANTILLONNAGE .....	56
5.3. LIGNE DE BASE DU FOND PÉDO-GÉOCHIMIQUE .....	57
5.4. UTILISATION DES VALEURS DE LIGNE DE BASE DU FOND PÉDO-GÉOCHIMIQUE PROPOSÉES.....	68
<b>6. Conclusions.....</b>	<b>71</b>
<b>7. Bibliographie .....</b>	<b>73</b>

## Liste des figures

Figure 1 : Anciennes concessions minières présentes sur la zone d'étude (extrait de Serrand <i>et al.</i> , 2012) .....	13
Figure 2 : Extrait de la carte géologique au 1/50 000 de Carcassonne (n°1037) couvrant la zone d'étude. Nous renvoyons le lecteur vers cette dernière pour une légende précise des différentes formations géologiques cartographiées. Le tableau 1 en donne cependant un aperçu succinct. ....	15
Figure 3 : Représentation cartographique des trois grands domaines issus des regroupements des formations lithologiques cartographiées au 1/50 000 (carte de Carcassonne, n°1037) .....	17
Figure 4 : Plan de prélèvement des échantillons de sols à vocation de détermination du fond pédo-géochimique.....	20
Figure 5 : Fiche d'échantillonnage utilisée pour les prélèvements et mesures réalisées au cours de l'étude.....	22
Figure 6 : Exemple d'un prélèvement de sol tamisé à 2 mm. ....	23
Figure 7 : Analyse au pXRF sur un échantillon préparé. ....	24
Figure 8 : Spectromètre pXRF NITON® XL3t980. ....	25
Figure 9 : Logigramme des principes généraux de la méthodologie française de détermination des valeurs de fonds à l'échelle du territoire et à l'échelle d'un site (ADEME, 2018) .....	28
Figure 10 : Protocole d'analyse statistique des teneurs en EGC selon le protocole « Sancho ». ....	30
Figure 11 : Ensemble des points de prélèvements de l'étude. Avec en gras les limites de domaines. Points verts : Nappes du Minervoises ; Points roses : Tertiaire et points bleus : zone axiale. Fond : carte géologique harmonisée au 1/50 000 du département de l'Aude. ....	30
Figure 12 : Site d'échantillonnage dans les schistes de la zone axiale avec un sol léger, fin et des refus de tamisage composés de plaquettes de schiste .....	33
Figure 13 : Site de prélèvement dans les schistes de la zone axiale .....	34

Figure 14 : Site d'échantillonnage dans une formation de calcaire dolomitique paléozoïque du domaine des nappes du Minervois avec un refus à 2 mm riche en fragments grossiers de roche mère carbonatée. ....	34
Figure 15 : Vue d'ensemble du site d'échantillonnage présenté en figure 18. ....	35
Figure 16 : Prélèvement d'un échantillon de sol dans une formation de calcaire lacustre du domaine Tertiaire. L'échantillon tamisé contient des particules d'argiles et des fragments de calcaire et le refus de tamisage contient des fragments grossiers de calcaires et des agglomérats consolidés d'argiles. ....	35
Figure 17 : Vue d'ensemble du site d'échantillonnage présenté figure 17. ....	36
Figure 18 : Diagrammes différence relative (DR) vs moyenne pour des métaux et métalloïdes étudiés dans cette étude. ....	38
Figure 19 : Comparaison des résultats obtenus par les méthodes de digestion quatre acides et eau régale pour l'arsenic et le cadmium. Les plus fortes valeurs correspondent à des échantillons prélevés dans le cadre d'une autre étude en voie de finalisation, pour lesquels l'impact anthropique est avéré (Melleton <i>et al.</i> , 2021). ....	39
Figure 20 : Comparaison des résultats obtenus par les méthodes de digestion quatre acides et eau régale pour le cuivre, le plomb, l'antimoine, le zinc, le niobium et le zirconium. Les plus fortes valeurs en Cu, Pb, Sb et Zn correspondent à des échantillons prélevés dans le cadre d'une autre étude en voie de finalisation, pour lesquels l'impact anthropique est avéré (Melleton <i>et al.</i> , 2021). ....	40
Figure 21 : Représentation cartographique des concentrations en arsenic obtenues par digestion à l'eau régale sur les sols. Les classes ont été déterminées à partir des quantiles. ....	47
Figure 22 : Représentation cartographique des concentrations en bismuth obtenues par digestion à l'eau régale sur les sols. Les classes ont été déterminées à partir des quantiles. ....	48
Figure 23 : Représentation cartographique des concentrations en cadmium obtenues par digestion à l'eau régale sur les sols. Les classes ont été déterminées à partir des quantiles. ....	49
Figure 24 : Représentation cartographique des concentrations en cuivre obtenues par digestion à l'eau régale sur les sols non impactés. Les classes ont été déterminées à partir des quantiles. ....	50
Figure 25 : Représentation cartographique des concentrations en plomb obtenues par digestion à l'eau régale sur les sols non impactés. Les classes ont été déterminées à partir des quantiles. ....	51
Figure 26 : Représentation cartographique des concentrations en antimoine obtenues par digestion à l'eau régale sur les sols. Les classes ont été déterminées à partir des quantiles. ....	52
Figure 27 : Représentation cartographique des concentrations en zinc obtenues par digestion à l'eau régale sur les sols. Les classes ont été déterminées à partir des quantiles. ....	53
Figure 28 : Présentation graphique de l'analyse en composantes principales (CoDA) selon les deux premiers axes, avec distinction selon les domaines géologiques. ....	55
Figure 29 : Comparaison de différentes méthodes de clusterisation appliquées sur les résultats de l'analyse en composantes principales CoDA. ....	56
Figure 30 : Probabilité d'un point en voisin et graphe des distances au point le plus, n.obs = 116. ....	57
Figure 31 : Affichage des 47 éléments sur les 2 premiers axes MAF. Coloration par zones. ....	58
Figure 32 : Affichage des 47 éléments sur les 2 premiers axes MAF (*). ....	59
Figure 33 : Affichage des 47 éléments sur les 2 premiers axes MAF. Coloration selon leur proximité par rapport aux contacts entre domaine géologique. ....	60
Figure 34 : Scree plot des MAF. ....	60
Figure 35 : Variogrammes simples (diagonale) et croisés de 13 MAF. ....	65

Figure 36 : Cartographie par krigeage du fond géochimique médian par selections des 10 premiers MAF pour l'arsenic (en mg/kg). Avec en noir, les limites de domaines géologiques (EGC), en pointillé, la limite du proche domaine, en rose les emprises des anciens sites miniers...	65
Figure 37 : Cartographie par krigeage du fond géochimique médian par selections des 10 premiers MAF pour le cuivre (en mg/kg). Avec en noir, les limites de domaines géologiques en pointillé, la limite du proche domaine, en rose les emprises des anciens sites miniers.....	66
Figure 38 : Cartographie par krigeage du fond géochimique médian par selections des 10 premiers MAF pour le plomb (en mg/kg). Avec en noir, les limites de domaines géologiques (EGC) en pointillé, la limite du proche domaine, en rose les emprises des anciens sites miniers....	66
Figure 39 : Cartographie par krigeage du fond géochimique médian par selections des 10 premiers MAF pour le zinc (en mg/kg). Avec en noir, les limites de domaines géologiques (EGC) en pointillé, la limite du proche domaine, en rose les emprises des anciens sites miniers.....	67
Figure 40 : Représentation cartographique de l'emprise de la zone concernée par une LBFGP élevée en arsenic.....	70

## Liste des tableaux

Tableau 1 : Proposition de regroupement pour les formations lithologiques décrites dans la carte géologique au 1/50 000 couvrant la zone d'étude. ....	16
Tableau 2 : Éléments analysés et limites de détection associées pour la méthode de digestion à l'eau régale .....	26
Tableau 3 : Éléments analysés et limites de détection associées pour la méthode de digestion quatre acides.....	27
Tableau 4 : Paramètres statistiques calculés par EGC pour les sols. Données en mg/kg. PCENS : Pourcentage de valeur censurée. LBFGP : Ligne de base de fond pédo-géochimique proposée. ....	46
Tableau 5 : Paramètres statistiques obtenus à partir des données pXRF corrigées sur les sols. ....	54
Tableau 6 : Calcul des MAF réalisé aux moyens de la suite R, et leurs corrélations avec la géologie, la topographie, les limites de domaines, les rivières et les anciens sites miniers. Avec : ALT : topographie, GEO : géologie, DFAI : plus proche distance limites de domaines géologiques, DHYD : plus proche distance à un point d'eau, DSIT : plus proche distance aux anciens sites miniers. Note d'évaluation des forces de corrélation (Sig.) : Significative à 0.001 '***', Significative à 0.01 '**' Significative à 0.05 près '*' .....	63
Tableau 7 : Tableau des structures spatiales des 13 premiers MAFS .....	64
Tableau 8 : Proposition de lignes de base pédo-géochimique à proximité des contacts entre domaine suite aux calculs selon le protocole ADEME (2018) et l'observation des cartes tous échantillons et filtrés par la méthode MAF.....	68

## Liste des annexes

Annexe 1 : Certificat de contrôle qualité du laboratoire ALS .....	77
Annexe 2 : Calibration des données pXRF .....	109
Annexe 3 : Électronique - Base de données des analyses et des observations associées à l'échantillonnage (format numérique).....	113

# 1. Introduction

## 1.1. CONTEXTE DE L'ÉTUDE

Suite à la découverte de l'or en 1892, le secteur minier de Salsigne, localisé dans l'Aude, a fait l'objet d'une activité minière importante au cours du XX<sup>ème</sup> siècle. Le minerai exploité se caractérisait notamment par la présence importante d'arsenic.

Afin d'évaluer les impacts environnementaux liés aux exploitations minières et industrielles, et en particulier la dispersion géochimique d'origine anthropique, il convient d'évaluer au préalable les teneurs en métaux et métalloïdes naturellement présents, constituant le fond pédo-géochimique naturel local. Cette évaluation devra permettre de distinguer les sources de pollution des (fortes) anomalies naturelles et de définir les zones pouvant être retenues comme « Environnement Local Témoin », conformément à la méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués (MTES, 2017).

Par fond (au sens fond géochimique ou pédo-géochimique), on entend une gamme (ou population statistique) de concentration d'une substance donnée dans le sol ou le sous-sol, à une profondeur donnée sur un territoire donné. Le fond pédo-géochimique naturel n'a pas subi d'influence humaine. Il relève des seuls processus géologiques, pédologiques et biochimiques des matériaux en place (Ademe, 2018). Il convient de rappeler que dans le cas particulier des anciens sites miniers, les minéralisations qui ont été exploitées sont aussi à l'origine (avant exploitation) des anomalies géochimiques naturelles, c'est-à-dire une zone présentant des teneurs inhabituellement fortes d'un ou plusieurs métaux et métalloïdes dans le sol en lien avec des phénomènes géologiques. Ainsi, les éventuelles minéralisations non exploitées participent au fond pédo-géochimique.

Une étude a été menée récemment pour évaluer si ce bruit de fond pédo-géochimique pouvait être déterminé pour le secteur minier de Salsigne à partir des données issues de l'Inventaire Minier National (IMN) (Melleton *et al.*, 2020). Cette étude a permis de donner certains ordres de grandeur, confirmant un fond pédo-géochimique relativement élevé en arsenic pour certaines formations géologiques, notamment le groupe de Saint-Pons – Cabardès (schistes X) et l'unité de Roc Suzadou. Cependant, les données utilisées ont été acquises avec une vocation différente de celle de la détermination des fonds pédo-géochimiques. Les analyses réalisées au cours de l'IMN sont maintenant très largement dépassées d'un point de vue qualitatif. De plus, ce jeu de données est partiel et ne permet pas, pour certaines formations lithologiques, une caractérisation du fond pédo-géochimique sur la base des préconisations données par l'Ademe (2018) et la norme ISO 19258:2018.

Ainsi, le BRGM a été chargé en 2020 de la réalisation d'une campagne de caractérisation des valeurs de fond pédo-géochimique, par la réalisation d'analyses sur site en fluorescence X portable couplées à un échantillonnage systématique pour des analyses en laboratoire.

Le traitement statistique de ces données a ainsi pu combler les lacunes évoquées précédemment pour la connaissance du fond pédo-géochimique dans le secteur minier de Salsigne.

Ce rapport présente les résultats de ces travaux.

## **1.2. RAPPEL : NORME ISO 19258:2018**

La norme ISO 19258:2018 fournit les lignes directrices concernant les principes et principales méthodes pour la détermination des valeurs de fond relatives aux substances minérales et organiques présentes dans les sols à l'échelle locale et régionale. Notamment, les recommandations portent sur les stratégies d'échantillonnage et de traitement des données. Des méthodes d'échantillonnage et d'analyse sont donnés à titre d'exemple.

Les concentrations en éléments chimiques rencontrées dans les sols, sont, dans les conditions naturelles, contrôlées par la nature de la roche-mère sous-jacente et les processus pédo-génétiques à leur origine. Les usages, notamment les pratiques agricoles, modifient aussi potentiellement ces compositions.

Afin de décrire au mieux la variabilité spatiale des concentrations dans le sol, la norme ISO 19258:2018 préconise l'acquisition d'analyse pour plus d'une trentaine d'échantillons par ensemble considéré. Dans le cas des anciens sites miniers, il devient ainsi inévitable de procéder à des regroupements des formations lithostratigraphiques observées sur le document de référence représenté par la carte géologique au 1/50 000.

La profondeur d'échantillonnage au sein du sol n'est pas strictement cadrée, deux approches étant possibles : échantillonnage à profondeur fixe, ou échantillonnage selon un horizon spécifique. Ce point est discuté au § 3.2.

Enfin, afin de permettre une bonne comparabilité des données, il convient de fournir un certain nombre d'informations concernant le protocole d'échantillonnage et d'analyse, ainsi que la description des sites échantillonnés.

## **1.3. ZONE D'ÉTUDE**

La détermination du fond géochimique local doit se faire sur des emprises présentant les mêmes lithologies que les zones (potentiellement) impactées mais en dehors de toute influence des travaux miniers et industriels réalisés sur le secteur. En revanche les zones sous influence des minéralisations naturelles ne seront pas écartées du secteur d'étude.

La caractérisation des valeurs du fond pédo-géochimique naturel sous-entend l'évitement de point de prélèvement localisé dans des zones d'éventuelles influence anthropique. Dans le cadre de cette étude, l'activité minière ayant été importante dans la région de Salsigne, il a donc été nécessaire de travailler sur une surface relativement importante, afin d'éviter aussi les contaminations liées aux nombreux autres sites d'extraction du secteur.

D'un point de vue géologique, le secteur est caractérisé par un nombre important de formations lithologiques, notamment à l'échelle du 1/50 000. Afin de permettre la réalisation de cette étude, elles ont donc été regroupées en différents domaines selon leur nature et leur localisation, permettant le suivi des préconisations citées précédemment pour le nombre d'échantillons permettant l'obtention des valeurs de fond. Les détails de cette étape sont présentés dans la section suivante.

## 2. Contexte géologique et géologique

### 2.1. CONTEXTE GÉOGRAPHIQUE DE LA ZONE D'ÉTUDE

La zone d'étude représente une surface d'environ 50 km<sup>2</sup> localisée à une quinzaine de kilomètres au nord de la ville de Carcassonne, sur le flanc sud de la Montagne Noire. La morphologie générale correspond généralement à des plateaux pentés vers le sud, avec des entailles profondes formées par la rivière de l'Orbiel et ses affluents, principalement le Rieu Sec et le Grésillou. Le relief s'intensifie fortement vers le nord, le sud correspondant à la plaine du Minervois.

La zone d'étude correspond principalement à des zones de forêts vers le nord, alors que l'on retrouve au sud une majorité de champs cultivés. Les zones d'habitations sont assez peu dispersées, étant principalement regroupées en villages et hameaux.

Elle comprend sept anciennes concessions minières : Salsigne, Malabau, Villardonnell, Pujol, Lastours, La Caunette et Villanière (cf. Figure 1).

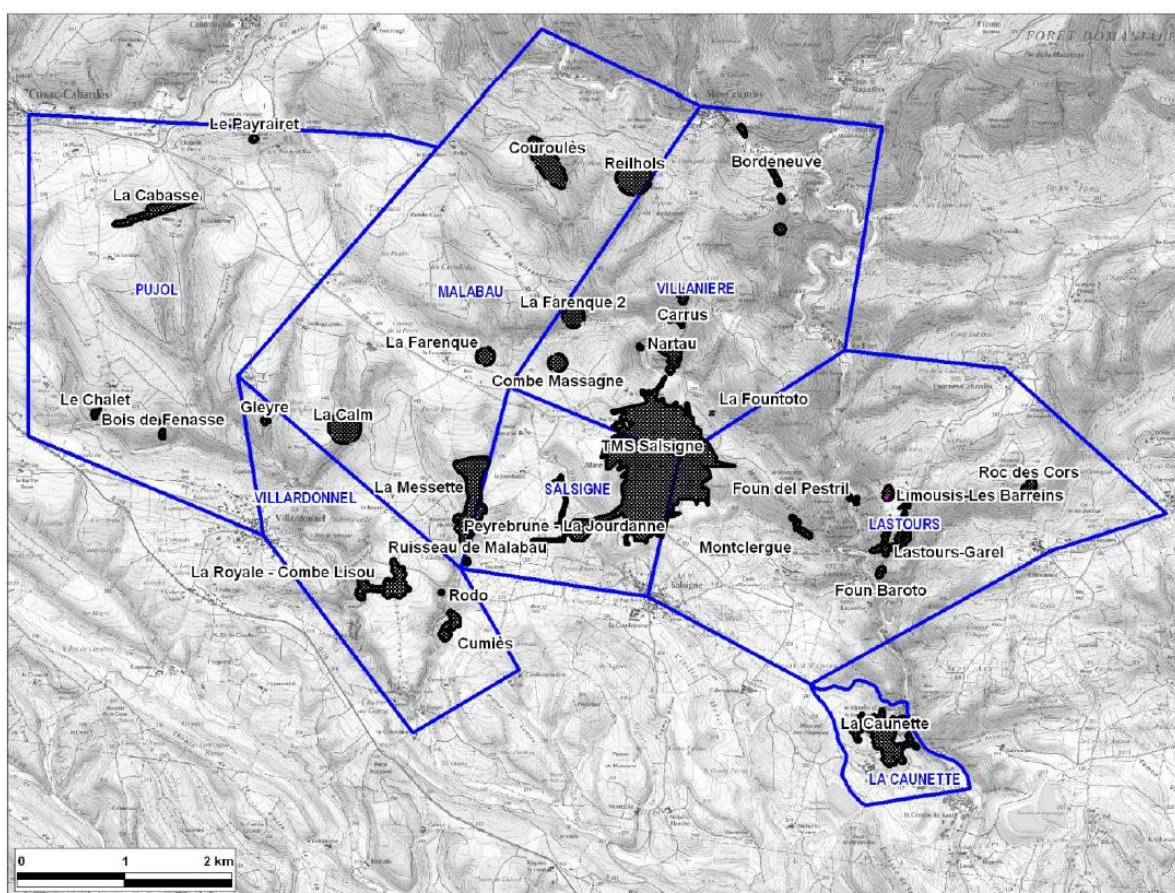


Figure 1 : Anciennes concessions minières présentes sur la zone d'étude (extrait de Serrand et al., 2012).

## 2.2. GÉOLOGIE

Le district aurifère de Salsigne s'étend sur environ 80 km<sup>2</sup> sur le versant sud de la Montagne Noire, au contact entre les séries schisteuses et gneissiques de la zone axiale et les séries sédimentaires paléozoïques de la nappe du Minervois (cf. Figure 2).

La zone axiale comprend principalement des séries para- et ortho-dérivées, issues d'un métamorphisme d'âge varisque.

Sur la bordure sud de la zone axiale, les schistes X (série du Cabardès et Saint-Pons) correspondent à une série grésopélitique monotone, avec un métamorphisme décroissant du nord vers le sud depuis son contact tectonique avec la zone axiale. Assez plissée, deux parties y ont été distinguées : la partie inférieure comprend des termes de shales hyper-alumineux et/ou graphiteux associés à des lits carbonatés, ainsi que des grès feldspathiques, alors que la partie supérieure est plus détritique et montre des termes volcanogènes. Certains termes graphiteux de la partie supérieure de cette série sont assez riches en pyrite et pyrrhotite disséminées. Une certaine corrélation partielle entre les séries para-dérivées de la zone axiale et les schistes X les surmontant a été proposée (Demange, 1975 ; 1985).

Les schistes X sont surmontés par une barre de quartzites couvertes de schistes et marquant le passage avec les unités du versant sud de la Montagne Noire (unité du Roc-Suzadou). Cet ensemble marque un contact tectonique majeur (Cassard *et al.*, 1993).

L'unité Nord-Minervois repose en contact tectonique anormal sur l'unité du Roc Suzadou, voir directement sur les schistes X au niveau de Salsigne. Elle est constituée à la base par une formation détritique, les grès de Marcory. Ceux-ci passent ensuite à des alternances grésocarbonatées du Cambrien inférieur, s'achevant par une barre de calcaires dolomitiques à archéocyathes. Dans le secteur de Salsigne, ces formations du Cambrien inférieur sont surmontées en discordance par des formations du Dévonien basal, constituées principalement de grès, conglomérats et pélites. Celles-ci sont recouvertes par des termes dévoniens carbonatés (pélites silteuses noires passant à des calcaires puis dolomie allant enfin vers des calcschistes versicolores).

Au sud de la zone d'étude, représentant l'aval des installations industrielles, les terrains tertiaires recouvrent en discordance ces formations paléozoïques. Celles-ci consistent en des alternances de formations conglomératiques et calcaires (environnements lacustres et marins), puis des formations à graviers et sableuses et s'achèvent par les formations molassiques (conglomérats, grès, marnes et sables et limons) de l'Éocène.

Afin de répondre aux préconisations de la norme ISO 19258:2018, un regroupement des formations lithostratigraphiques représentées sur la carte géologique au 1/50 000 de Carcassonne, qui recouvre la zone de l'étude, a été réalisé selon trois grands ensembles (cf. Tableau et Figure 3). Ce regroupement s'est basé sur l'homogénéité des domaines litho-tectoniques, et sur la faible superficie de certaines formations lithostratigraphiques. Les trois ensembles sont ainsi distingués : schistes de la zone axiale (sPR), nappes du Minervois (k-d) et tertiaire (e) (cf. Tableau). Le granite de Brousses, qui affleure en bordure nord-ouest de la zone d'étude, n'a pas été pris en compte, étant relativement éloigné de l'ancien secteur minier.



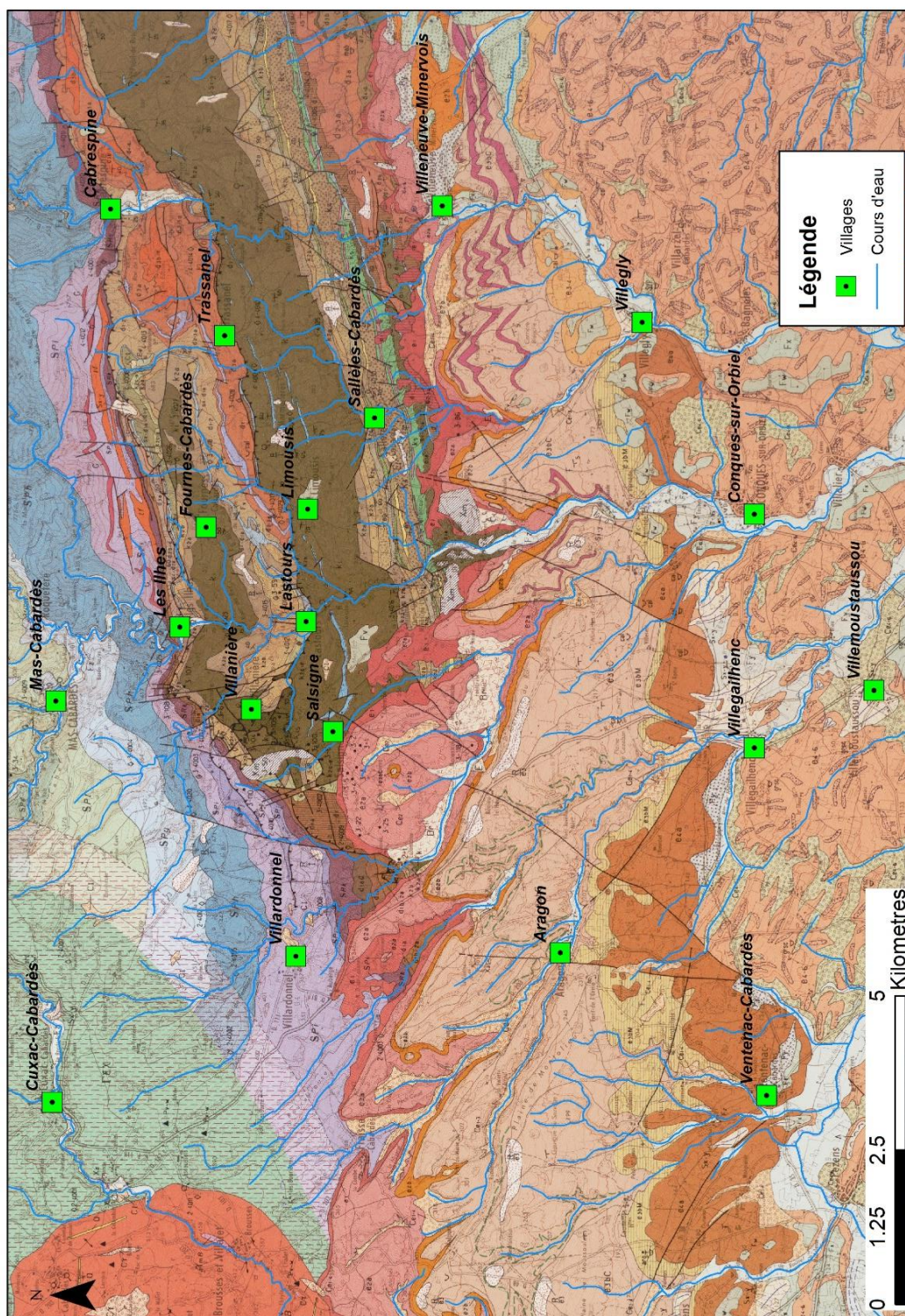


Figure 2 : Extrait de la carte géologique au 1/50 000 de Carcassonne (n° 1037) couvrant la zone d'étude. Nous renvoyons le lecteur vers cette dernière pour une légende précise des différentes formations géologiques cartographiées. Le Tableau en donne cependant un aperçu succinct.

Feuille de Carcassonne (1037)	Groupes / Unités	Description	Regroupement proposé géologie	Arguments	
Zone axiale de la Montagne Noire	SPF SPg SPH SPI SPK SPs	Schistes noirs et grès, schistes rubanés monotones	<b>SPR</b>	Domaine litho-tectonique homogène, avec domination des formations schisteuses intercalées par des formations détritiques plus grossières. Extensions de certaines formations trop limitées pour permettre l'acquisition d'un nombre suffisant de mesures pour déterminer un fond unitaire.	
		Grès			
		Schistes violets à niveaux de grès			
		Conglomérats, grès, quartzites			
		Schistes			
	Mappes du Minervois	Schistes X : Groupe de Saint Pons - Cabarabès  Groupe de Roc-Suzaudou	Schistes noirs		<b>k-d</b>
			Grès et calcschistes		
			Calcaires		
			Calcaires		
			Calcschistes		
Grès de Marcorry (grès et pélites)					
Calcschistes					
Alternances grés-carbonatées					
Calcaires dolomitiques					
Dolomies					
Alternances de dolomies et pélites					
Calcaires					
Calcaires					
Pélites					
Formation de Barroubio : quartzites et pélites, grès					
Calcaires et pélites					
Grès et quartzites micacés					
Série grés-pélique					
Grès, pélites et calcaires ferrugineux					
Calcaires					
Dolomies					
Calcaires					
Calcaires					
Calcaires et marbres					
Calcaires					
Jaspe à nodules phosphatées					
<b>Tertiaire</b>					
e1	Paléocène	Conglomérats, sables, limons argileux	<b>e</b>	Ensemble litho-tectonique cohérent avec un pôle carbonaté et un pôle détritique à domination continentale.	
e2a		Calcaires			
e2b		Conglomérats et sables, limons			
e3bC	Eocène	Calcaires avec passées sableuses et niveaux marneux			
e3bM		Marnes			
e4a		Calcaires			
e3-4	Graviers, sables, limons				
e4-6	Conglomérats, grès, marnes, limons (Molasses)				
e6	Conglomérats, grès, marnes, limons (Molasses)				

Tableau 1 : Proposition de regroupement pour les formations lithologiques décrites dans la carte géologique au 1/50 000 couvrant la zone d'étude.

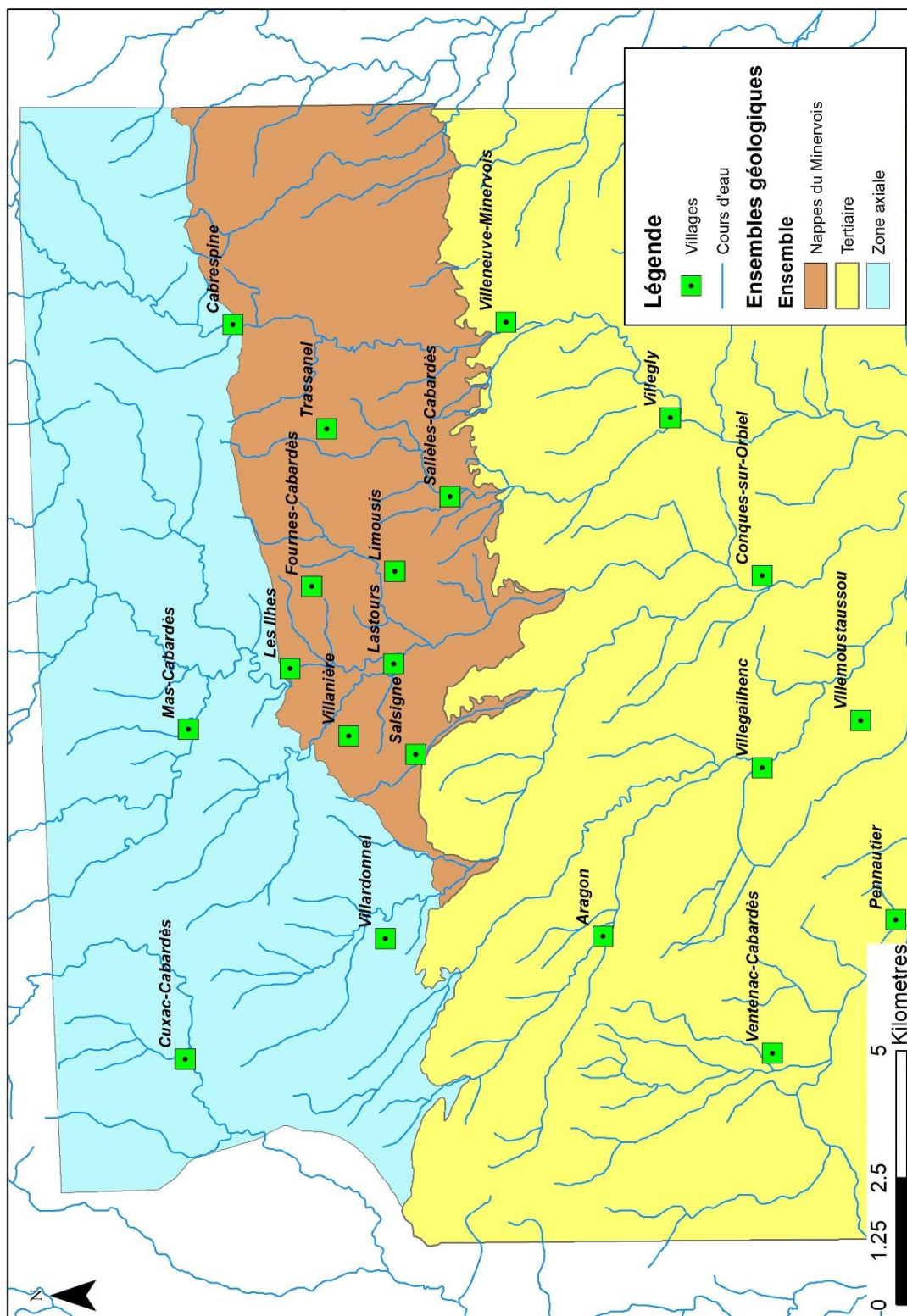


Figure 3 : Représentation cartographique des trois grands domaines issus des regroupements des formations lithologiques cartographiées au 1/50 000 (carte de Carcassonne, n°1037)

### 2.3. CONTEXTE GITOLOGIQUE

Le district de Salsigne se caractérise par de nombreux indices et gîtes à Pb, Zn, Cu, W et bien sûr Au-As.

Quatre événements minéralisateurs sont distingués dans le secteur (Lescuyer *et al.*, 1993 ; Marcoux & Lescuyer, 1994) :

- un épisode cambrien contemporain de la sédimentation carbonatée et correspondant à des minéralisations syn- à diagénétiques à Pb-Zn stratiformes (exemple, La Loubatière). Dans le secteur de cette étude, des petits rubans et disséminations de sphalérite et galène s'observent dans les alternances grés-carbonatées (ouest de la mine à ciel ouvert de Salsigne) et dans les calcaires à archéocyathes (nord-est de Lastours). Des stockwercks à quartz et galène recoupent aussi les siltites au cœur de la vallée de l'Orbiel ;
- un épisode dévonien inférieur, correspondant à des petites occurrences sédimentaires de fer (grès à magnétite, niveaux à oolites ferrugineuses) mais aussi des lentilles à barytine (lieu-dit Cammasou) et des disséminations de galène (nord de la MCO – mine à ciel ouvert - de Salsigne) ;
- un épisode tardi-varisque, principalement observé en bordure de la zone axiale, comprenant (1) des minéralisations à scheelite disséminée dans les niveaux carbonatés des schistes X et des filonets de quartz-wolframite-scheelite-cassitérite dans des faciès aplitiques recoupant les granites ; (2) les minéralisations filoniennes et en imprégnations sulfo-arséniées aurifères de Salsigne et plus au sud (3) des minéralisations filoniennes à Cu-Ag (secteur de Lastours-Roc des Cors), à galène-sphalérite-cuivre gris argentifère ; (4) des minéralisations cuprifères à quartz-chalcopyrite, arsénopyrite et (5) à l'extrémité sud, l'amas et le filon de La Caunette à galène argentifère, sphalérite et sidérite ;
- un épisode mésozoïque représenté par des zones silicifiées E-W à quartz-calcite-chalcopyrite-fluorite et rare barytine, avec des traces de bismuth et or signalés localement.

La mise en place des minéralisations formant le gisement de Salsigne est cependant complexe et intègre plusieurs stades d'évolution d'un système hydrothermal contrôlé par le régime de déformation locale (Demange *et al.*, 2006). L'altération supergène des minéralisations du secteur est relativement importante, comme en atteste la présence de chapeaux de fer qui ont été exploités au niveau des minéralisations affleurantes. Mais cette altération serait aussi très pénétrative, avec des minéraux marqueurs observés au-delà des 200 m sous la surface (Pagis, 1983). Cet auteur suggère que celle-ci serait relativement récente, en lien avec le creusement de la vallée de l'Orbiel et de la karstification des formations carbonatées de la zone. Cette altération aura eu un impact sur le fond pédo-géochimique avec une mobilisation de certains métaux associés aux minéralisations.

À l'est de Salsigne, des petits travaux pour Fe et Cu avec Au en sous-produit sont connus (type (3), (4) et (5)). Les nombreux indices Au-As connus dans les schistes X n'ont été exploités qu'à Villardonnell et à Malabau (ouest de Salsigne).

## 3. Méthodes déployées

### 3.1. SÉLECTION DES SITES DE PRÉLÈVEMENT

Le choix des sites de prélèvement a fait l'objet d'une approche orientée. Pour la caractérisation du fond pédo-géochimique, les points ont été placés à l'avance suivant la nature lithologique cartographiée à l'échelle 1/50 000 et l'absence vraisemblable de potentielle contamination anthropique, compte tenu des données historiques disponibles au moment de l'étude.

#### 3.1.1. Plan d'échantillonnage des sols

Des plans d'échantillonnages des sols ont été réalisés dans le cadre de l'étude en veillant à respecter les critères fixés par le cahier des charges et l'emprise de la zone d'étude.

Le plan de prélèvement des échantillons de sols non influencés par l'activité anthropique planifie 150 échantillons (cf. Figure 4). Ces échantillons, qui correspondent au fond géochimique régional, ont été positionnés suivant plusieurs critères :

- éviter les zones où des activités minières anciennes ou récentes ont été recensées ainsi que les sites de traitement ;
- être représentatif et avoir une répartition homogène dans les domaines géologiques établis et dans la mesure du possible des formations géologiques définies au sein de chaque domaine ;
- éviter les impacts liés à d'autres activités anthropiques (industries, zones fréquentées, zones remobilisées et/ou terrassées, routes, exploitations agricoles...).

Chaque domaine géologique défini (Zone Axiale, Nappes du Minervois et Tertiaire) est couvert par 50 échantillons de sols, soit un nombre suffisamment représentatif afin de réaliser des traitements statistiques et d'établir des gammes de valeurs représentatives du fond géochimique. Sur la carte du plan de prélèvement, la densité des échantillons est plus importante au Centre-Est de la zone d'étude, en raison d'une surface au sol légèrement plus faible du domaine des Nappes du Minervois.

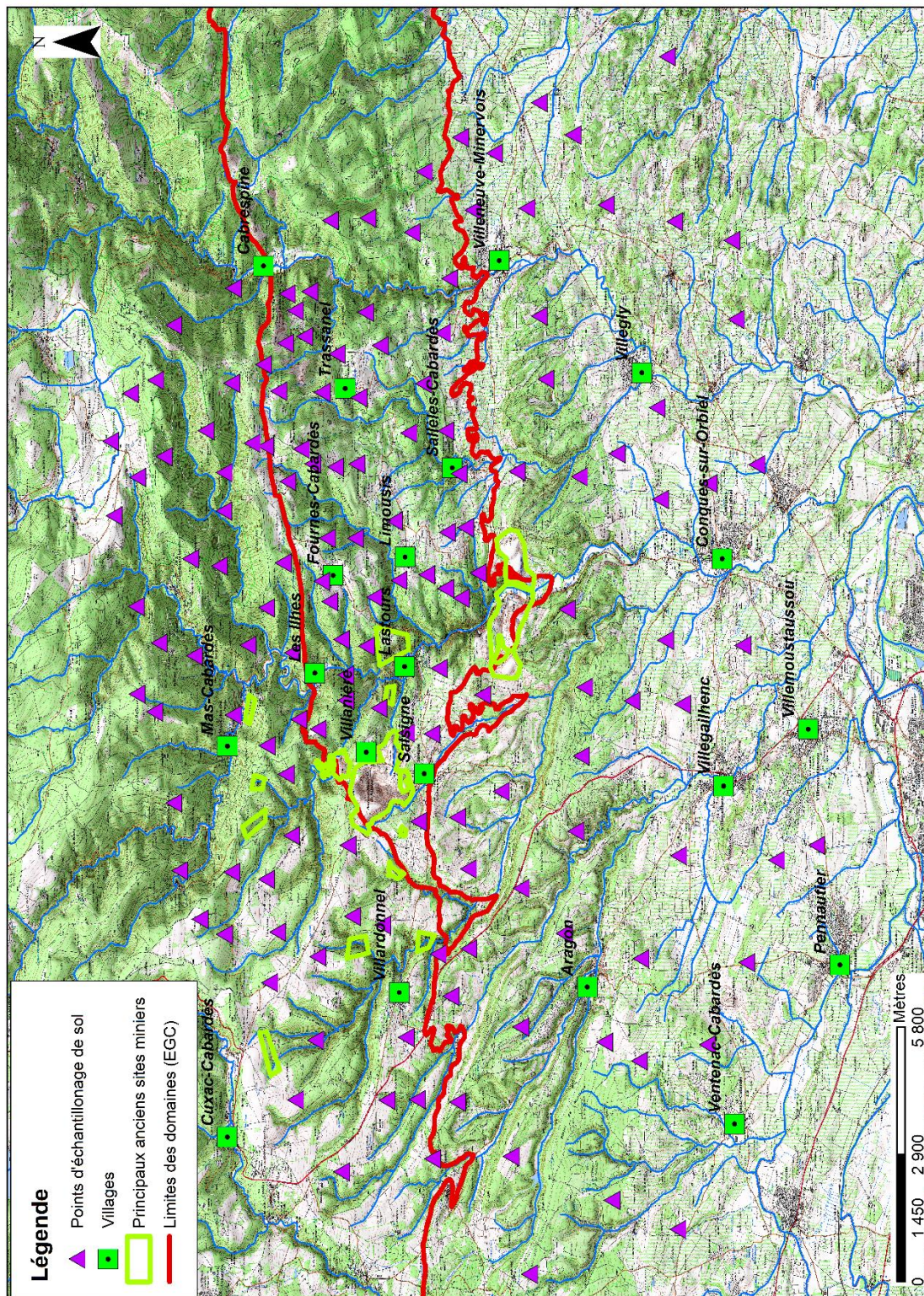


Figure 4 : Plan de prélèvement des échantillons de sols à vocation de détermination du fond pédogéochimique.

### **3.1.2. Mise en place d'une base de données**

Une base de données au format Access a été spécifiquement créée pour cette étude. Cette base de données a pour but de stocker la totalité des données de l'étude tels que le plan d'échantillonnage, les descriptions de terrain des différents types d'échantillons, les résultats d'analyses ainsi que les mesures XRF. Dans cette base de données, la totalité des informations collectées sur le terrain et détaillées dans la fiche d'échantillonnage décrite ci-après sont saisies à l'aide d'un formulaire de saisie qui respecte des lexiques de description établis à l'avance.

Cette base de données permettra par la suite, à l'aide de requêtes, d'exporter les données et résultats d'analyses spatialisées. Cette base de données est fournie en annexe électronique de ce rapport.

### **3.1.3. Cartes de terrain et fonds GPS**

Afin d'optimiser les travaux de terrain, les plans de prélèvements ont été imprimés au format A3. Des fonds de cartes IGN et géologiques ont également été produits et ajoutés en tant que fond GPS pour faciliter la navigation de terrain mais aussi pour s'assurer de réaliser les prélèvements dans les formations géologiques ciblées.

### **3.1.4. Fiche d'échantillonnage**

Une fiche d'échantillonnage a été établie afin d'avoir des observations homogènes entre les prélèvements de terrain et les champs à saisir dans la base de données du projet (cf. Figure 5). Chaque point de prélèvement a fait l'objet d'une fiche de prélèvement. De même, une simple mesure pXRF réalisée à titre d'orientation et de validation, a aussi fait l'objet du remplissage d'une fiche.

### Fiche analyse et échantillonnage sol – Environnement minier

Type de campagne :  Fond pédogéochimique  Traçage des sources

N° échantillon : _____ Date : _____ Nom de l'agent : _____		Coordonnées (UTM WGS84) : X _____ Y _____ N° théorique du point : _____	
<b>Environnement</b> <b>Pente (localisation, orientation)</b> <input type="checkbox"/> Haut <input type="checkbox"/> Milieu <input type="checkbox"/> Bas <input type="checkbox"/> N <input type="checkbox"/> NE <input type="checkbox"/> E <input type="checkbox"/> SE <input type="checkbox"/> S <input type="checkbox"/> SW <input type="checkbox"/> W <input type="checkbox"/> NW <input type="checkbox"/> Forte <input type="checkbox"/> Moyenne <input type="checkbox"/> faible <input type="checkbox"/> nulle  <b>Usage</b> <input type="checkbox"/> Prairie <input type="checkbox"/> Champ cultivé <input type="checkbox"/> Taillis <input type="checkbox"/> Forêt cultivée <input type="checkbox"/> Forêt sauvage <input type="checkbox"/> Jardin potager <input type="checkbox"/> Jardin d'ornement <input type="checkbox"/> Aire de jeux <input type="checkbox"/> Autres : _____ Précisez : _____  <b>Dernière pluie :</b> _____  <b>Lithologie sur carte géologique :</b> _____		<b>Sources possibles de contamination</b> <input type="checkbox"/> Ordures <input type="checkbox"/> Clôture <input type="checkbox"/> Route / Chemin Distance : _____ m <input type="checkbox"/> Résidus de traitement <input type="checkbox"/> Argileux <input type="checkbox"/> Sableux <input type="checkbox"/> hydrocarbures <input type="checkbox"/> Hard-pan <input type="checkbox"/> Précipitations sulfates <input type="checkbox"/> Stériles miniers Distance : _____ m <input type="checkbox"/> Fragments minéralisés <input type="checkbox"/> Ouvrage minier souterrain <input type="checkbox"/> Ancienne carrière <input type="checkbox"/> Ancienne tranchées Distance : _____ m <input type="checkbox"/> Autres - Précisez : _____  Commentaires libres : _____	
<b>Description du sol analysé / échantillonné</b> <b>Profondeur :</b> _____ cm <b>Couleur :</b> <input type="checkbox"/> Noir <input type="checkbox"/> Blanc <input type="checkbox"/> Jaune <input type="checkbox"/> Orange <input type="checkbox"/> Rouge <input type="checkbox"/> Marron <b>Ecrasez ici un peu de sol :</b>  Présence de matière organique <input type="checkbox"/> Présence de racine <input type="checkbox"/> Présence d'éléments grossiers <input type="checkbox"/> Taille : _____ cm Type d'éléments : Anguleux <input type="checkbox"/> Arrondis <input type="checkbox"/> Lithologie éléments : _____  <b>Humidité :</b> sec <input type="checkbox"/> peu humide <input type="checkbox"/> humide <input type="checkbox"/> très humide <input type="checkbox"/>  <b>Granulométrie moyenne :</b> <b>Composition :</b> Sable _____ limon _____ Argile _____ □□□□□□□□□□□□□□□□		<b>Numéro d'analyse pXRF :</b> _____  <b>Prise d'un échantillon :</b> <input type="checkbox"/> <b>Tamissage (2 mm) :</b> <input type="checkbox"/> <b>Numéro de photo(s) :</b> _____  <b>Commentaires échantillon/analyse :</b> As: Pb: Zn: Cu: Co: Ni: Fe: Mn: Cd:	

Figure 5 : Fiche d'échantillonnage utilisée pour les prélèvements et mesures réalisées au cours de l'étude.



### 3.2. PRÉLÈVEMENTS DES ÉCHANTILLONS

Comme décrit dans la méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués (MTES, 2017), la profondeur d'échantillonnage doit être adaptée au contexte des investigations réalisées. Dans le cadre de la définition d'un fond pédo-géochimique servant de référence aux études environnementales futures, ce dernier devra être déterminé dans les mêmes horizons d'investigation que les études environnementales menées sur le secteur et adapté aux scénarios spécifiques d'exposition étudiés. Pour les anciens sites miniers, ceux-ci comprennent majoritairement les expositions par ingestion de sol de surface, principalement par les enfants (horizon 0-5 cm ou 0-10 cm) ou par les activités de jardinage (horizon 0-20 cm ou 0-30 cm).

L'horizon pédologique ciblé dans cette étude est l'horizon B, essentiellement constitué de minéraux d'altération et de fragments de roche mère. Pour ce faire, lors du prélèvement, l'horizon A essentiellement riche en humus et matière organique sera décapé sur une surface carrée allant de 10 à 20 cm de côté. L'horizon ciblé correspond aux horizons majoritairement considérés dans le cadre d'études environnementales (principalement liés aux expositions par les sols de surface). Dans le cas où le sol est développé sur de la roche ou que l'horizon de surface est peu épais, la zone de prélèvement est plus étendue pour pouvoir prélever suffisamment de sol. Le prélèvement se fait à une profondeur variant entre 5 et 20 cm en fonction des conditions de développement du sol. Dans un environnement où la roche mère affleure, la surface du prélèvement sera agrandie pour avoir suffisamment de matériel. L'échantillon est tamisé sur place à 2 mm, fraction majoritairement considérée dans les études environnementales (Amalric *et al.*, 2015), homogénéisé (cf. Figure 6) et mesuré in situ au XRF portable (cf. Figure 7). Chaque échantillon (environ 500 g) a ensuite été prélevé dans un sachet plastique préalablement numéroté en respectant la numérotation du point théorique établie en amont afin d'être analysé en laboratoire.



Figure 6 : Exemple d'un prélèvement de sol tamisé à 2 mm.



Figure 7 : Analyse au pXRF sur un échantillon préparé.

### 3.3. ANALYSES AU SPECTROMÈTRE DE FLUORESCENCE X PORTABLE (PXRF)

La spectrométrie à fluorescence X (XRF) permet de mesurer l'émission secondaire des rayons X. En effet, lorsque l'on bombarde de la matière avec des rayons X, la matière réémet de l'énergie sous la forme, entre autres, de rayons X dont le spectre est caractéristique de la composition de l'échantillon. L'analyse de ce spectre permet donc de déduire les concentrations massiques en éléments de l'échantillon analysé. Le développement d'appareil portable permet de réaliser des mesures directement sur site avec une préparation minimale de l'échantillon (voir plus loin).

L'appareil utilisé pour cette étude est un NITON® XL3t980 (cf. Figure 8) équipé d'un tube émetteur X 50 kV et d'un détecteur GOLDD+ (Geometrically Optimized Large Area Drift Detector). Il peut détecter ou analyser les éléments de numéro atomique entre le soufre et l'uranium pourvu que leur teneur soit suffisante et qu'il n'y ait pas d'interférences.

Le spectromètre pXRF possède deux modes de mesure :

- mode « Sol » : la plupart des éléments « lourds » sont analysés dans les gammes de teneurs en traces : depuis la limite inférieure de quantification (LQ, notée LOD dans les fichiers NITON®), qui varie entre 5 et 500 mg/kg selon l'élément et la matrice, et la limite supérieure, de l'ordre de quelques % ;
- mode « Minerai » : plus adapté aux teneurs majeures entre quelques % et quelques dizaines de %, il convient mieux aussi pour les éléments « légers » (Si, Al, P, S....). Ce mode peut être utilisé aussi pour les traces dans de nombreux cas.



Figure 8 : Spectromètre pXRF NITON® XL3t980.

Il est important de souligner que la pXRF livre des résultats de teneurs plus ou moins éloignées de la réalité, notamment car l'humidité de l'échantillon, sa composition minéralogique et sa granulométrie peuvent affecter le résultat obtenu. Ainsi, des analyses en laboratoire sont généralement réalisées sur environ 10 % des échantillons afin de calibrer les résultats pXRF et les transformer en données « équivalent laboratoire ». La calibration fonctionne cependant plus ou moins bien selon l'élément considéré. Dans le cas de cette étude, l'ensemble des échantillons a été analysé en laboratoire, ce qui permet une calibration avec la totalité de ces données. Les droites de calibration ont été réalisées pour cette étude de manière automatique par le logiciel R. Elles sont présentées dans l'annexe 2. La corrélation étant très mauvaise pour Sb, Cd, Cr, Ni et V, du fait d'une répartition des teneurs trop proches des limites de détection de l'appareil, il n'a pas été appliqué de calibration pour ces éléments, dont les mesures doivent donc être considérées comme qualitatives.

Les mesures sont effectuées en mode sol après calibration interne. Le temps de comptage est de 30 secondes pour chacun des 3 filtres (NITON®), ce qui fait un temps total d'environ 90 secondes. Lorsque les teneurs mesurées sont élevées (usuellement à partir du %), une mesure en mode minerais est également effectuée, pour préciser la teneur. Ces deux modes correspondent à une calibration spécifique du spectromètre, adaptée aux gammes de teneur à mesurer. La réponse de fluorescence X n'est pas totalement linéaire sur la large gamme de teneurs couverte. On considère ici comme élevées :

- des teneurs supérieures à 1 % pour les éléments habituellement en traces ;
- des teneurs supérieures à 10 % pour les éléments majeurs lorsqu'une abondance particulière est susceptible d'affecter la mesure des autres éléments par un effet de matrice.

La mesure en mode minerais est nécessaire pour quantifier les sources et les impacts. Elle n'est pas nécessaire pour la détermination précise des valeurs de fond pédo-géochimique, sauf lorsque des teneurs élevées en fer sont observées.

### 3.4. ANALYSES EN LABORATOIRE

Les analyses en laboratoire ont été réalisées au laboratoire ALS Global localisé à Galway en Irlande.

Deux méthodes d'analyse ont été appliquées après un broyage jusqu'à atteinte de 85 % de 250 g d'échantillon inférieure à 75 µm :

- digestion de 0,5 g à l'eau régale (mélange d'acide nitrique et d'acide chlorhydrique concentrés à un ratio de 1:3) et analyse par ICP-MS et ICP-AES (code ME-MS41L) ;
- digestion de 0,25 g par la méthode quatre acides (combinaison d'acides nitrique, perchlorique, hydrofluorique avec un stade final par acide chlorhydrique) puis analyse par ICP-MS et ICP-AES (code ME-MS61).

La méthode de digestion par eau régale n'extrait pas toujours l'ensemble des éléments d'un échantillon, mais est très largement utilisée dans le domaine environnemental car elle serait considérée comme représentative de la fraction anthropique du métal présent dans l'échantillon (Almaric *et al.*, 2017). Cette approche est idéale pour la dissolution des sulfures et le relargage des éléments fixés sur des argiles, ou piégés sur des oxydes et hydroxydes de fer et manganèse (note technique ALS). La méthode de digestion par quatre acides, plus agressive, permet une mise en solution quasi-totale de l'échantillon, notamment la mise en solution de la plupart des silicates et des oxydes. Par contre, certains éléments volatils peuvent être sous dosés avec cette méthode (Ge, Hg, Sb notamment).

Les éléments analysés et les limites de détection des deux méthodes sont présentées dans les Tableaux 2 et 3.

La précision attendue pour les deux méthodes est de  $\pm 10\%$  (valeur donnée par le laboratoire).

ME-MS41L Analytes and Reporting Ranges											
Analyte	Units	Lower Limit	Upper Limit	Analyte	Units	Lower Limit	Upper Limit	Analyte	Units	Lower Limit	Upper Limit
Au	ppm	0.0002	25.0	Ag	ppm	0.001	100	Al	%	0.01	25.0
As	ppm	0.01	10000	B	ppm	10	10000	Ba	ppm	0.5	10000
Be	ppm	0.01	1000	Bi	ppm	0.0005	10000	Ca	%	0.01	25.0
Cd	ppm	0.001	1000	Ce	ppm	0.003	500	Co	ppm	0.001	10000
Cr	ppm	0.01	10000	Cs	ppm	0.005	500	Cu	ppm	0.01	10000
Fe	%	0.001	50	Ga	ppm	0.004	10000	Ge	ppm	0.005	500
Hf	ppm	0.002	500	Hg	ppm	0.004	10000	In	ppm	0.005	500
K	%	0.01	10	La	ppm	0.002	10000	Li	ppm	0.1	10000
Mg	%	0.01	25.0	Mn	ppm	0.1	50000	Mo	ppm	0.01	10000
Na	%	0.001	10	Nb	ppm	0.002	500	Ni	ppm	0.04	10000
P	%	0.001	1.00	Pb	ppm	0.005	10000	Pd	ppm	0.001	25.0
Pt	ppm	0.002	25.0	Rb	ppm	0.005	10000	Re	ppm	0.0002	50
S	%	0.01	10	Sb	ppm	0.005	10000	Sc	ppm	0.005	10000
Se	ppm	0.003	1000	Sn	ppm	0.01	500	Sr	ppm	0.01	10000
Ta	ppm	0.005	500	Te	ppm	0.003	500	Th	ppm	0.002	10000
Ti	%	0.001	10	Tl	ppm	0.001	10000	U	ppm	0.005	10000
V	ppm	0.1	10000	W	ppm	0.001	10000	Y	ppm	0.003	500
Zn	ppm	0.1	10000	Zr	ppm	0.01	500				

Tableau 2 : Éléments analysés et limites de détection associées pour la méthode de digestion à l'eau régale.

ME-MS61 Analytes and Reporting Ranges											
Analyte	Units	Lower Limit	Upper Limit	Analyte	Units	Lower Limit	Upper Limit	Analyte	Units	Lower Limit	Upper Limit
Ag	ppm	0.01	100	Al	%	0.01	50	As	ppm	0.2	10000
Ba	ppm	10	10000	Be	ppm	0.05	1000	Bi	ppm	0.01	10000
Ca	%	0.01	50	Cd	ppm	0.02	1000	Ce	ppm	0.01	500
Co	ppm	0.1	10000	Cr	ppm	1	10000	Cs	ppm	0.05	500
Cu	ppm	0.2	10000	Fe	%	0.01	50	Ga	ppm	0.05	10000
Ge	ppm	0.05	500	Hf	ppm	0.1	500	In	ppm	0.005	500
K	%	0.01	10	La	ppm	0.5	10000	Li	ppm	0.2	10000
Mg	%	0.01	50	Mn	ppm	5	100000	Mo	ppm	0.05	10000
Na	%	0.01	10	Nb	ppm	0.1	500	Ni	ppm	0.2	10000
P	ppm	10	10000	Pb	ppm	0.5	10000	Rb	ppm	0.1	10000
Re	ppm	0.002	50	S	%	0.01	10	Sb	ppm	0.05	10000
Sc	ppm	0.1	10000	Se	ppm	1	1000	Sn	ppm	0.2	500
Sr	ppm	0.2	10000	Ta	ppm	0.05	500	Te	ppm	0.05	500
Th	ppm	0.01	10000	Ti	%	0.005	10	Tl	ppm	0.02	10000
U	ppm	0.1	10000	V	ppm	1	10000	W	ppm	0.1	10000
Y	ppm	0.1	500	Zn	ppm	2	10000	Zr	ppm	0.5	500

Tableau 3 : Éléments analysés et limites de détection associées pour la méthode de digestion quatre acides.

### 3.5. ANALYSE ET CONTRÔLE QUALITÉ

Afin de s'assurer de la qualité des résultats obtenus, le protocole suivant a été mis en place :

- insertion d'un standard certifié dans le lot d'échantillons à intervalles réguliers ;
- insertion d'échantillon doublon dans le lot d'échantillons à intervalles réguliers.

Le nombre d'échantillons ainsi analysés dans le cadre de ce protocole est au nombre de 26 soit 12 % du nombre total d'analyses. Pour information, les normes internationales prévoient généralement entre 5 à 10 % d'analyses dédiées à la vérification de la qualité des analyses.

Sur les 26 analyses de contrôle de qualité, 13 correspondent à des duplicatas de laboratoire et 13 à des analyses de standards certifiés.

Deux standards certifiés ont été utilisés pour cette étude, tous deux fournis par OREAS (<https://www.oreas.com/>) :

- 904, correspondant à une poudre issue d'un minerai cuprifère (concentration certifiée à 0,63 % de Cu, méthode quatre acides) échantillonné dans la mine de Lady Annie (Australie, Queensland), minéralisation oxydée encaissée dans des grès et siltites dolomitiques, carbonatées et argileuses. Ce standard a été sélectionné pour sa concentration importante en arsenic, certifiée à 98 mg/kg (méthode quatre acides) ;
- 45e, correspondant à un sol latéritique, une matrice vraisemblablement plus proche des sols rencontrés dans la zone d'étude. Cependant, la concentration en arsenic est relativement basse par rapport à l'attendu dans la zone d'étude, avec une valeur certifiée à 16 mg/kg (méthode quatre acides).

### 3.6. DÉTERMINATION STATISTIQUE DES FONDS PÉDOGÉOCHIMIQUES

Les données obtenues sur les sols ont été traitées pour l'établissement des fonds géochimiques selon la méthodologie établie par l'ADEME (ADEME 2018 a et b ; cf. Figure 9). Celle-ci comprend pour un territoire deux grandes étapes :

- la division du territoire en entités géographiquement cohérentes (EGC). Ces entités sont établies en interceptant la carte géologique (contribution géogénique naturelle du fond) avec un plan d'usage ou d'impact (contribution anthropogénique au fond). Comme exprimé précédemment, les EGC déterminées précédemment correspondent aux trois grands domaines géologiques : Schistes de la zone axiale, Nappes du Minervois et Tertiaire ;
- les statistiques géochimiques et le fond géochimique ont alors été calculés pour chaque EGC.

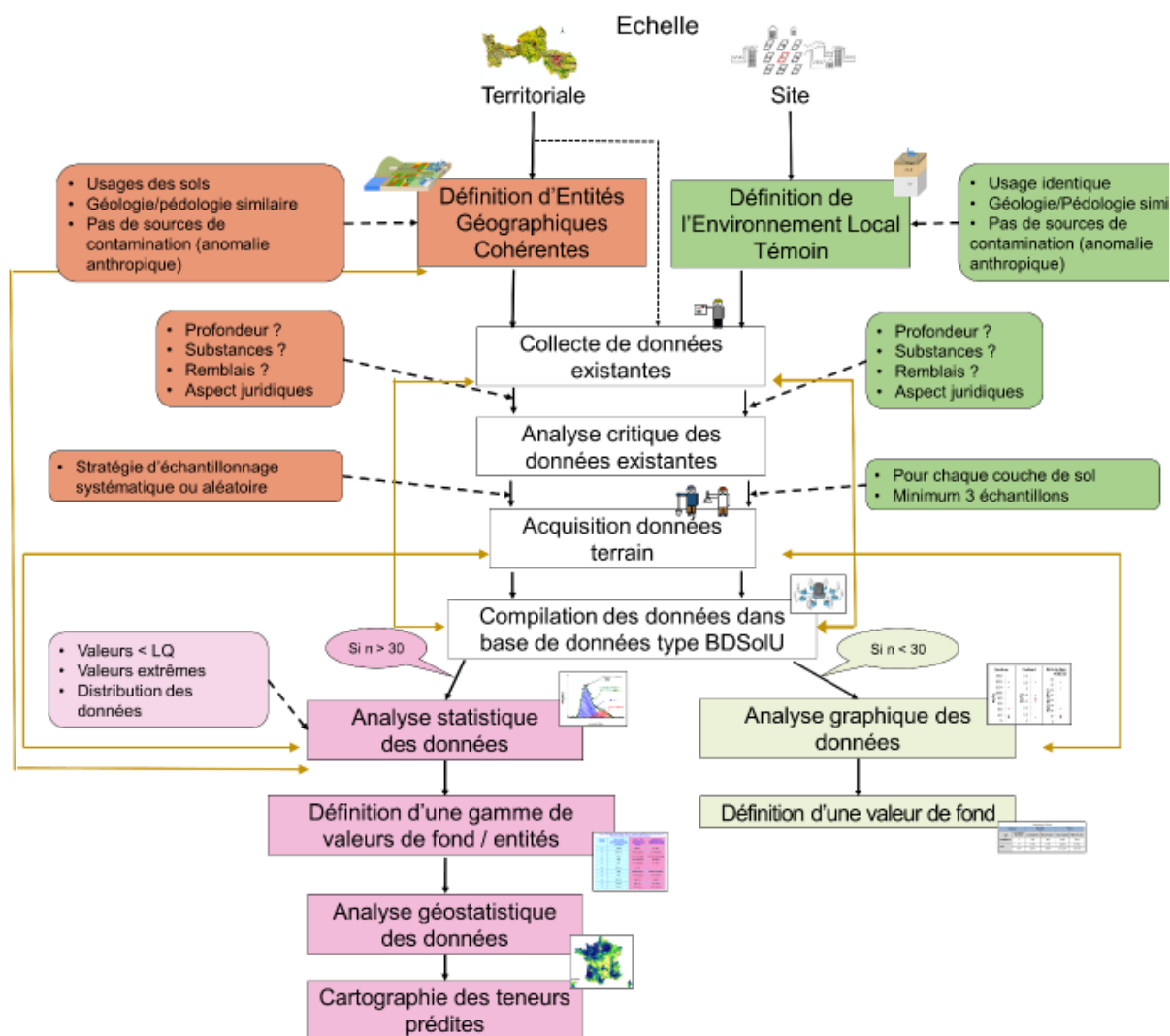


Figure 9 : Logigramme des principes généraux de la méthodologie française de détermination des valeurs de fonds à l'échelle du territoire et à l'échelle d'un site (ADEME, 2018).

Les statistiques géochimiques et donc le fond géochimique sont délicates à établir en raison de trois principaux biais :

- la présence de fortes valeurs ("outliers"), dans le contexte minier, en lien avec des minéralisations naturelles non exploitées peuvent impacter significativement le fond pédo-géochimique à leur voisinage. Ces valeurs ne doivent pas être supprimées de l'EGC. En revanche, les fortes valeurs d'origine anthropique ont été évitées par le plan d'échantillonnage établi. D'une manière générale, fortes valeurs et toute multi-modalité doivent être gérées en amont de manière à ce que la distribution des teneurs par EGC soit le plus proche de la normale possible ;

- la présence de valeurs inférieures à la limite de quantification (LQ ou Idd) produit un biais lors du traitement statistique, et les résultats en deviennent souvent ininterprétables si elles sont trop nombreuses ;
- les données d'analyses utilisées en géochimie (ppm, mg/kg) sont en fait des proportions et ne portent qu'une information relative entre les différents constituants. Leur somme est constante (1 kg, 1 million, etc..). Cette condition est appelée « *la fermeture* » et elle introduit des biais, particulièrement dans l'interprétation des corrélations statistiques et les analyses en composantes principales. Aitchison J. (1986) propose des transformations pour ouvrir la fermeture dont la plus utilisée est la transformation du ratio log centré ou « *clr* ». Il en existe de plus complexes dénommées « *ilr* » ou « *Balances* ». Une telle approche en géochimie est dénommée CODA (COmpositional Data Analysis) développée depuis les années 90 par Aitchison (1986), Pawlowsky-Glahn et Buccianti (2011), Pawlowsky-Glahn *et al.* (2015).

Le BRGM s'est intéressé aux méthodes de correction de ces biais dans le cadre de ses travaux sur le fond géochimique urbain (Sancho 2016 ; Brunet 2016) et a mis au point des contres mesures :

- pour les outliers, ceux-ci sont identifiés manuellement ou sous ACP et peuvent être affectés à une EGC spécifique « *IMP* » comme impact ;
- pour les valeurs inférieures à la LQs, le BRGM applique les méthodes de Helsel (Helsel 2012) par le biais d'un protocole développé par Sancho en 2016 (cf. Figure 10). Le principe de base de cette méthode réside dans la prise en compte de l'information que représente la proportion de valeurs inférieures à la LQ par rapport à celle des valeurs supérieures. En effet, si on considère deux jeux de données présentant des dispersions statistiques identiques mais contenant respectivement 75 % et 10 % de valeurs inférieures à une LQ unique et identique pour les deux populations, le premier jeu de données contient de manière évidente plus de valeurs faibles que le deuxième. En utilisant les valeurs au-dessus de la LQ et la proportion de données sous cette LQ, il est possible d'étudier la véritable distribution des données. Ce procédé permet de déduire des statistiques débiaisées du biais de LQ (moyennes, médiane, quantiles) et de réaliser des ACP non biaisées des LQ mais toujours affectées du problème de fermeture qui les rends compactes et délicates à lire ;
- pour appliquer une approche CODA ou une quelconque géostatistique aux données, il convient au préalable de résoudre le problème lié aux LQs par affectation de ces données. Cette affectation doit être choisie avec soin. Pour cela, le BRGM (Belbeze *et al.*, 2019) calcule d'abord le variogramme des valeurs supérieures à la limite de quantification puis à l'aide de celui-ci génèrent une distribution qui est échantillonnée (échantillonneur de Gibbs) pour être affectée aux valeurs < LQ ou hors range. Les algorithmes comme des ACPs, analyses de facteurs (FA) ou la cartographie géostatistique peuvent alors être appliquées.

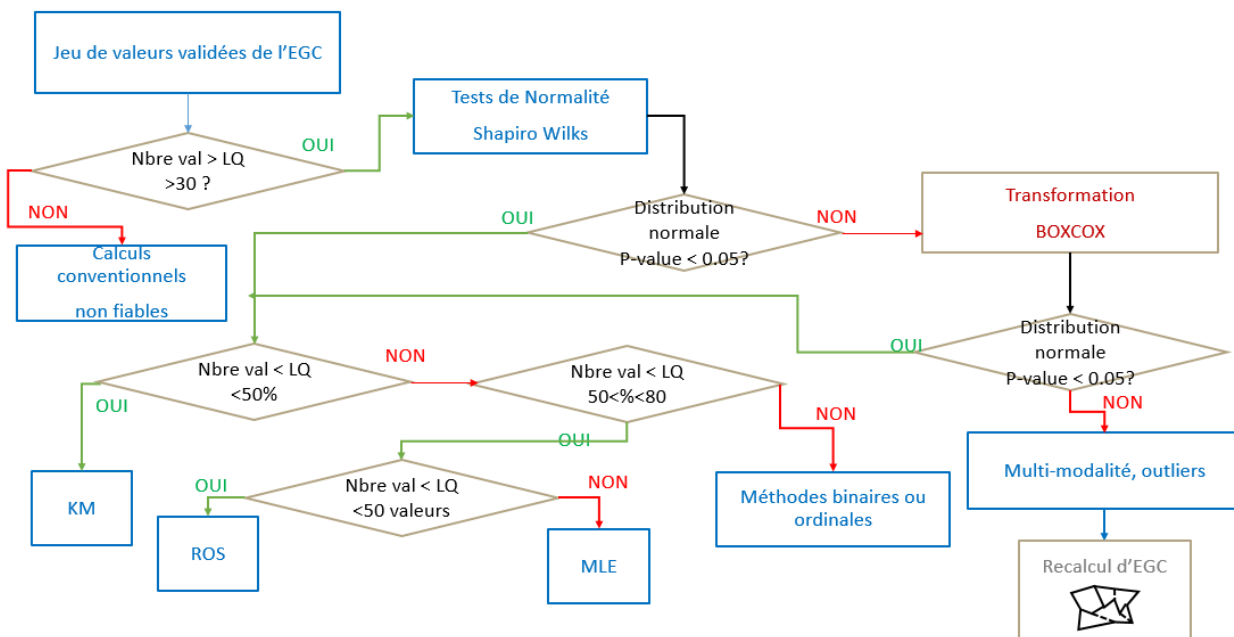


Figure 10 : Protocole d'analyse statistique des teneurs en EGC selon le protocole « Sancho ».

### 3.6.1. Découpage des données en EGC

Il est réalisé en croisant la cartographie simplifiée du secteur avec la nature impactée ou non (outliers) des échantillons.

Avec un tel découpage, les fonds géochimiques vont être portés par les EGC SOL pour les trois domaines géologiques respectifs de la zone axiale, des nappes du Minervois et du Tertiaire (cf. Figure 11).

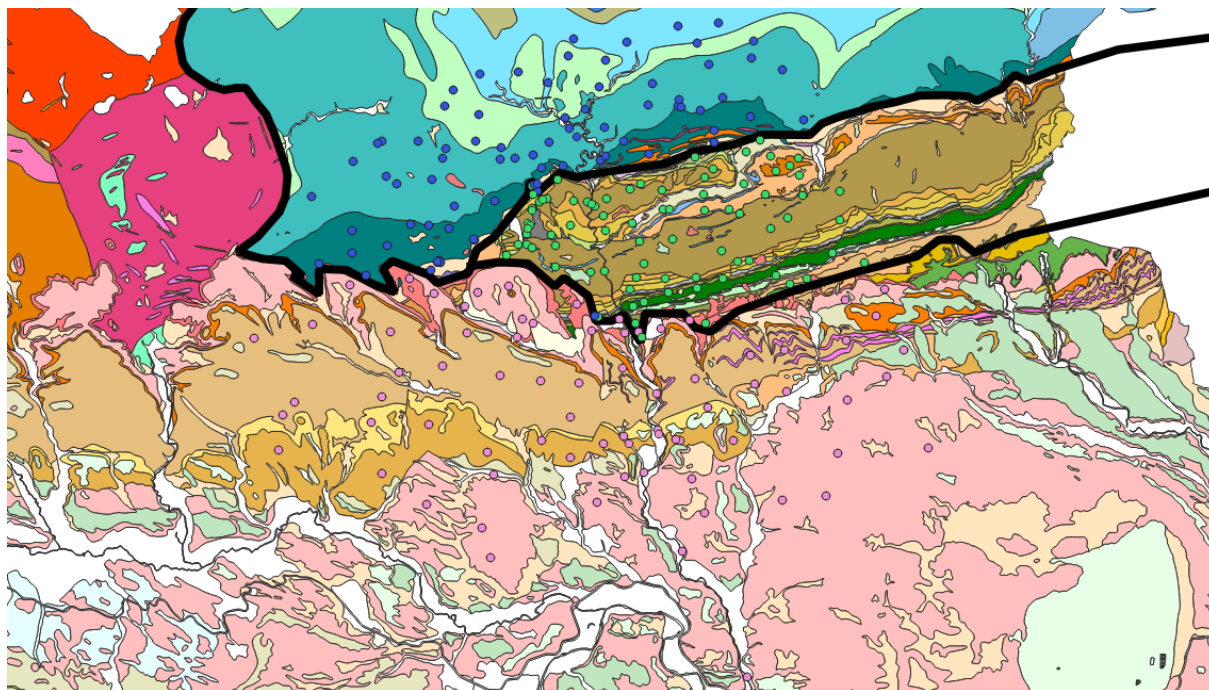


Figure 11 : Ensemble des points de prélèvements de l'étude. Avec en gras les limites de domaines. Points verts : Nappes du Minervois ; Points roses : Tertiaire et points bleus : zone axiale. Fond : carte géologique harmonisée au 1/50 000 du département de l'Aude.



### 3.6.2. Choix de la ligne de base du fond pédogéochimique (LBFG)

Une fois les statistiques de bases (moyenne, centiles, variances) déterminées, il convient de choisir une valeur statistique pour le calcul de la **ligne de base du fond pédogéochimique (LBFG), c'est-à-dire la valeur maximale au-delà de laquelle les mesures pourront être considérées comme anormales, potentiellement en lien avec un impact d'activité anthropique**. A ce jour, plusieurs valeurs sont proposées :

- médiane plus deux fois l'écart absolu médian (MED+2MAD) ;
- centile 90 % (Q90) ou centile 95 % (Q95) ;
- la Vibrisse supérieure de Tukey.

**Les LBFG sont des mesures statistiques et à ce titre un nombre d'échantillons suffisant par EGC est nécessaire (en général > 30).**

Il n'y a pas de consensus à l'heure actuelle (se référer à Belbeze *et al*, 2019 pour une abondante discussion sur le sujet de l'établissement des fonds pédogéochimiques anthropisés pour la métropole toulousaine). En l'attente d'un consensus national, une règle provisoire et rationnelle a été appliquée par le BRGM pour la détermination des fonds :

- le calcul des teneurs par EGC est réalisé avec la méthode « Sancho » (rapport BRGM/RP-66306-FR d'octobre 2016) qui tient compte des limites de quantification des méthodes d'analyses ;
- les échantillons sont vérifiés comme correctement prélevés et de type « Sols sans influence anthropique ». Ce faisant, il n'y a pas de valeurs anormales *a priori* dans le jeu. Il n'y a plus alors de choix épistémique de valeurs de troncation entre populations ;
- effectif < 10 => maximum des concentrations (très incertain). Ceci permet d'être cohérent avec le guide de détermination des fonds à l'échelle du site (ADEME, 2018) ;
- 10 < Effectif < 30 ou taux de censure > 25 % => Q90. Le BRGM rejoint ici la recommandation de la SCM (Société de Calcul Mathématique, SA) en contexte sensible et l'approche allemande (LABO, 2003) ;
- effectif > 30 et taux de censure < 5 % et distribution symétrique => Vibrisse supérieure de Tukey. Il s'agit du cas classique ;
- effectif > 30 ou taux de censure compris entre 5 % et 25 % => Q90. Le BRGM rejoint ici la recommandation de la SCM en contexte sensible et l'approche allemande (LABO, 2003).



## 4. Résultats

### 4.1. DÉROULÉ DES MISSIONS DE TERRAIN ET OBSERVATIONS GÉNÉRALES

Les missions de terrain se sont déroulées du 27 au 30 juillet et du 3 au 13 août 2020.

Les 150 prélèvements de sol initialement planifiés ont été réalisés dans les 3 EGC géologiques définis, à savoir la zone axiale, les nappes du Minervoïs et le Tertiaire, chacun représenté par 50 prélèvements. Des caractéristiques de terrain liées à chacun de ces domaines ont été largement observées lors de l'échantillonnage et des mesures pXRF *in situ*.

En effet, la zone axiale, essentiellement représentée par des schistes sombres très fins, présente des caractéristiques de sol sombre, fin, avec des fragments de schistes en plaquettes et qui se tamisent très facilement (cf. Figure 12 et Figure 13).



Figure 12 : Site d'échantillonnage dans les schistes de la zone axiale avec un sol léger, fin et des refus de tamisage composés de plaquettes de schiste.



*Figure 13 : Site de prélèvement dans les schistes de la zone axiale.*

Le domaine des nappes du Minervois, plus varié en terme de lithologie est composé de calcaire, parfois dolomitique, de grès et de schistes. La qualité des sols varie globalement en fonction de la roche mère : les schistes ont un sol léger et fin et les faciès carbonatés développent un sol plus argileux qui a tendance à s'agglomérer en séchant, ce qui complique le prélèvement et le tamisage (cf. Figures 14 et 15).



*Figure 14 : Site d'échantillonnage dans une formation de calcaire dolomitique paléozoïque du domaine des nappes du Minervois avec un refus à 2 mm riche en fragments grossiers de roche mère carbonatée.*



Figure 15 : Vue d'ensemble du site d'échantillonnage présenté en figure 18.

Enfin le domaine Tertiaire, composé essentiellement de formations calcaires lacustres, de marnes et de rares niveaux de grès, présente un sol essentiellement composé de blocs argileux qu'il faut parfois casser afin de pouvoir le tamiser. Ces sols sont aussi très souvent composés de fragments de roches de tailles et de niveau d'altération variés rendant le prélèvement parfois délicat (cf. Figures 16 et 17).



Figure 16 : Prélèvement d'un échantillon de sol dans une formation de calcaire lacustre du domaine Tertiaire. L'échantillon tamisé contient des particules d'argiles et des fragments de calcaire et le refus de tamisage contient des fragments grossiers de calcaires et des agglomérats consolidés d'argiles.



Figure 17 : Vue d'ensemble du site d'échantillonnage présenté figure 17.

## 4.2. QUALITÉ DES ANALYSES EN LABORATOIRE

### 4.2.1. Contrôle qualité interne du laboratoire ALS

Le laboratoire ALS a mené son propre contrôle de la qualité des résultats obtenus, à la fois par l'analyse de blancs, de standards internes et certifiés ainsi que l'analyse d'échantillons duplicata.

La lecture attentive du certificat (en annexe de ce rapport) fourni par le laboratoire ALS ne permet pas la mise en évidence d'anomalie.

### 4.2.2. Contrôle qualité BRGM

Pour rappel, deux standards ont été utilisés au cours de cette étude : les standards OREAS 45e et 904. L'utilisation de standards permet d'évaluer la justesse des mesures réalisées par le laboratoire, en comparant les résultats obtenus avec des valeurs certifiées fournies par le producteur du standard. Il est important de noter que des valeurs certifiées ne sont pas forcément disponibles pour tous les éléments mesurés. Cependant, l'utilisation de deux standards différents dans le cadre de notre étude a permis de combler partiellement cette lacune et permet de couvrir l'ensemble des métaux et métalloïdes d'intérêt par rapport au contexte connu.

Toutes les valeurs obtenues par le laboratoire pour les deux standards sont cohérentes avec les valeurs certifiées et ne soulèvent ainsi pas la présence d'anomalie particulière.

L'utilisation de duplicata permet en revanche d'étudier la précision (c'est-à-dire la répétabilité) des mesures. Dans le cadre de cette étude, nous avons inséré 12 échantillons duplicata au sein des analyses réalisées par le laboratoire ALS.

La méthode utilisée dans cette étude pour étudier la précision est l'analyse des différences relatives (DR) par rapport à la moyenne obtenue entre l'échantillon et son duplicata (Rafini, 2015). La méthode de calcul de la différence relative est présentée par l'équation suivante :

$$DR = 100 \times \frac{(dup - parent)}{(dup + parent)/2}$$

Les résultats obtenus sont globalement satisfaisant, la précision devenant moins bonne pour les très faibles concentrations pour la majorité des éléments, notamment les métaux et métalloïdes généralement étudiés dans les études environnementales (cf. Figure 18). La différence relative est ainsi inférieure à 10 % (incertitude théorique donnée par le laboratoire) pour les données significatives (s'éloignant des limites de détection) pour l'argent, l'arsenic, le bismuth, le cadmium, le cobalt, le chrome, le cuivre, l'antimoine et le zinc. Le plomb montre un point avec une différence relative plus marquée. Cette différence ponctuelle peut avoir plusieurs sources, comme l'hétérogénéité intrinsèque primaire liée à l'échantillonnage et/ou l'homogénéité du produit de broyage avant digestion.

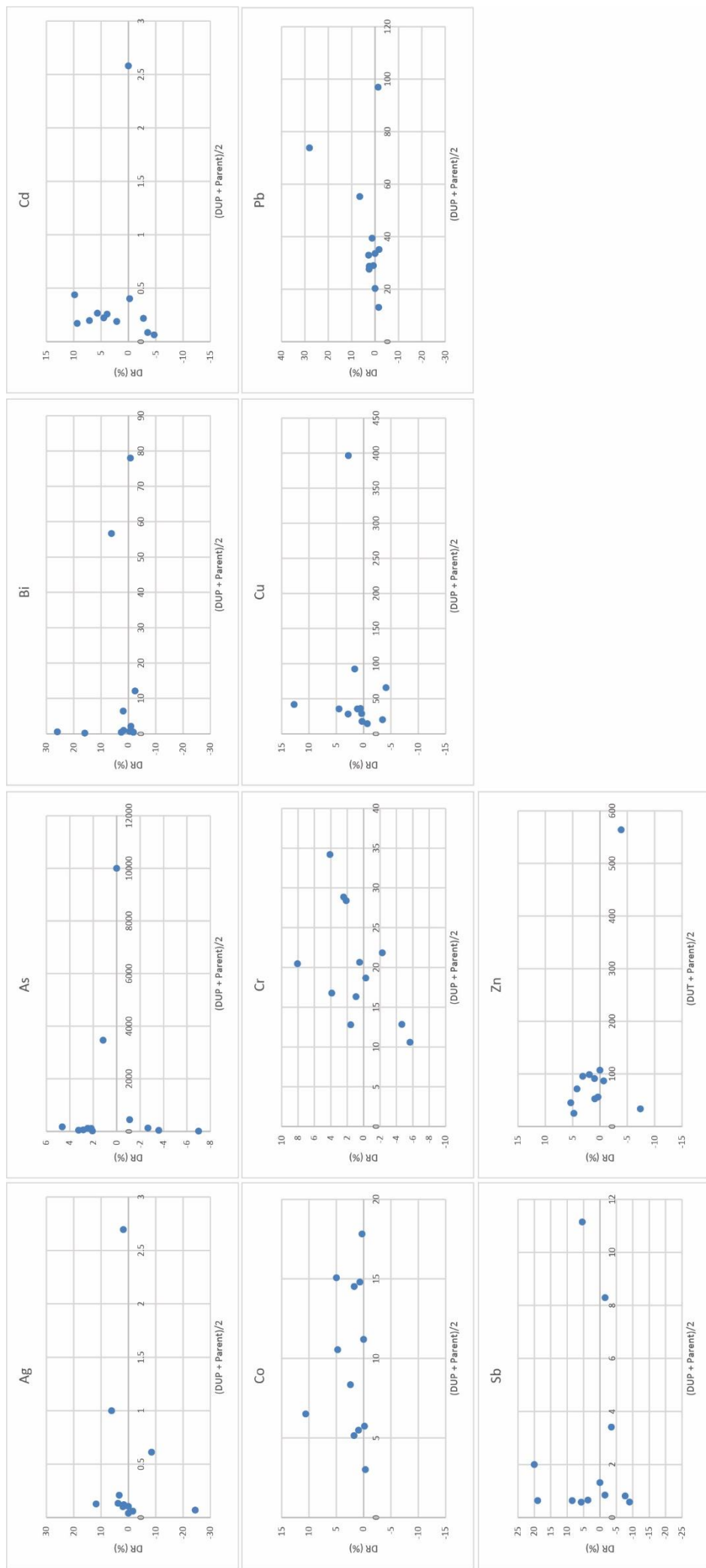


Figure 18 : Diagrammes différence relative (DR) vs moyenne pour des métaux et métalloïdes étudiés dans cette étude.



### 4.3. COMPARAISON ENTRE LES DEUX MÉTHODES D'ANALYSE EN LABORATOIRE

Comme dit précédemment, la digestion par eau régale est moins poussée que celle par la méthode des quatre acides, notamment pour certains minéraux très résistants qui peuvent être porteur d'éléments spécifiques.

Dans cette section, nous réalisons une comparaison des résultats des deux méthodes afin de déterminer si les porteurs des éléments d'intérêt sont mis en solution par la digestion en eau régale et si des comportements systématiques peuvent être mis en évidence pour les éléments associés aux minéraux résistants. Cette comparaison a été réalisée sous forme graphique (cf. Figure 19 et Figure 20).

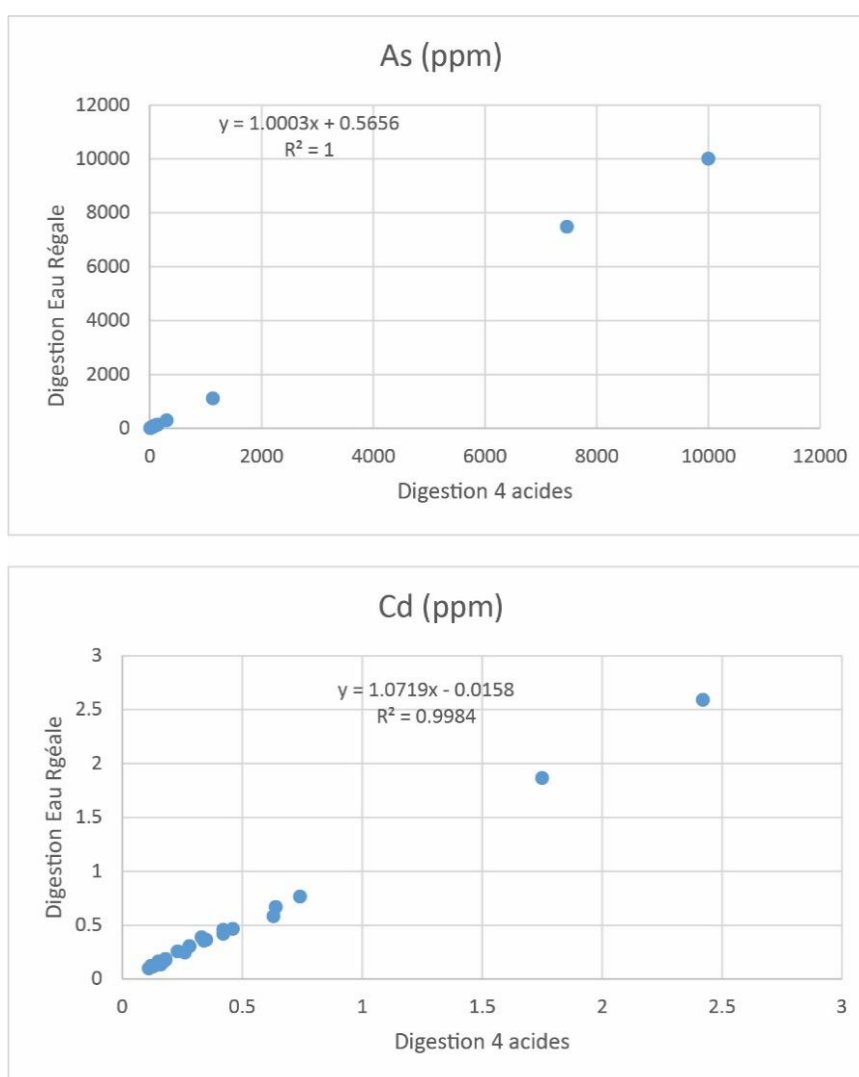


Figure 19 : Comparaison des résultats obtenus par les méthodes de digestion quatre acides et eau régale pour l'arsenic et le cadmium. Les plus fortes valeurs correspondent à des échantillons prélevés dans le cadre d'une autre étude en voie de finalisation, pour lesquels l'impact anthropique est avéré (Melleton et al., 2021).

La comparaison est très bonne ( $r > 0,95$ ) ou moyennement bonne ( $r > 0,90$ ) pour certains éléments (As, Pb, Zn, Cu, Co, Ni, Fe, Ca, Cd, Mn et Mo), très moyenne pour Mg, Sb, Sc, Li, Ce et Y et mauvaise pour Nb, Ta, Zr, Ti, V, Cr, Na, K, W, Sn, Cs, Ba, V, Th. Cela n'est pas forcément très surprenant car une bonne partie de ces éléments, notamment Nb, Ta, Zr, Ti, Th sont généralement associés à des minéraux résistants comme le zircon ou le rutile. Pour K et Na, l'explication réside vraisemblablement dans une différence notable de digestion des silicates.

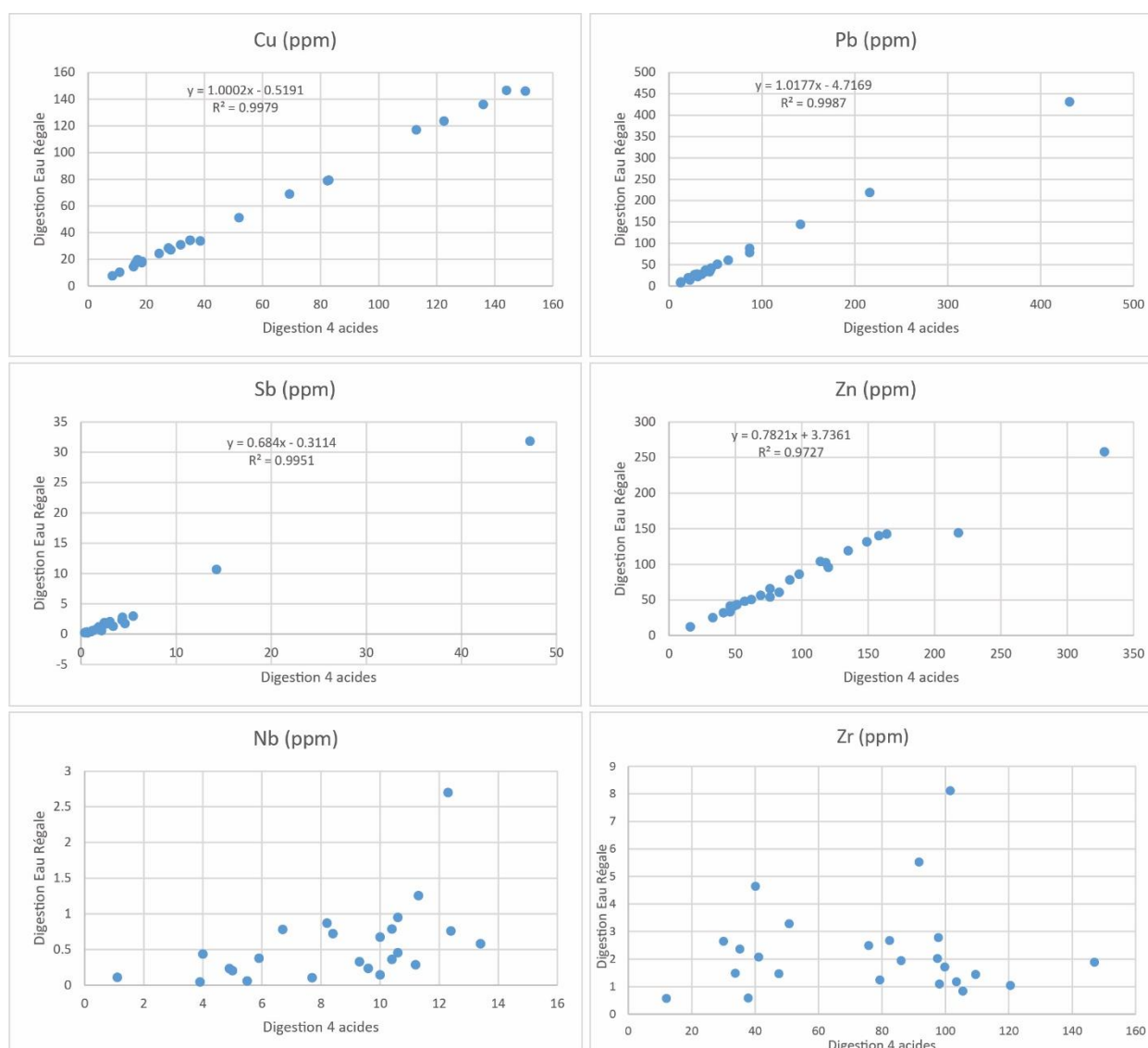


Figure 20 : Comparaison des résultats obtenus par les méthodes de digestion quatre acides et eau régale pour le cuivre, le plomb, l'antimoine, le zinc, le niobium et le zirconium. Les plus fortes valeurs en Cu, Pb, Sb et Zn correspondent à des échantillons prélevés dans le cadre d'une autre étude en voie de finalisation, pour lesquels l'impact anthropique est avéré (Melleton et al., 2021).

Parmi les éléments intéressants particulièrement cette étude, on peut remarquer que les métaux et métalloïdes généralement pris en compte dans les études environnementales, comme l'arsenic, le cadmium, le cuivre, le plomb, l'antimoine ou le zinc, montrent des corrélations extrêmement bonnes ( $r > 0,99$ ), indiquant que ces éléments sont vraisemblablement totalement contenus par les sulfures dissous par la méthode de digestion par eau régale.

## 4.4. RÉSULTATS DES ANALYSES DE SOLS

### 4.4.1. Données de laboratoire (digestion par eau régale)

Seuls les résultats concernant les éléments directement en lien avec les minéralisations (déduits des données existantes et contenu minéralogique) et/ou présentant potentiellement des enjeux environnementaux sont détaillés dans cette partie. Le Tableau 4 présente les différents paramètres statistiques calculés à partir des résultats obtenus.

Les concentrations en arsenic rencontrées dans les sols de la zone d'étude varient entre 8 et 520 mg/kg. Les plus fortes concentrations sont clairement localisées au niveau des formations de la zone axiale, hormis quelques points dispersés dans le domaine des nappes du Minervois (cf. Figure 21). Cela est confirmé par les valeurs de fond pédo-géochimique obtenues pour ces trois domaines, avec 119 mg/kg pour le domaine des nappes du Minervois et 267 mg/kg pour la zone axiale (cf. Tableau 4). Pour le Tertiaire, cette ligne de base est de 120,5 mg/kg sur l'ensemble de la population d'échantillon, mais il est aisément remarquable que les concentrations sont fortement contrôlées par leurs localisations, avec les plus fortes concentrations à proximité du contact avec le Paléozoïque du Minervois, et décroissent fortement en s'éloignant vers le sud. Ce point est discuté ultérieurement.

Pour le bismuth, les teneurs sont comprises entre 0,1 et 12,3 mg/kg. Les plus fortes concentrations (> 1,43 mg/kg) sont localisées au centre de la zone d'étude (cf. Figure 22), entre Fraisse-Cabardès à l'ouest et Limousis à l'est, et les contreforts de la Montagne Noire au sud, c'est-à-dire l'ouest de l'EGC des nappes du Minervois, le nord du Tertiaire, et le sud-ouest de la zone axiale. Les valeurs de fond pédo-géochimique sont assez similaires, avec 1,4 mg/kg pour la zone axiale, 2,3 mg/kg pour le domaine des nappes, et 4,0 mg/kg pour le Tertiaire (cf. Tableau 4).

Les concentrations en cadmium sont comprises entre 0,03 et 4,6 mg/kg (cf. Tableau 4). Les plus fortes valeurs (> 0,53 mg/kg) marquent clairement une bande est-ouest correspondant assez bien aux calcaires à alvéolines du domaine Tertiaire (cf. Figure 23). Les autres concentrations les plus importantes sont localisées à l'est (entre Lastours et Villanière, secteur du Mont Clergue, du Cabayrou), au sud (nord du village de Salsigne) et à l'ouest (bord de la D111) de l'ancienne mine à ciel ouvert de Salsigne, à l'est de Trassanel, et à l'ouest de Cabrespine (versant sud du Roc de l'Aigle), ces points étant quasi tous localisés dans l'unité de Fournes du domaine des nappes du Minervois. Les valeurs de fond pédo-géochimique sont très proches, en valeur absolue, entre les trois domaines, avec 0,3 mg/kg pour la zone axiale, 1,4 mg/kg pour le Tertiaire et 1,0 mg/kg pour le domaine des nappes du Minervois (cf. Tableau 4).

Les concentrations en cuivre sont comprises entre 7 et 214 mg/kg (cf. Tableau 4). Les plus fortes concentrations (> 55 mg/kg) sont situées dans le Tertiaire (cf. Figure 24), formant là encore une bande est-ouest, et une deuxième bande parallèle semble se dessiner sur la bordure sud du domaine des nappes du Minervois. Quelques points dispersés apparaissent au nord de la zone d'étude. Les lignes de base des fonds pédo-géochimiques sont de 52 mg/kg pour le domaine Tertiaire, 69 mg/kg pour le domaine de la zone axiale, 101 mg/kg pour le domaine des nappes du Minervois (cf. Tableau 4).

Pour le plomb, les concentrations sont comprises entre 9 et 590 mg/kg (cf. Tableau 4). Ainsi, il est important de souligner que certaines valeurs dépassent naturellement le seuil d'alerte à 300 mg/kg déterminé par le Haut Conseil de la Santé Publique (HSCP, 2014). Les concentrations les plus importantes (> 52 mg/kg) sont clairement réparties au sein du domaine des nappes du Minervois (cf. Figure 25). Trois points se détachent aussi dans le domaine Tertiaire au sud-ouest

de la D118. Ces observations sont confirmées par les lignes de base du fond pédo-géochimique calculées, avec 40 mg/kg pour le domaine Tertiaire, 52 mg/kg pour le domaine de la zone axiale et 145 mg/kg pour le domaine des nappes du Minervois (cf. Tableau 4).

L'antimoine montre des concentrations comprises entre 0,16 et 8,77 mg/kg (cf. Tableau 4). Les valeurs de fond pédo-géochimique sont très proches entre les trois EGC, 3,47 mg/kg pour le domaine des nappes, 1,89 mg/kg pour le Tertiaire et 2,14 mg/kg pour la zone axiale. Comme pour le plomb, les valeurs les plus fortes sont concentrées dans le domaine des nappes ainsi que la bordure nord du Tertiaire (cf. Figure 26).

Avec des concentrations comprises entre 13 et 1310 mg/kg (cf. Tableau 4), le zinc montre aussi une distribution similaire pour les concentrations les plus importantes, hormis deux points dans le domaine Tertiaire et trois points dans la zone axiale au nord (cf. Figure 27). Les lignes de base de fond pédo-géochimique sont : 102 mg/kg pour le domaine Tertiaire, 152 mg/kg pour le domaine de la zone axiale et 246 mg/kg pour le domaine des nappes du Minervois.

Les gammes de valeurs sont globalement cohérentes avec celles extraites à partir des données issues de l'Inventaire minier national pour les éléments analysés à l'époque (Melleton *et al.*, 2019).

## Établissement du fond pédo-géochimique dans la région de l'ancien secteur minier de Salsigne (Aude)

EGC	Élément	Nbre éch.	PCENS	Minimum	Moyenne	Médiane	CQ90	CQ95	LBFPG	Maximum
Domaine des Nappes_SOL	Ag	50	0	0.03	0.24	0.13	0.50	0.82	<b>0.41</b>	1.35
Tertiaire_SOL	Ag	50	0	0.04	0.09	0.08	0.15	0.17	<b>0.18</b>	0.25
Zone Axiale_SOL	Ag	50	0	0.06	0.17	0.13	0.27	0.31	<b>0.37</b>	0.49
Domaine des Nappes_SOL	Al	50	0	4700	15440	14600	22800	24495	<b>25800</b>	25800
Tertiaire_SOL	Al	50	0	4400	16096	15100	25810	27160	<b>28700</b>	44000
Zone Axiale_SOL	Al	50	0	4800	21668	20900	29620	30420	<b>37900</b>	40600
Domaine des Nappes_SOL	As	50	0	11	71	48	121	214	<b>119</b>	451
Tertiaire_SOL	As	50	0	8	56	34	100	156	<b>120.5</b>	283
Zone Axiale_SOL	As	50	0	32	123	85	240	276	<b>267</b>	520
Domaine des Nappes_SOL	Au	50	0	0.0002	0.0058	0.0030	0.0100	0.0150	<b>0.0128</b>	0.0782
Tertiaire_SOL	Au	50	0	0.0003	0.0043	0.0025	0.0140	0.0154	<b>0.0067</b>	0.0223
Zone Axiale_SOL	Au	50	0	0.0004	0.0047	0.0030	0.0118	0.0174	<b>0.0092</b>	0.0211
Domaine des Nappes_SOL	B	50	0.6	10	10.4	10	10	10	<b>10</b>	20
Tertiaire_SOL	B	50	0.32	10	10.6	10	10	15.5	<b>10</b>	20
Zone Axiale_SOL	B	50	1	10	10	10	10	10	<b>10</b>	10
Domaine des Nappes_SOL	Ba	50	0	31	121	92	223	286	<b>256</b>	404
Tertiaire_SOL	Ba	50	0	18	95	79	157	201	<b>179</b>	475
Zone Axiale_SOL	Ba	50	0	35	61	55	87	90	<b>95</b>	108
Domaine des Nappes_SOL	Be	50	0	0.38	0.99	0.88	1.58	1.81	<b>1.44</b>	2.73
Tertiaire_SOL	Be	50	0	0.28	0.91	0.89	1.46	1.55	<b>1.62</b>	1.94
Zone Axiale_SOL	Be	50	0	0.32	0.71	0.66	0.94	1.05	<b>1.20</b>	1.26
Domaine des Nappes_SOL	Bi	50	0	0.3	1.4	0.8	1.9	2.6	<b>2.3</b>	12.3
Tertiaire_SOL	Bi	50	0	0.1	1.5	0.6	2.9	6.1	<b>4.0</b>	10.0
Zone Axiale_SOL	Bi	50	0	0.3	0.8	0.6	1.4	2.2	<b>1.4</b>	3.4
Domaine des Nappes_SOL	Ca	50	0	300	40440	4100	163200	170075	<b>136000</b>	202000
Tertiaire_SOL	Ca	50	0	700	88982	88750	165600	185250	<b>222000</b>	222000
Zone Axiale_SOL	Ca	50	0	100	1352	600	1620	1965	<b>2100</b>	25000
Domaine des Nappes_SOL	Cd	50	0	0.1	0.5	0.3	1.0	1.2	<b>1.0</b>	4.4
Tertiaire_SOL	Cd	50	0	0.0	0.7	0.3	1.6	2.1	<b>1.4</b>	4.6
Zone Axiale_SOL	Cd	50	0	0.1	0.2	0.1	0.2	0.3	<b>0.3</b>	1.0
Domaine des Nappes_SOL	Ce	50	0	12	56	58	76	81	<b>82</b>	92
Tertiaire_SOL	Ce	50	0	14	29	26	43	53	<b>49</b>	63
Zone Axiale_SOL	Ce	50	0	18	48	45	62	70	<b>72</b>	125
Domaine des Nappes_SOL	Co	50	0	3	15	14	24	30	<b>25</b>	32
Tertiaire_SOL	Co	50	0	1	7	6	11	14	<b>15</b>	16
Zone Axiale_SOL	Co	50	0	3	13	11	22	30	<b>22</b>	40
Domaine des Nappes_SOL	Cr	50	0	8	19	19	30	31	<b>33</b>	33
Tertiaire_SOL	Cr	50	0	6	39	24	73	106	<b>34</b>	247
Zone Axiale_SOL	Cr	50	0	8	30	28	41	43	<b>53</b>	53

Établissement du fond pédo-géochimique dans la région de l'ancien secteur minier de Salsigne (Aude)

EGC	Élément	Nbre éch.	PCENS	Minimum	Moyenne	Médiane	CQ90	CQ95	LBFPG	Maximum
Domaine des Nappes_SOL	Cs	50	0	0.2	0.8	0.7	1.1	1.4	<b>1.2</b>	1.9
Tertiaire_SOL	Cs	50	0	0.3	1.3	1.0	2.2	2.6	<b>2.7</b>	4.8
Zone Axiale_SOL	Cs	50	0	0.7	2.5	2.1	4.2	5.2	<b>5.4</b>	7.8
Domaine des Nappes_SOL	Cu	50	0	12	44	29	93	108	<b>101</b>	214
Tertiaire_SOL	Cu	50	0	7	41	22	106	136	<b>52</b>	162
Zone Axiale_SOL	Cu	50	0	16	44	36	60	99	<b>69</b>	195
Domaine des Nappes_SOL	Fe	50	0	8700	35974	32650	57290	78280	<b>56000</b>	103000
Tertiaire_SOL	Fe	50	0	3800	19098	18800	32340	35090	<b>34100</b>	45800
Zone Axiale_SOL	Fe	50	0	9600	40124	39150	48620	52355	<b>54600</b>	62600
Domaine des Nappes_SOL	Ga	50	0	1.5	4.6	4.3	6.9	7.2	<b>7.6</b>	7.6
Tertiaire_SOL	Ga	50	0	1.2	4.5	4.3	7.4	7.6	<b>7.9</b>	12.7
Zone Axiale_SOL	Ga	50	0	1.4	6.6	6.5	9.8	10.3	<b>10.4</b>	13.3
Domaine des Nappes_SOL	Ge	50	0	0.03	0.10	0.09	0.14	0.17	<b>0.16</b>	0.22
Tertiaire_SOL	Ge	50	0	0.03	0.05	0.05	0.08	0.08	<b>0.08</b>	0.10
Zone Axiale_SOL	Ge	50	0	0.03	0.08	0.08	0.10	0.11	<b>0.11</b>	0.18
Domaine des Nappes_SOL	Hf	50	0	0.02	0.08	0.07	0.14	0.15	<b>0.18</b>	0.26
Tertiaire_SOL	Hf	50	0	0.01	0.08	0.07	0.12	0.12	<b>0.15</b>	0.16
Zone Axiale_SOL	Hf	50	0	0.00	0.04	0.03	0.07	0.07	<b>0.08</b>	0.14
Domaine des Nappes_SOL	Hg	50	0	0.015	0.057	0.058	0.085	0.099	<b>0.119</b>	0.119
Tertiaire_SOL	Hg	50	0	0.013	0.044	0.033	0.063	0.087	<b>0.070</b>	0.366
Zone Axiale_SOL	Hg	50	0	0.017	0.092	0.057	0.113	0.134	<b>0.124</b>	1.280
Domaine des Nappes_SOL	In	50	0	0.012	0.050	0.030	0.061	0.076	<b>0.064</b>	0.648
Tertiaire_SOL	In	50	0	0.009	0.028	0.027	0.042	0.047	<b>0.054</b>	0.081
Zone Axiale_SOL	In	50	0.02	0.005	0.033	0.029	0.049	0.065	<b>0.057</b>	0.109
Domaine des Nappes_SOL	K	50	0	600	2092	2000	2900	3155	<b>3400</b>	3400
Tertiaire_SOL	K	50	0	500	2600	2150	4350	5355	<b>5400</b>	9400
Zone Axiale_SOL	K	50	0	900	1718	1600	2300	2555	<b>2700</b>	3300
Domaine des Nappes_SOL	La	50	0	6	27	27	34	38	<b>40</b>	51
Tertiaire_SOL	La	50	0	6	12	11	19	22	<b>22</b>	29
Zone Axiale_SOL	La	50	0	8	22	21	27	31	<b>33</b>	59
Domaine des Nappes_SOL	Li	50	0	5	14	13	24	27	<b>28</b>	36
Tertiaire_SOL	Li	50	0	3	13	14	21	23	<b>27</b>	34
Zone Axiale_SOL	Li	50	0	4	26	23	39	45	<b>46</b>	53
Domaine des Nappes_SOL	Mg	50	0	1000	11088	5700	42120	47375	<b>16100</b>	80900
Tertiaire_SOL	Mg	50	0	900	10364	5250	26520	44095	<b>13000</b>	57400
Zone Axiale_SOL	Mg	50	0	900	6976	6400	11500	12350	<b>13900</b>	13900
Domaine des Nappes_SOL	Mn	50	0	213	1614	1195	3181	4466	<b>3730</b>	6140
Tertiaire_SOL	Mn	50	0	40	382	357	654	741	<b>671</b>	900
Zone Axiale_SOL	Mn	50	0	141	591	462	1049	1365	<b>1115</b>	2690

Établissement du fond pédo-géochimique dans la région de l'ancien secteur minier de Salsigne (Aude)

EGC	Elément	Nbre éch.	PCENS	Minimum	Moyenne	Médiane	CQ90	CQ95	LBFGP	Maximum
Domaine des Nappes_SOL	Mo	50	0	0.22	0.69	0.50	1.17	1.79	<b>1.21</b>	2.87
Tertiaire_SOL	Mo	50	0	0.13	1.31	0.71	2.96	3.94	<b>1.76</b>	13.65
Zone Axiale_SOL	Mo	50	0	0.32	1.65	1.62	2.47	2.83	<b>3.23</b>	3.95
Domaine des Nappes_SOL	Na	50	0	80	180	165	263	300	<b>300</b>	410
Tertiaire_SOL	Na	50	0	60	215	195	311	422	<b>350</b>	750
Zone Axiale_SOL	Na	50	0	90	178	170	220	230	<b>250</b>	310
Domaine des Nappes_SOL	Nb	50	0	0.09	0.43	0.37	0.83	0.89	<b>0.91</b>	1.17
Tertiaire_SOL	Nb	50	0	0.20	0.55	0.49	0.88	0.97	<b>1.06</b>	1.85
Zone Axiale_SOL	Nb	50	0	0.14	0.87	0.68	1.60	2.03	<b>2.10</b>	2.70
Domaine des Nappes_SOL	Ni	50	0	7	29	28	42	46	<b>55</b>	55
Tertiaire_SOL	Ni	50	0	3	18	17	28	29	<b>29</b>	63
Zone Axiale_SOL	Ni	50	0	6	29	27	46	51	<b>53</b>	68
Domaine des Nappes_SOL	P	50	0	0.02	0.07	0.07	0.10	0.13	<b>0.13</b>	0.21
Tertiaire_SOL	P	50	0	0.01	0.05	0.04	0.07	0.08	<b>0.09</b>	0.09
Zone Axiale_SOL	P	50	0	0.03	0.08	0.08	0.10	0.12	<b>0.13</b>	0.14
Domaine des Nappes_SOL	Pb	50	0	19	81	48	176	247	<b>145</b>	450
Tertiaire_SOL	Pb	50	0	9	37	23	40	62	<b>40</b>	590
Zone Axiale_SOL	Pb	50	0	13	33	28	47	57	<b>52</b>	106
Domaine des Nappes_SOL	Pd	50	0.86	0.001	0.001	0.001	0.001	0.004	<b>0.001</b>	0.006
Tertiaire_SOL	Pd	50	0.86	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	<b>0.001</b>	0.003
Zone Axiale_SOL	Pd	50	0.66	0.001	0.001	0.001	0.001	0.002	<b>0.001</b>	0.003
Domaine des Nappes_SOL	Pt	50	0.9	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	<b>0.002</b>	0.002
Tertiaire_SOL	Pt	50	0.82	0.002	0.002	0.002	0.002	0.003	<b>0.002</b>	0.006
Zone Axiale_SOL	Pt	50	1	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	<b>0.002</b>	0.002
Domaine des Nappes_SOL	Rb	50	0	7	15	14	21	23	<b>26</b>	31
Tertiaire_SOL	Rb	50	0	4	20	18	38	40	<b>46</b>	69
Zone Axiale_SOL	Rb	50	0	9	23	19	35	42	<b>45</b>	51
Domaine des Nappes_SOL	Re	50	0.94	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	<b>0.000</b>	0.000
Tertiaire_SOL	Re	50	0.34	0.000	0.001	0.000	0.002	0.003	<b>0.002</b>	0.004
Zone Axiale_SOL	Re	50	0.7	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	<b>0.000</b>	0.000
Domaine des Nappes_SOL	S	50	0	100	378	400	600	810	<b>700</b>	1200
Tertiaire_SOL	S	50	0	100	418	400	700	900	<b>1100</b>	1100
Zone Axiale_SOL	S	50	0	100	362	300	500	555	<b>700</b>	900
Domaine des Nappes_SOL	Sb	50	0	0.40	2.05	1.42	3.36	7.08	<b>3.47</b>	8.77
Tertiaire_SOL	Sb	50	0	0.19	0.91	0.63	1.62	2.01	<b>1.89</b>	5.71
Zone Axiale_SOL	Sb	50	0	0.16	0.98	0.62	2.02	2.77	<b>2.14</b>	4.14
Domaine des Nappes_SOL	Sc	50	0	1.18	3.09	2.58	4.96	5.94	<b>6.04</b>	8.43
Tertiaire_SOL	Sc	50	0	0.85	3.08	2.89	4.76	5.42	<b>5.45</b>	6.52
Zone Axiale_SOL	Sc	50	0	0.88	2.41	2.12	3.81	4.07	<b>4.08</b>	5.59

Établissement du fond pédo-géochimique dans la région de l'ancien secteur minier de Salsigne (Aude)

EGC	Élément	Nbre éch.	PCENS	Minimum	Moyenne	Médiane	CQ90	CQ95	LBFPG	Maximum
Domaine des Nappes_SOL	Se	50	0	0.152	0.399	0.363	0.646	0.763	<b>0.816</b>	0.908
Tertiaire_SOL	Se	50	0	0.065	0.461	0.270	0.947	1.235	<b>1.150</b>	3.100
Zone Axiale_SOL	Se	50	0	0.171	0.661	0.638	0.923	1.188	<b>1.210</b>	1.490
Domaine des Nappes_SOL	Sn	50	0	0.38	0.88	0.68	1.56	2.18	<b>1.53</b>	2.71
Tertiaire_SOL	Sn	50	0	0.41	1.32	1.06	2.39	2.82	<b>2.62</b>	4.08
Zone Axiale_SOL	Sn	50	0	0.34	1.11	0.77	1.43	2.31	<b>1.29</b>	10.55
Domaine des Nappes_SOL	Sr	50	0	4	33	13	89	122	<b>76</b>	198
Tertiaire_SOL	Sr	50	0	5	125	103	250	276	<b>292</b>	502
Zone Axiale_SOL	Sr	50	0	4	9	7	15	18	<b>16</b>	36
Domaine des Nappes_SOL	Ta	50	0.980	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	<b>0.005</b>	0.007
Tertiaire_SOL	Ta	50	1.000	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	<b>0.005</b>	0.005
Zone Axiale_SOL	Ta	50	0.980	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	<b>0.005</b>	0.005
Domaine des Nappes_SOL	Te	50	0	0.01	0.04	0.03	0.06	0.08	<b>0.05</b>	0.17
Tertiaire_SOL	Te	50	0	0.01	0.03	0.02	0.05	0.07	<b>0.05</b>	0.12
Zone Axiale_SOL	Te	50	0	0.02	0.04	0.04	0.06	0.07	<b>0.08</b>	0.08
Domaine des Nappes_SOL	Th	50	0	0.73	5.20	5.26	7.74	8.55	<b>8.58</b>	11.15
Tertiaire_SOL	Th	50	0	1.40	3.22	2.91	5.36	6.18	<b>6.26</b>	7.18
Zone Axiale_SOL	Th	50	0	1.29	3.68	3.42	5.23	5.80	<b>6.65</b>	8.26
Domaine des Nappes_SOL	Ti	50	0	20	57	50	90	100	<b>130</b>	130
Tertiaire_SOL	Ti	50	0	20	54	50	70	86	<b>90</b>	120
Zone Axiale_SOL	Ti	50	0	40	204	125	491	596	<b>600</b>	840
Domaine des Nappes_SOL	Tl	50	0	0.05	0.14	0.13	0.24	0.26	<b>0.27</b>	0.42
Tertiaire_SOL	Tl	50	0	0.05	0.19	0.16	0.32	0.35	<b>0.37</b>	0.90
Zone Axiale_SOL	Tl	50	0	0.06	0.19	0.18	0.28	0.31	<b>0.33</b>	0.33
Domaine des Nappes_SOL	U	50	0	0.20	0.74	0.69	1.15	1.34	<b>1.59</b>	1.59
Tertiaire_SOL	U	50	0	0.26	0.83	0.75	1.39	1.74	<b>1.38</b>	2.04
Zone Axiale_SOL	U	50	0	0.41	1.22	1.04	2.01	2.74	<b>1.73</b>	3.46
Domaine des Nappes_SOL	V	50	0	10	27	23	40	62	<b>36</b>	83
Tertiaire_SOL	V	50	0	7	50	28	108	132	<b>70</b>	321
Zone Axiale_SOL	V	50	0	9	36	34	53	55	<b>72</b>	72
Domaine des Nappes_SOL	W	50	0	0.04	0.43	0.20	0.56	1.64	<b>0.70</b>	4.14
Tertiaire_SOL	W	50	0	0.09	0.31	0.16	0.99	1.23	<b>0.30</b>	1.74
Zone Axiale_SOL	W	50	0	0.08	1.17	0.28	2.48	3.02	<b>1.55</b>	14.60
Domaine des Nappes_SOL	Zn	50	0	48	161	106	329	385	<b>246</b>	1310
Tertiaire_SOL	Zn	50	0	13	51	44	76	97	<b>102</b>	123
Zone Axiale_SOL	Zn	50	0	25	85	86	106	141	<b>152</b>	299
Domaine des Nappes_SOL	Zr	50	0	0.71	2.73	2.57	4.23	5.08	<b>5.38</b>	8.12
Tertiaire_SOL	Zr	50	0	0.48	2.32	2.32	3.41	3.90	<b>3.55</b>	4.28
Zone Axiale_SOL	Zr	50	0	0.25	1.37	1.21	2.42	2.55	<b>2.55</b>	4.89

Tableau 4 : Paramètres statistiques calculés par EGC pour les sols. Données en mg/kg. PCENS : Pourcentage de valeur censurée. LBFPG : Ligne de base de fond pédo-géochimique proposée.



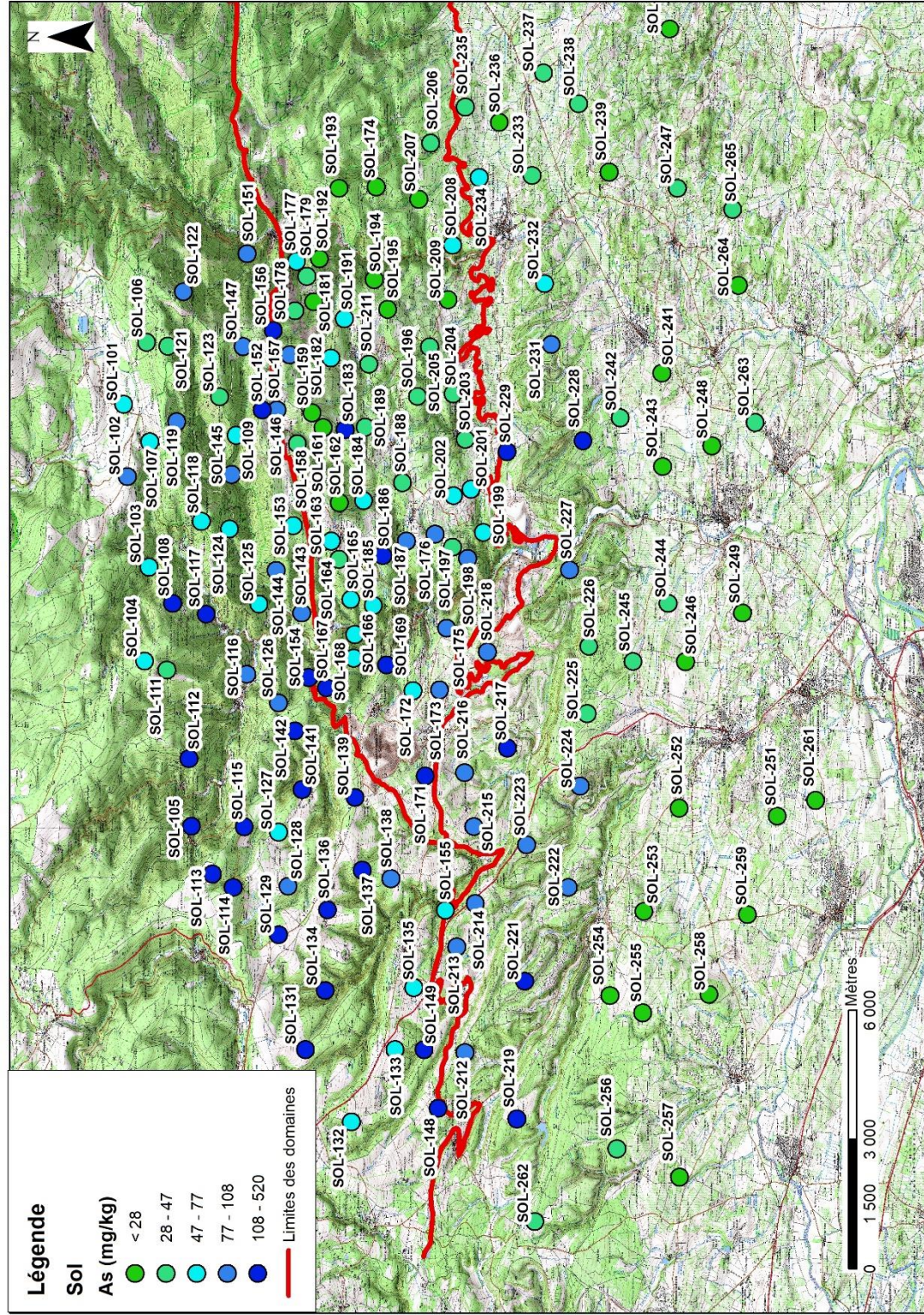


Figure 21 : Représentation cartographique des concentrations en arsenic obtenues par digestion à l'eau régale sur les sols. Les classes ont été déterminées à partir des quantiles.

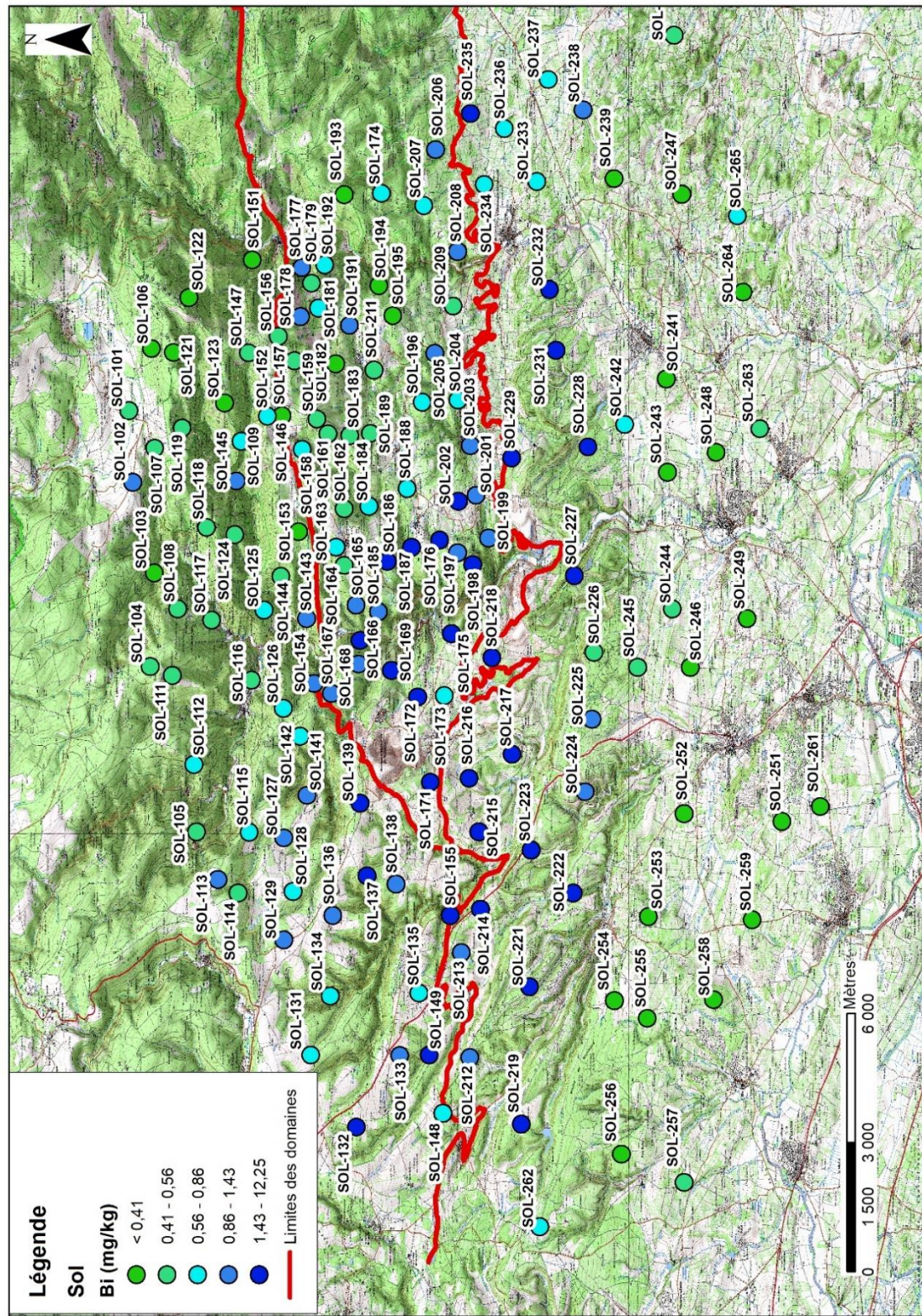


Figure 22 : Représentation cartographique des concentrations en bismuth obtenues par digestion à l'eau régale sur les sols. Les classes ont été déterminées à partir des quantiles.

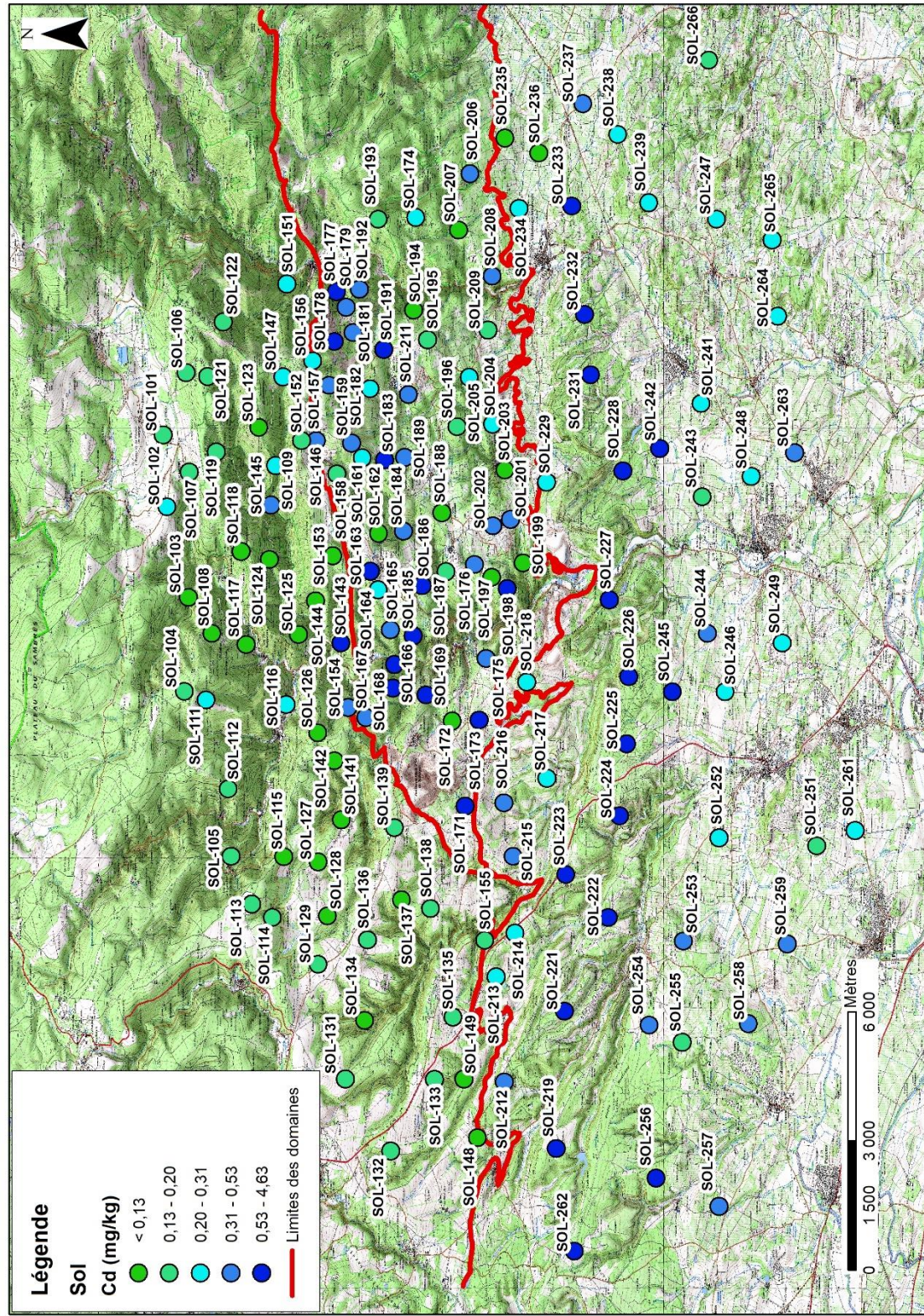


Figure 23 : Représentation cartographique des concentrations en cadmium obtenues par digestion à l'eau régale sur les sols. Les classes ont été déterminées à partir des quantiles.

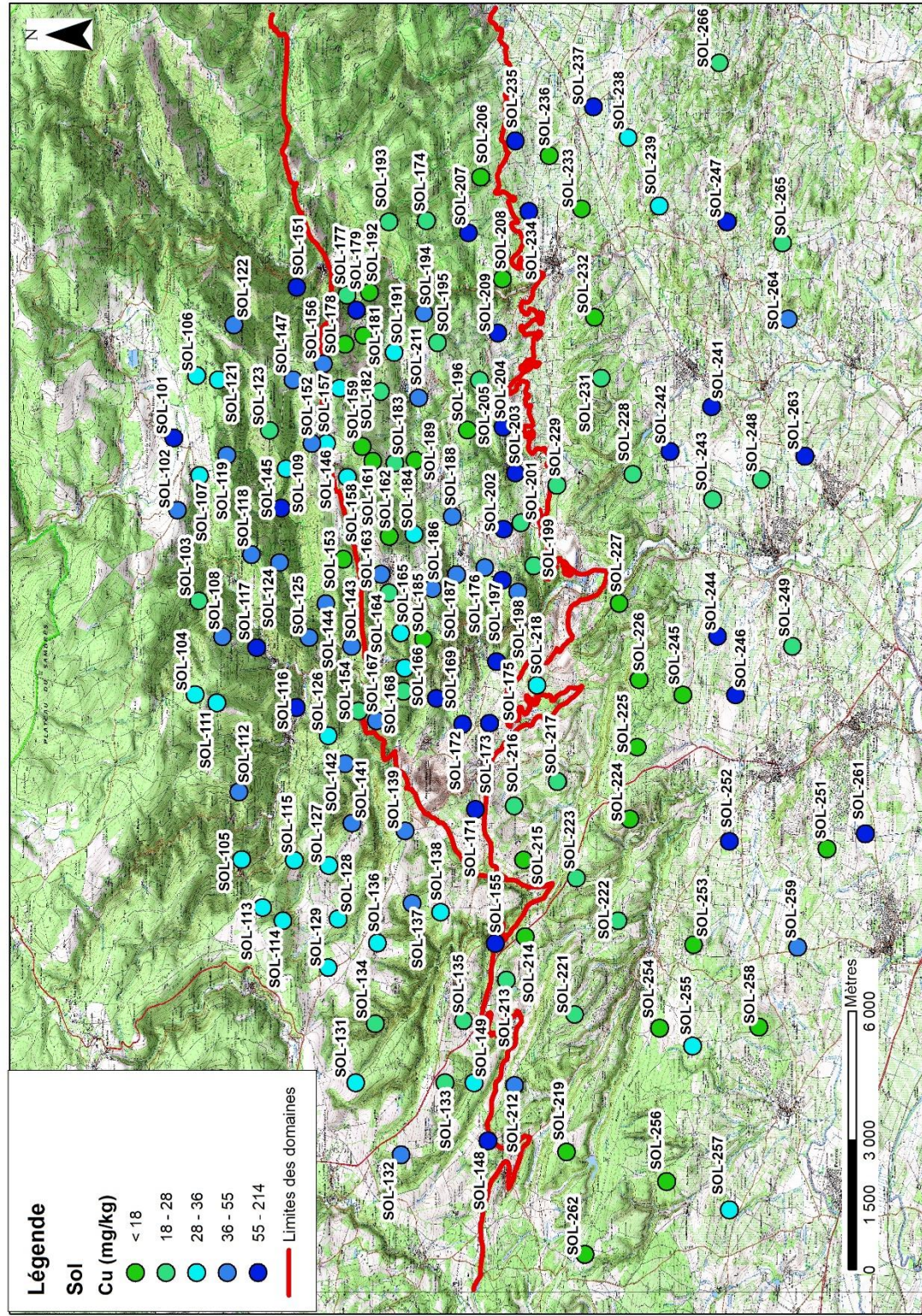


Figure 24 : Représentation cartographique des concentrations en cuivre obtenues par digestion à l'eau régale sur les sols non impactés. Les classes ont été déterminées à partir des quantiles.

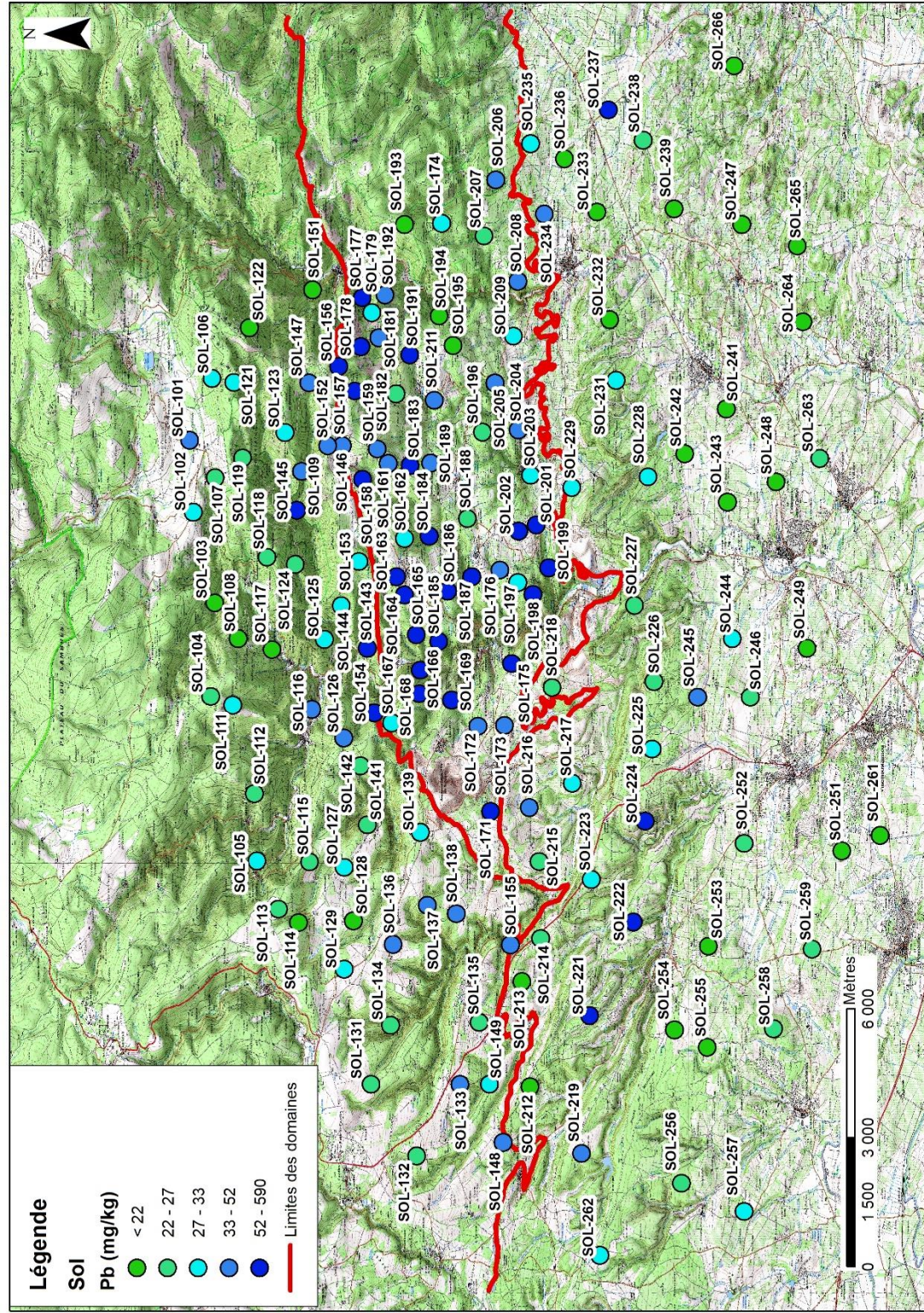


Figure 25 : Représentation cartographique des concentrations en plomb obtenues par digestion à l'eau régale sur les sols non impactés. Les classes ont été déterminées à partir des quantiles.

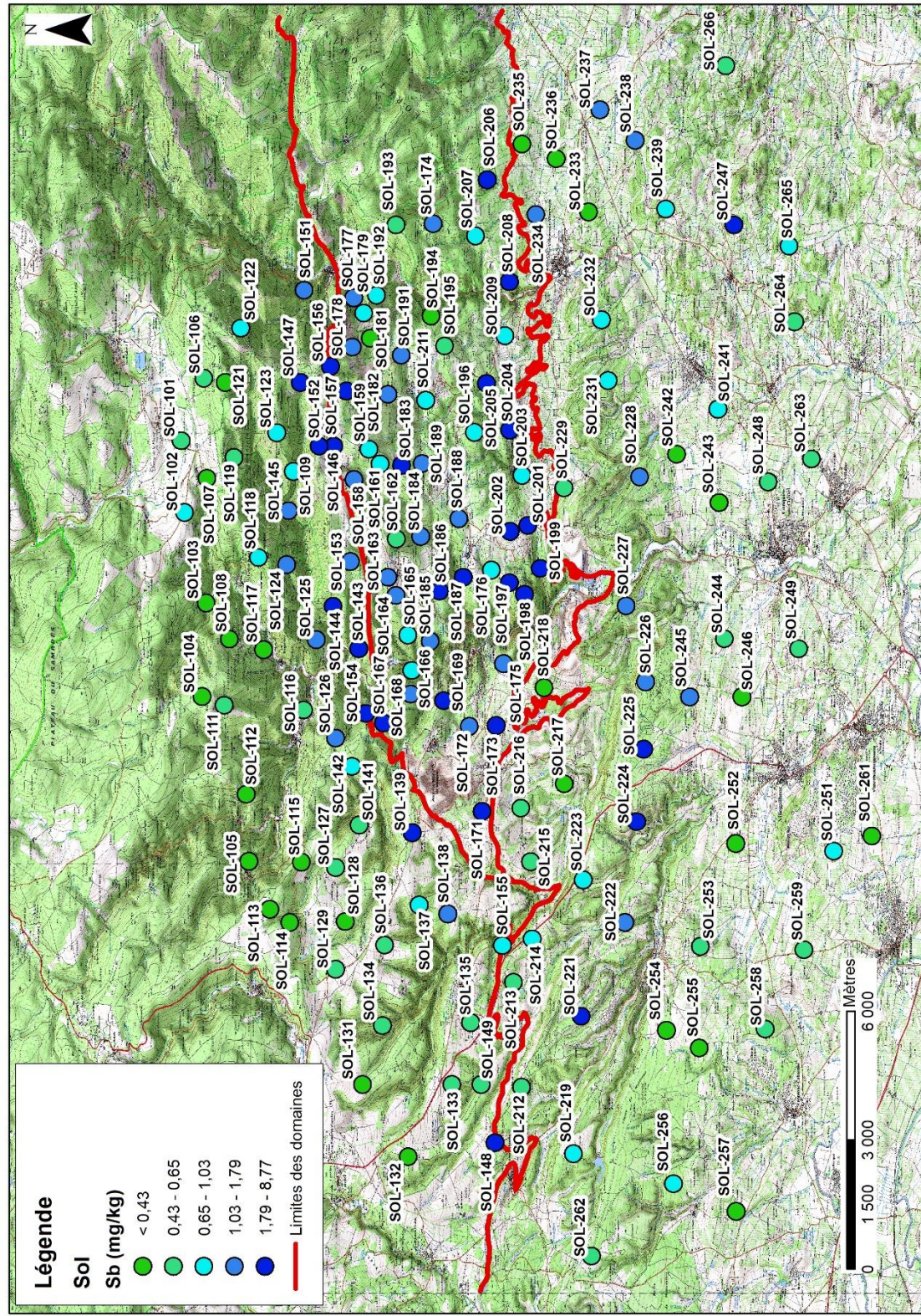


Figure 26 : Représentation cartographique des concentrations en antimoine obtenues par digestion à l'eau régale sur les sols. Les classes ont été déterminées à partir des quantiles.

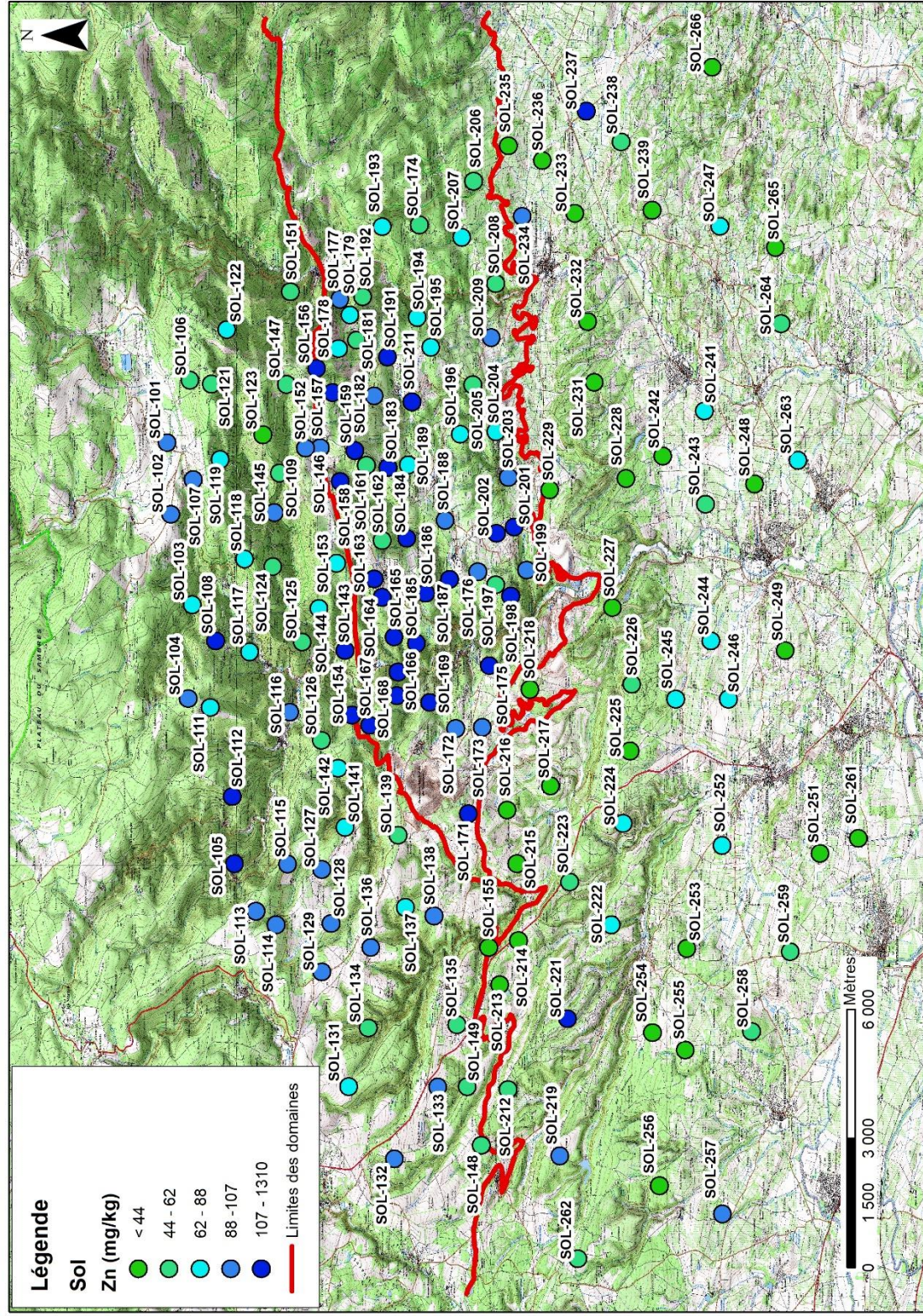


Figure 27 : Représentation cartographique des concentrations en zinc obtenues par digestion à l'eau régale sur les sols. Les classes ont été déterminées à partir des quantiles.

#### 4.4.2. Données *in situ* en XRF portable

Les données mesurées *in situ* au pXRF au cours des campagnes de terrain, pour les éléments détectés par l'appareil et montrant une bonne corrélation entre données de laboratoire et analyse pXRF (As, Pb, Zn, Cu, Annexe 2), confirment les gammes de valeurs obtenues par les analyses en laboratoire (cf. Tableau 5). Pour les autres éléments pouvant être comparés (Sb, Cd, Cr, Ni et V, c'est-à-dire montrant de moins bonnes corrélations), les fortes valeurs obtenues en pXRF sont cohérentes avec celles obtenues en laboratoire.

EGC	Eléments	Nbre éch.	PCENS	Minimum	Moyenne	Médiane	CQ90	CQ95	LBFPG	Maximum
Domaine des Nappes_SOL	As	50	0	13	73	51	118	210	119	487
Tertiaire_SOL	As	50	0	6	62	41	113	169	122	335
Zone Axiale_SOL	As	50	0	32	132	95	263	304	261	546
Domaine des Nappes_SOL	Cr	50	0	52	175	115	383	458	223	1340
Tertiaire_SOL	Cr	50	0	24	59	53	90	101	112	112
Zone Axiale_SOL	Cr	50	0	43	85	82	115	124	128	276
Domaine des Nappes_SOL	Cu	50	0.1	15	46	30	102	118	88	224
Tertiaire_SOL	Cu	50	0.22	12	44	26	107	132	84	164
Zone Axiale_SOL	Cu	50	0.04	14	47	38	64	113	63	246
Domaine des Nappes_SOL	Ni	50	0.84	30	37	33	44	58	41	83
Tertiaire_SOL	Ni	50	0.88	24	33	31	40	46	41	63
Zone Axiale_SOL	Ni	50	0.86	25	34	33	39	47	39	56
Domaine des Nappes_SOL	Pb	50	0	17	80	51	169	237	163	437
Tertiaire_SOL	Pb	50	0.02	7	29	26	49	61	46	82
Zone Axiale_SOL	Pb	50	0	16	37	32	54	58	60	114
Domaine des Nappes_SOL	Sb	50	0.92	18	21	20	22	23	23	35
Tertiaire_SOL	Sb	50	0.82	17	21	20	24	29	24	35
Zone Axiale_SOL	Sb	50	1	16	19	19	20	21	21	22
Domaine des Nappes_SOL	V	50	0	48	85	81	114	119	127	127
Tertiaire_SOL	V	50	0	27	74	61	121	160	119	294
Zone Axiale_SOL	V	50	0	47	112	116	130	143	153	162
Domaine des Nappes_SOL	Zn	50	0	52	175	115	383	458	223	1340
Tertiaire_SOL	Zn	50	0	24	59	53	90	101	112	112
Zone Axiale_SOL	Zn	50	0	43	85	82	115	124	128	276

Tableau 5 : Paramètres statistiques obtenus à partir des données pXRF corrigées sur les sols.



## 5. Discussions

### 5.1. REPRÉSENTATIVITÉ DES RÉSULTATS OBTENUS

La composition géochimique d'un sol est naturellement issue des processus d'altération affectant une roche mère. La nature lithologique de la roche mère est alors le paramètre le plus important pour contrôler cette composition. Afin de vérifier la cohérence des regroupements effectués et la représentativité des données, une approche consiste à effectuer un traitement statistique multivarié sur les données et de vérifier leur répartition spatiale par rapport aux ensembles cohérents déterminés pour le calcul des valeurs de fond pédogéochimique, dans le cas de cette étude, les domaines Tertiaire, des nappes du Minervois et de la zone axiale.

Le traitement mis en œuvre dans cette étude a consisté en la réalisation d'une analyse en composante principale sur les données en utilisant une approche CoDA (COMpositional Data Analysis) grâce au logiciel R. La transformation des données utilisées est la méthode CLR (Centered Log Ratios).

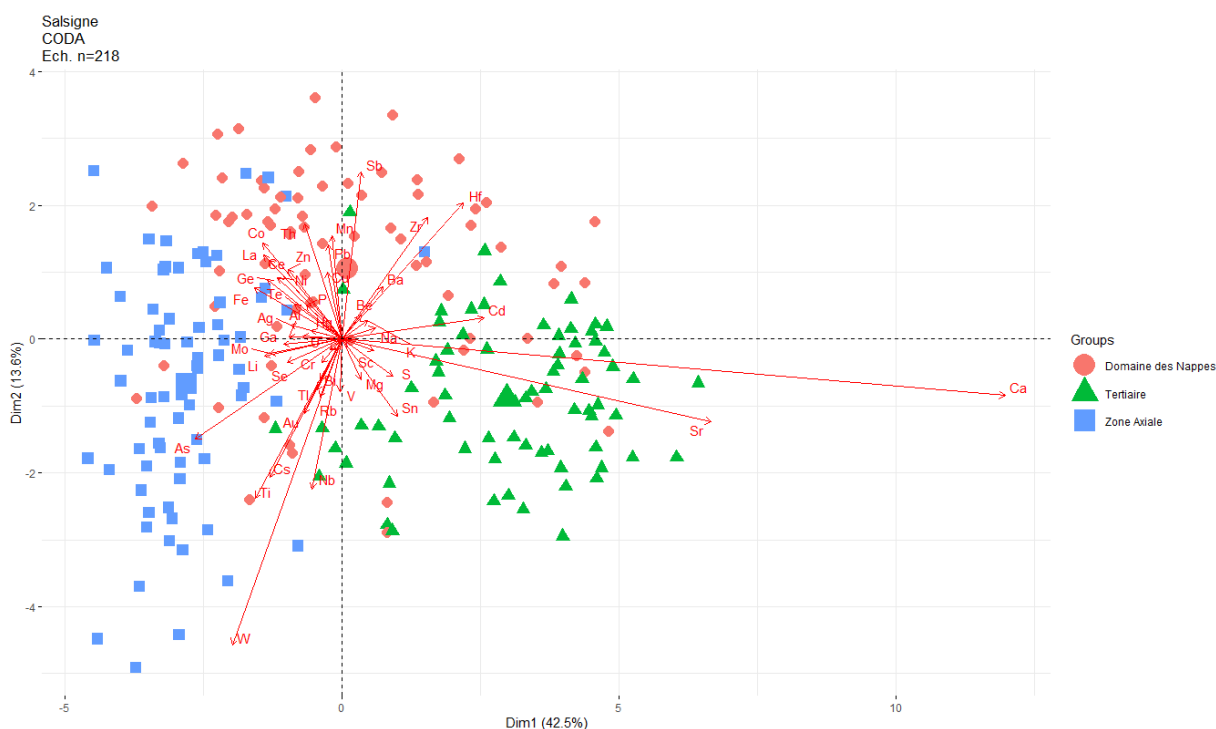


Figure 28 : Présentation graphique de l'analyse en composantes principales (CoDA) selon les deux premiers axes, avec distinction selon les domaines géologiques.

En première approche, la présentation graphique selon les deux premiers axes, qui décrivent plus de 50 % de la variance, et en distinguant les domaines géologiques, montre clairement une répartition différente dans cet espace pour les différents domaines (cf. Figure 28). En particulier, l'axe 2 montre un caractère marqué par le strontium et le calcium pour le domaine Tertiaire, signature attendue pour un ensemble constitué de carbonates. Ce caractère est aussi légèrement observé pour le domaine des nappes du Minervois.

Des approches de regroupement (clusterisation) ont ensuite été appliquées sur les résultats de l'analyse en composantes principales par approche CoDA (cf. Figure 29). Sans rentrer dans les détails, il est aisé d'observer graphiquement que les groupes obtenus sont relativement cohérents avec les trois domaines géologiques distingués pour cette étude.

**À partir de ces observations, il est possible de conclure que le découpage proposé en trois domaines est cohérent, les données obtenues montrent une assez bonne corrélation entre signature géochimique et domaine géologique.**

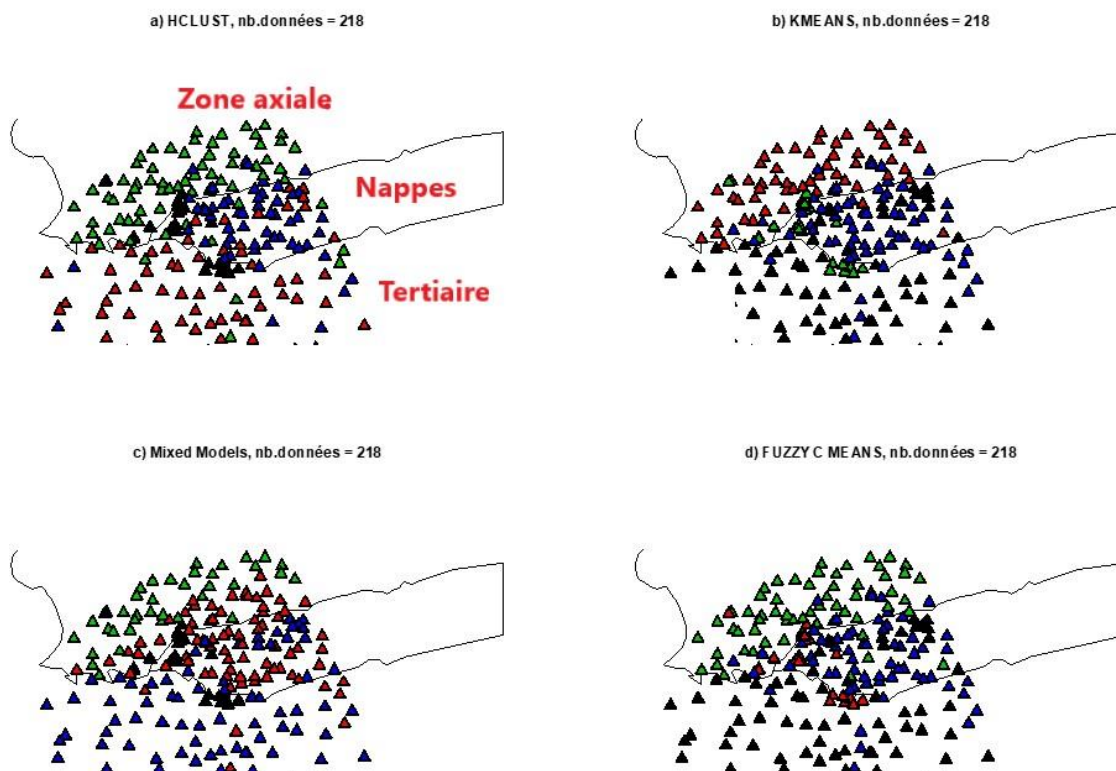


Figure 29 : Comparaison de différentes méthodes de clusterisation appliquées sur les résultats de l'analyse en composantes principales CoDA.

## 5.2. ANALYSE SPATIALE DE L'ÉCHANTILLONNAGE

La densité des mesures réalisés est de 0,46 pts/km<sup>2</sup>. La Figure 30 montre que pour le jeu de données la probabilité d'avoir un voisin à moins de 827 m est d'une chance sur 2. Hengl (2006) en déduit une taille de maille de mesure de 413 m. Pour les calculs variographiques, un palier à probabilité 1/3 i.e. 623 m est recommandé.

En conséquence, le réseau de mesures et sa future cartographie excluent de fait les anomalies de portée ou « taille » inférieure à 623 m. Ce n'est pas préjudiciable à la présente étude des fonds géochimiques qui ont des dimensions de l'ordre kilométrique à plurikilométrique.

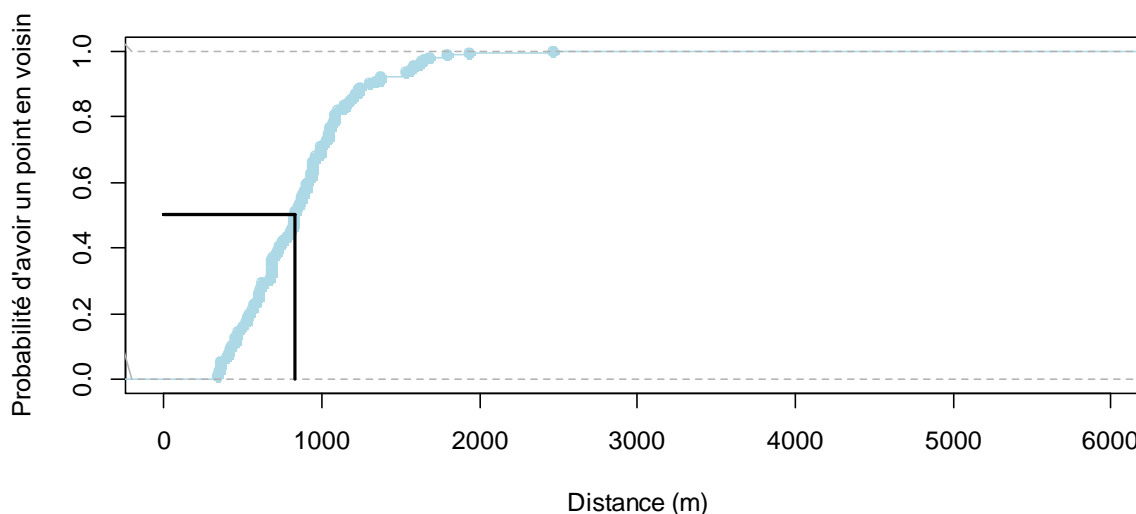


Figure 30 : Probabilité d'un point en voisin et graphe des distances au point le plus,  $n.obs = 116$ .

### 5.3. LIGNE DE BASE DU FOND PÉDO-GÉOCHIMIQUE

La représentation cartographique des différents éléments étudiés montre que pour la plupart des éléments, les concentrations les plus élevées sont compatibles avec celles proposées comme lignes de base par le calcul selon le protocole Ademe (2018).

Pour l'Arsenic, la présence d'un halo de concentrations centré autour des zones de minéralisation montre des teneurs compatibles avec la ligne de base sur son périmètre. À l'extérieur de celui-ci les teneurs dans les formations comme le tertiaire sont bien moindres et la ligne de base respective est selon toute probabilité surévaluée par le protocole Ademe (2018). Afin de mieux estimer la ligne de base du fond géochimique, une approche statistique plus poussée est proposée, basée sur l'étude des « Minimum/Maximum Autocorrelation Factors » (MAF).

Il s'agit de techniques avancées de filtrage développées pour le traitement de données géophysiques (Switzer et Green, 1984 ; Bergman, 1985). Récemment, elles ont été remises au goût du jour et utilisées en géostatistique multivariées (Petitgas *et al*, 2018, 2020). Dans le domaine des fonds géochimiques urbains, le fond d'un quartier de l'île de Nantes a été établi par une méthode apparentée (Sauvaget, 2019).

Schématiquement, cette technique consiste à croiser l'ACP des données avec une ACP des incréments spatiaux des différents axes. De nouveaux axes sont alors obtenus : les MAF qui sont porteurs d'une information spatiale en plus des interrelations entre éléments.

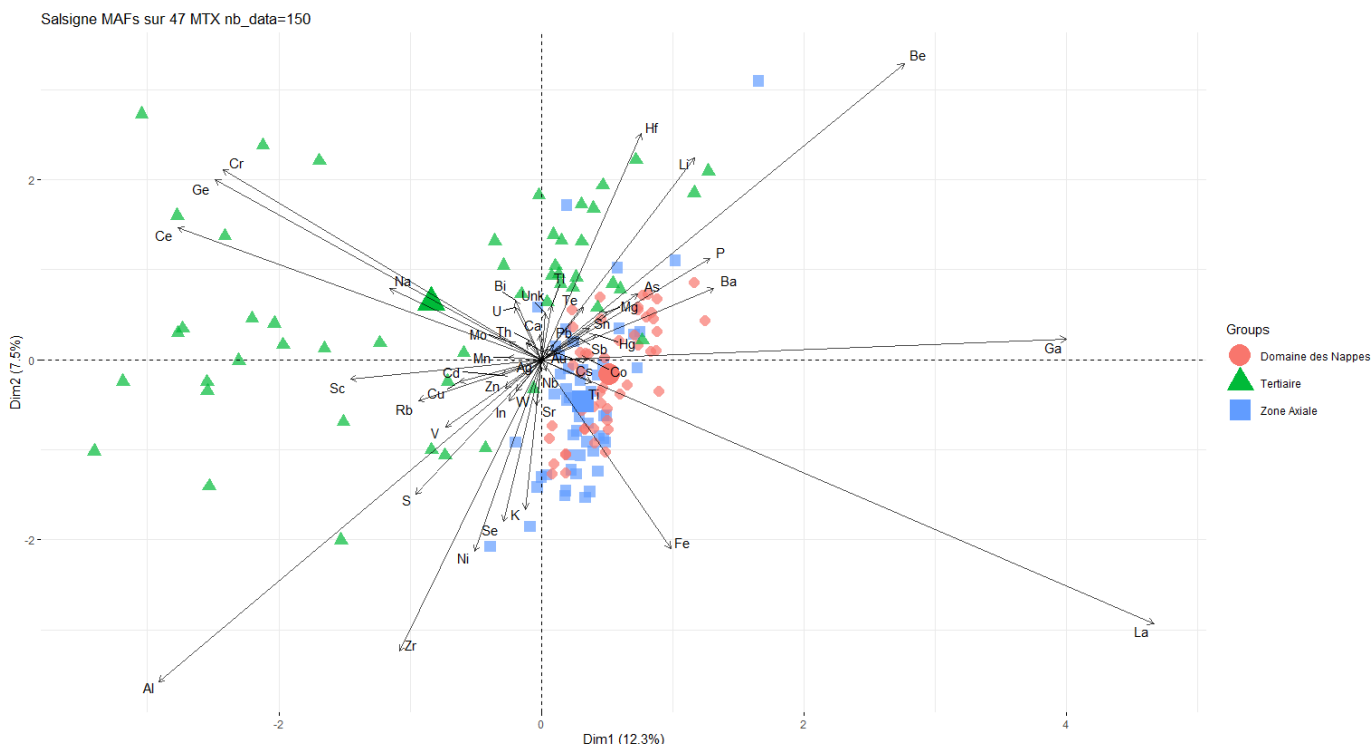


Figure 31 : Affichage des 47 éléments sur les 2 premiers axes MAF. Coloration par zones.

La Figure 31 présente l'ACP spatiale. Les associations entre éléments et la zonation géologique du secteur peuvent être constatées, avec notamment pour l'EGC Tertiaire, les éléments Ce, Ge, Cr, Na, Al, Hf, Li, et pour l'EGC de la Zone Axiale, K, Se, Ni.

La Figure 32 montre une bonne corrélation entre les MAF et les formations lithologiques de la carte géologique harmonisée de l'Aude au 1/50 000, ce qui est un autre indicateur de la bonne représentativité des données.

Le contrôle de la répartition de certains éléments par la distance par rapport aux contacts entre les domaines géologiques peut aussi être mis en évidence, notamment l'arsenic (cf. Figure 33).

Pour l'affichage de plans de teneurs du fonds géochimique, le statisticien sélectionne les MAF des phénomènes naturels qui l'intéressent, en réalise le krigeage à dérive et génère la carte élémentaire.

Comme il s'agit de déterminer le fond, seule les mesures en laboratoire de SOL sont utilisées (150).

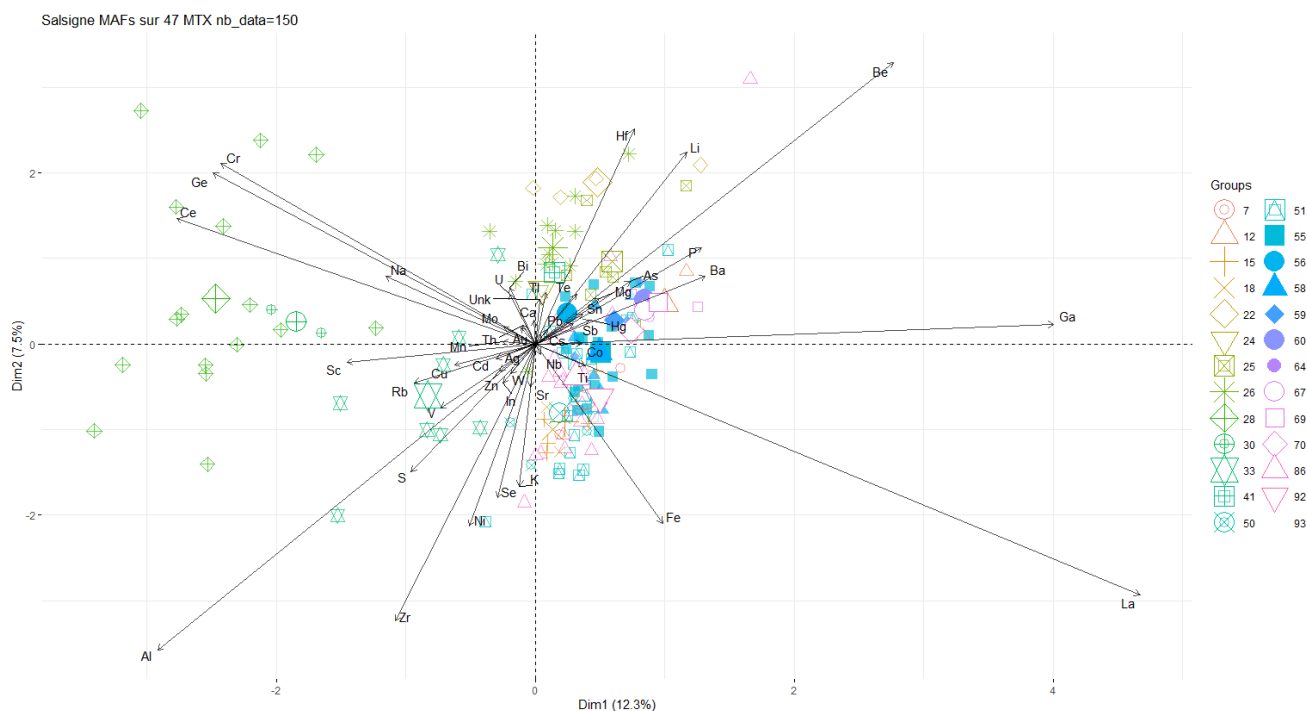


Figure 32 : Affichage des 47 éléments sur les 2 premiers axes MAF (\*).

(\*) : Coloration par formations lithologiques (carte géologique harmonisée au 1/50 000 de l'Aude). 7 : d1-2. Lochkovien-Praguien. Calcaires noirs de Cabrespine. 12 : d2-3a. Praguien-Emsien inférieur. Dolomies grises. 15 : d3a. Emsien inférieur. Calcaires massifs blancs. 18 : d3b-7(Mt). Emsien supérieur-Faménnien. Calcschistes versicolores de Cabrespine. 22 : e1-2. Paléocène, Danien-Sélandien. Faciès "vitrolliens", marnes rouges à microcodium, lentilles conglomératiques, calcaires palustres. 24 : e3b(Cg). Paléocène, Thanétien supérieur. Conglomérats, sables quartzeux, limons argileux rouges. 25 : e3M. Paléocène, Thanétien. Calcaires lacustres de Montolieu. 26 : e4-6C. Eocène, Yprésien supérieur-Bartonien. Molasse de Carcassonne, conglomérats, grès, marnes gréseuses fluviatiles et calcaires lacustres. 28 : e4b-cCA. Eocène, Ilerdien inférieur-moyen. Calcaires à alvéolines, marnes à Tympanotonos, grès et marnes continentaux intercalés. 30 : e4b-cMB. Eocène, Ilerdien inférieur-moyen. Marnes bleues à operculines et turrilletes. 33 : e4eV. Eocène, Cuisien. Calcaires lacustres de Ventenac. 41 : Fx. Alluvions des moyennes terrasses. 50 : GREPd-e. Groupe de Saint-Pons-Cabardés, Faisceaux d-e, grès-quartzites, micaschistes, gneiss à silicates calciques, marbres, niveaux graphiteux (Cambro-Ordovicien probable). 51 : GREPg-h. Paléozoïque. Groupe de Saint-Pons-Cabardés, Faisceau g et h, schistes, grès, grès à clastes (Cambro-Ordovicien probable). 55 et 56 : k1-3aM. Cambrien inférieur. Formation de Marcory, série gréso-pélique. 58 : k3a. Géorgien. Alternances gréso-carbonatées à archéocyathes et trilobites. 59 : k3b. Géorgien. Calcaires dolomitiques à archéocyathes. 60 : k3c. Géorgien. "Dolomies principales", dolomies noires puis grises, à oncolites et stromatolites. 64 : k4. Cambrien moyen indifférencié. 67 : k4b. Cambrien moyen. Schistes à "Paradoxides", pélites vertes et rouges. 69 : k4d. Cambrien moyen. Formation de Barroubio, pélites, grès. 70 : k5. Cambrien supérieur. Formation de la Val-d'Homs, calcaires roses, pélites versicolores. 86 : SPf. Groupe de Saint-Pons-Cabardés, Faisceau f, schistes et quartzites clairs (Cambro-Ordovicien probable). 92 : SPj(Tf). Groupe de Saint-Pons-Cabardés, Faisceau j, passées de tufs feldspathiques (Cambrien inférieur). 93 : SRk. Groupe de Roc-Suzadou, méta-conglomérats, quartzites, schistes (Ordovicien supérieur-Silurien probable).

Établissement du fond pédo-géochimique dans la région de l'ancien secteur minier de Salsigne (Aude)

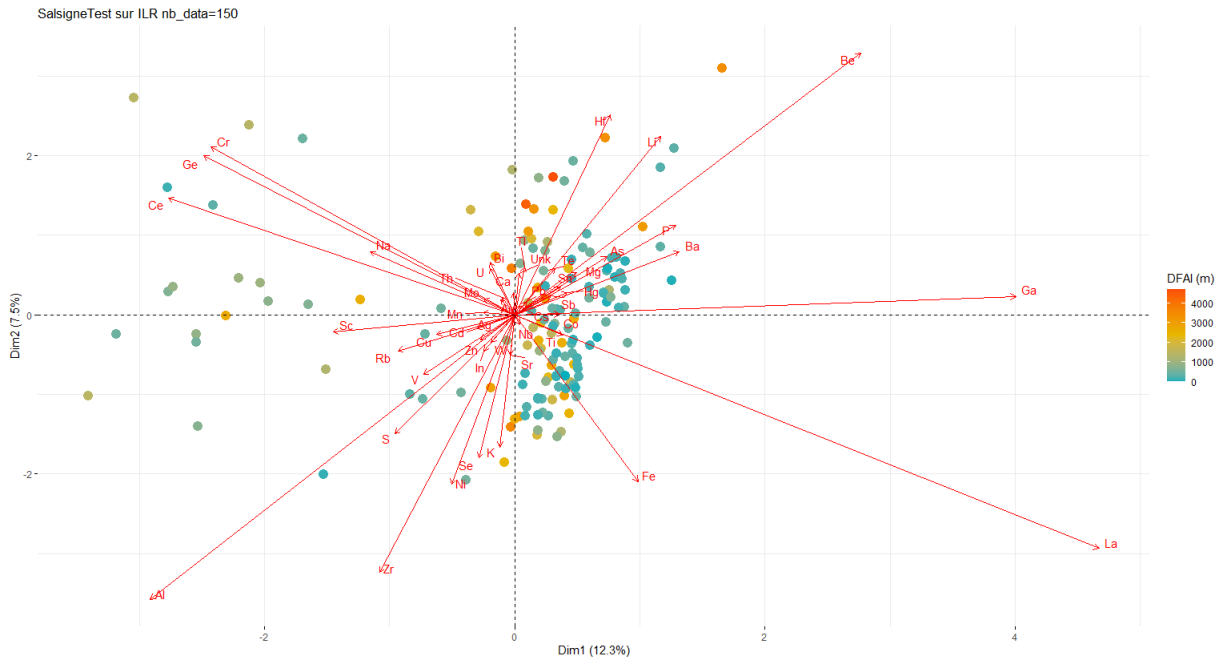


Figure 33 : Affichage des 47 éléments sur les 2 premiers axes MAF. Coloration selon leur proximité par rapport aux contacts entre domaine géologique.

La Figure 34 présente la part des MAF dans la variance totale. Les trois premiers axes parmi dix axes semblent capturer la majorité de la variété spatiale des concentrations en 47 métaux.

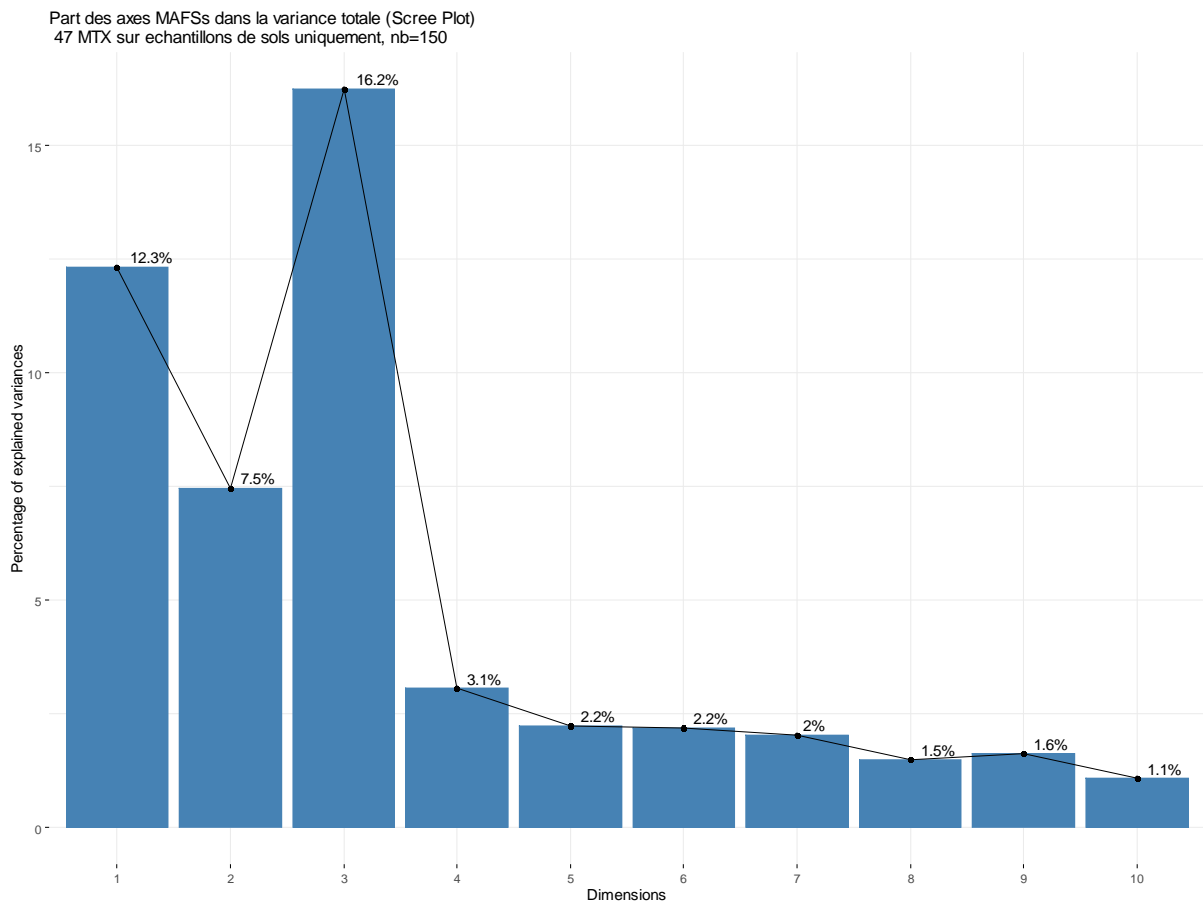


Figure 34 : Scree plot des MAF

En premier lieu les MAF ont été calculés au moyen de la suite R (cf. Tableau 6) et les affects pépites (Nug), palier (psill) et portée (range) des phénomènes établis (cf. Tableau 7), puis la corrélation de chaque MAF avec la géologie (GEO), la topographie (ALT) et les plus proches distances au failles (DFAI), aux rivières (DHYD) et sites (DSIT) (cf. Tableau 6). Les variogrammes simples et croisés des 13 MAF ont également été calculés (cf. Figure 35). On constate sur le

Tableau 6 de bonnes corrélations avec les phénomènes naturels pour les MAF de 1 à 7. Les corrélations sont moins fortes dès le MAF10.

		Estimate	Std. Error	t value	Pr(> t )	Sig.
<b>MAF1</b>	(Intercept)	-8.04E-01	2.91E-01	-2.765	0.00644	**
	ALT	1.32E-03	5.02E-04	2.639	0.00922	**
	GEO	9.33E-03	4.01E-03	2.329	0.02125	*
	DFAI	-4.90E-05	7.63E-05	-0.643	0.52154	
	DHYD	-4.21E-04	5.29E-04	-0.796	0.42731	
	DSIT	-6.37E-07	4.07E-05	-0.016	0.98755	
<b>MAF2</b>	(Intercept)	1.45E+00	2.31E-01	6.296	3.47E-09	***
	ALT	-2.96E-03	3.98E-04	-7.438	8.46E-12	***
	GEO	-3.55E-03	3.18E-03	-1.116	0.266	
	DFAI	2.44E-04	6.06E-05	4.024	9.22E-05	***
	DHYD	5.49E-04	4.20E-04	1.307	0.193	
	DSIT	-1.39E-04	3.23E-05	-4.301	3.12E-05	***
<b>MAF3</b>	(Intercept)	-1.00E+00	2.12E-01	-4.728	5.34E-06	***
	ALT	1.76E-03	3.65E-04	4.813	3.72E-06	***
	GEO	5.80E-03	2.92E-03	1.987	0.0488	*
	DFAI	5.90E-04	5.56E-05	10.615	< 2e-16	***
	DHYD	-3.16E-04	3.86E-04	-0.821	0.4132	
	DSIT	-1.36E-04	2.97E-05	-4.598	9.27E-06	***
<b>MAF4</b>	(Intercept)	5.39E-01	3.02E-01	1.786	0.0762	.
	ALT	-1.36E-03	5.21E-04	-2.604	0.0102	*
	GEO	-1.39E-03	4.16E-03	-0.334	0.7388	
	DFAI	1.79E-04	7.92E-05	2.261	0.0253	*
	DHYD	-2.22E-05	5.49E-04	-0.04	0.9678	
	DSIT	-3.04E-05	4.23E-05	-0.719	0.473	
<b>MAF5</b>	(Intercept)	-5.33E-01	3.10E-01	-1.717	0.0882	.
	ALT	-4.43E-04	5.36E-04	-0.826	0.4099	

Établissement du fond pédo-géochimique dans la région de l'ancien secteur minier de Salsigne (Aude)

		Estimate	Std. Error	t value	Pr(> t )	Sig.
	GEO	9.38E-03	4.28E-03	2.192	0.03	*
	DFAI	7.00E-05	8.15E-05	0.859	0.3919	
	DHYD	1.83E-04	5.65E-04	0.323	0.7473	
	DSIT	3.95E-05	4.35E-05	0.909	0.3648	
<b>MAF6</b>	(Intercept)	-2.27E-01	2.95E-01	-0.769	0.443055	
	ALT	-1.84E-03	5.08E-04	-3.621	0.000406	***
	GEO	1.31E-02	4.06E-03	3.227	0.00155	**
	DFAI	1.60E-04	7.73E-05	2.069	0.040363	*
	DHYD	-2.84E-04	5.36E-04	-0.529	0.59731	
	DSIT	6.95E-05	4.13E-05	1.684	0.094354	.
<b>MAF7</b>	(Intercept)	-3.49E-01	3.00E-01	-1.163	0.24675	
	ALT	1.53E-03	5.17E-04	2.962	0.00357	**
	GEO	-2.61E-03	4.13E-03	-0.631	0.52894	
	DFAI	-1.83E-04	7.87E-05	-2.324	0.02154	*
	DHYD	8.30E-04	5.46E-04	1.521	0.13046	
	DSIT	-4.87E-05	4.20E-05	-1.159	0.24844	
<b>MAF8</b>	(Intercept)	1.320e-01	3.130e-01	0.422	0.6739	
	ALT	4.77E-04	5.40E-04	0.883	0.3787	
	GEO	-1.41E-03	4.31E-03	-0.326	0.7447	
	DFAI	4.03E-05	8.21E-05	0.49	0.6247	
	DHYD	-1.08E-03	5.70E-04	-1.898	0.0597	.
	DSIT	-8.77E-07	4.39E-05	-0.02	0.9841	
<b>MAF9</b>	(Intercept)	5.83E-01	3.01E-01	1.937	0.054669	.
	ALT	5.32E-04	5.19E-04	1.025	0.30724	
	GEO	-3.42E-03	4.14E-03	-0.825	0.410531	
	DFAI	-9.42E-06	7.89E-05	-0.119	0.905205	
	DHYD	-1.89E-04	5.48E-04	-0.345	0.730519	
	DSIT	-1.58E-04	4.21E-05	-3.749	0.000257	***
<b>MAF10</b>	(Intercept)	7.11E-02	3.13E-01	0.227	0.8207	
	ALT	3.20E-04	5.40E-04	0.593	0.554	



	GEO	-1.86E-03	4.31E-03	-0.431	0.6673	
	DFAI	-1.47E-04	8.22E-05	-1.783	0.0766	.
	DHYD	3.61E-04	5.70E-04	0.633	0.5277	
	DSIT	-1.61E-05	4.39E-05	-0.368	0.7137	
<b>MAF11</b>	(Intercept)	1.39E-01	3.10E-01	0.447	0.6552	
	ALT	1.03E-03	5.35E-04	1.933	0.0552	.
	GEO	-9.13E-03	4.27E-03	-2.136	0.0344	*
	DFAI	-5.05E-05	8.14E-05	-0.62	0.5359	
	DHYD	3.45E-04	5.65E-04	0.611	0.5421	
	DSIT	-4.41E-05	4.35E-05	-1.015	0.3119	
<b>MAF12</b>	(Intercept)	-1.69E-01	3.12E-01	-0.542	0.589	
	ALT	3.32E-04	5.38E-04	0.618	0.538	
	GEO	-3.72E-03	4.30E-03	-0.865	0.389	
	DFAI	6.68E-05	8.19E-05	0.816	0.416	
	DHYD	-2.44E-04	5.68E-04	-0.43	0.668	
	DSIT	5.83E-05	4.37E-05	1.334	0.184	

Tableau 6 : Calcul des MAF réalisé aux moyens de la suite R, et leurs corrélations avec la géologie, la topographie, les limites de domaines, les rivières et les anciens sites miniers. Avec : ALT : topographie, GEO : géologie, DFAI : plus proche distance limites de domaines géologiques, DHYD : plus proche distance à un point d'eau, DSIT : plus proche distance aux anciens sites miniers.  
 Note d'évaluation des forces de corrélation (Sig.) : Significative à 0.001 '\*\*\*', Significative à 0.01 '\*\*', Significative à 0.05 prés '\*'

	<b>modele</b>	<b>Palier (sill)</b>	<b>Portée ()range</b>
MAF1	Nug	0	0
	Sph	1.06	13466
MAF2	Nug	0.07	0
	Sph	0.47	8573
MAF3	Nug	0.02	0
	Sph	0.49	7098
MAF4	Nug	0.09	0
	Sph	0.74	9165
MAF5	Nug	0.00	0
	Sph	0.97	5015
MAF6	Nug	0.00	0
	Sph	0.59	2883
MAF7	Nug	0.02	0
	Sph	0.75	3510
MAF8	Nug	0	0
	Sph	1.00	4589
MAF9	Nug	0.04	0
	Sph	0.61	4229
MAF10	Nug	0	0
	Sph	0.79	3460
MAF11	Nug	0	0
	Sph	0.81	2910
MAF12	Nug	0	0
	Sph	1.09	3190
MAF13	Nug	0	0
	Sph	0.70	2321

*Tableau 7 : Tableau des structures spatiales des 13 premiers MAFS.*

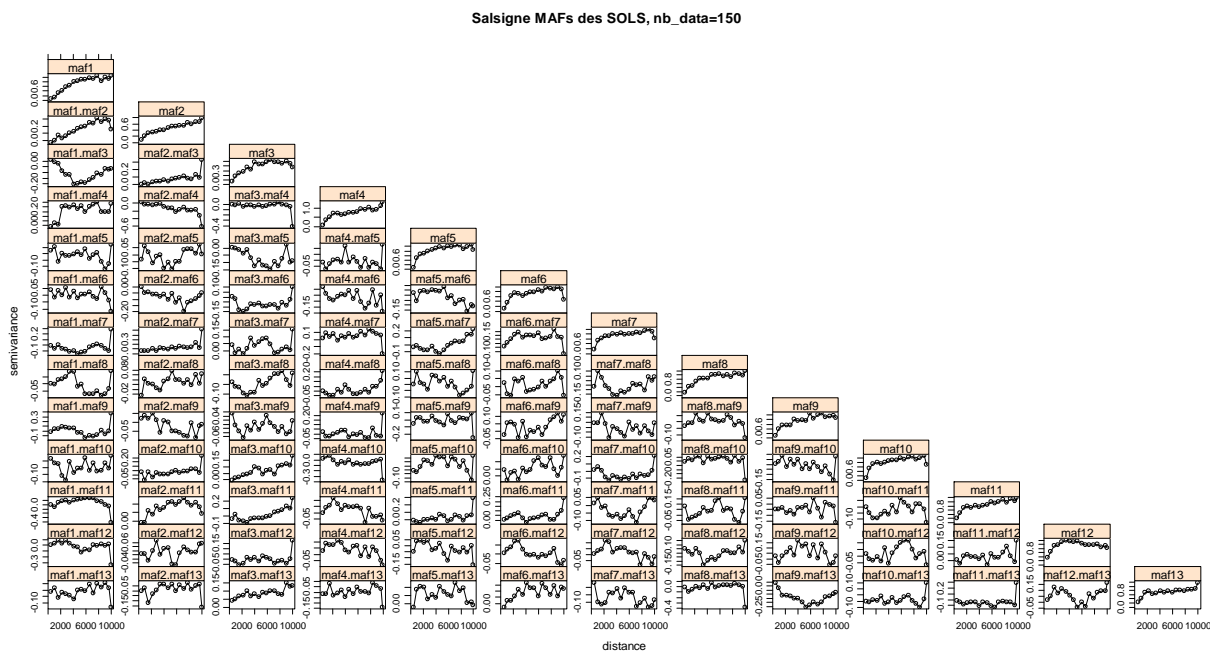


Figure 35 : Variogrammes simples (diagonale) et croisés de 13 MAF.

Les 10 premiers MAF sont à dominante géogénique avec des portées de phénomènes kilométriques de 3 km à 13 km. Les plans à 10 MAF filtrent tous les MAF supérieurs et donnent une idée des teneurs géogéniques du secteur hors anomalies anthropiques. Il va être intéressant de les comparer aux autres résultats mis en œuvre pour les teneurs en particulier sur As, Cu, Pb, Zn (cf. Figures 36 à 39).

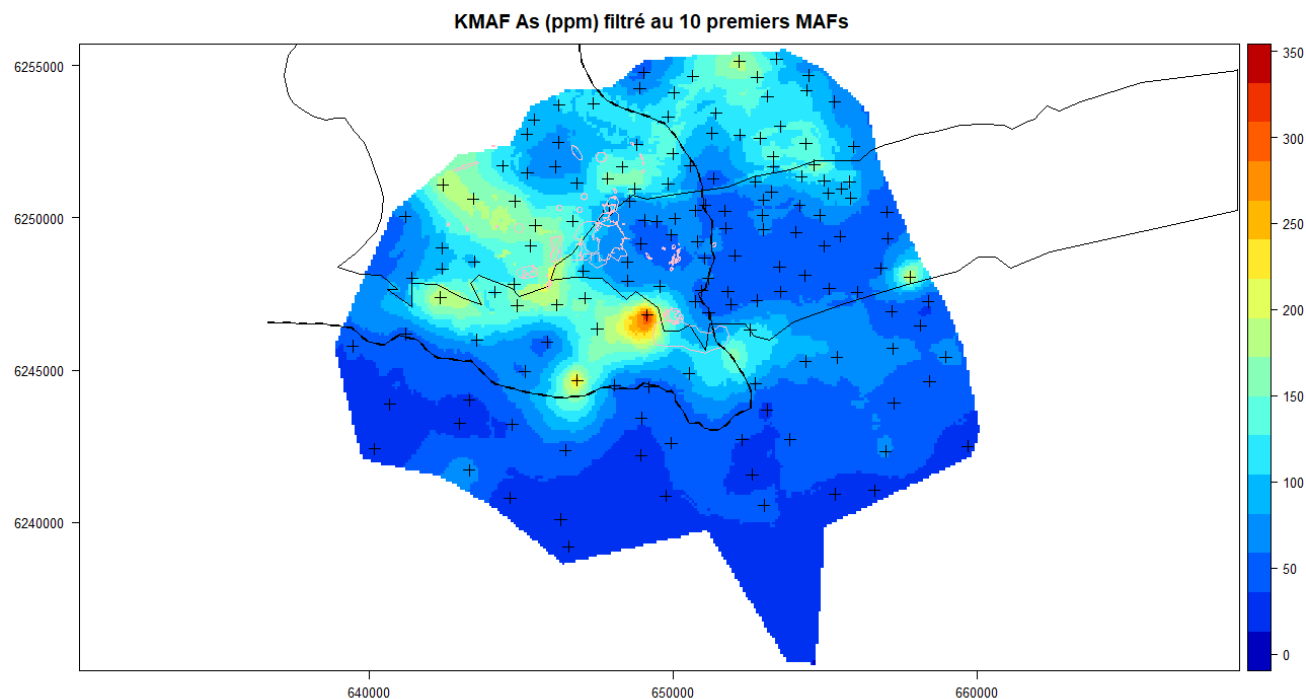


Figure 36 : Cartographie par krigeage du fond géochimique médian par selections des 10 premiers MAF pour l'arsenic (en mg/kg). Avec en noir, les limites de domaines géologiques (EGC), en pointillé, la limite du proche domaine, en rose les emprises des anciens sites miniers.

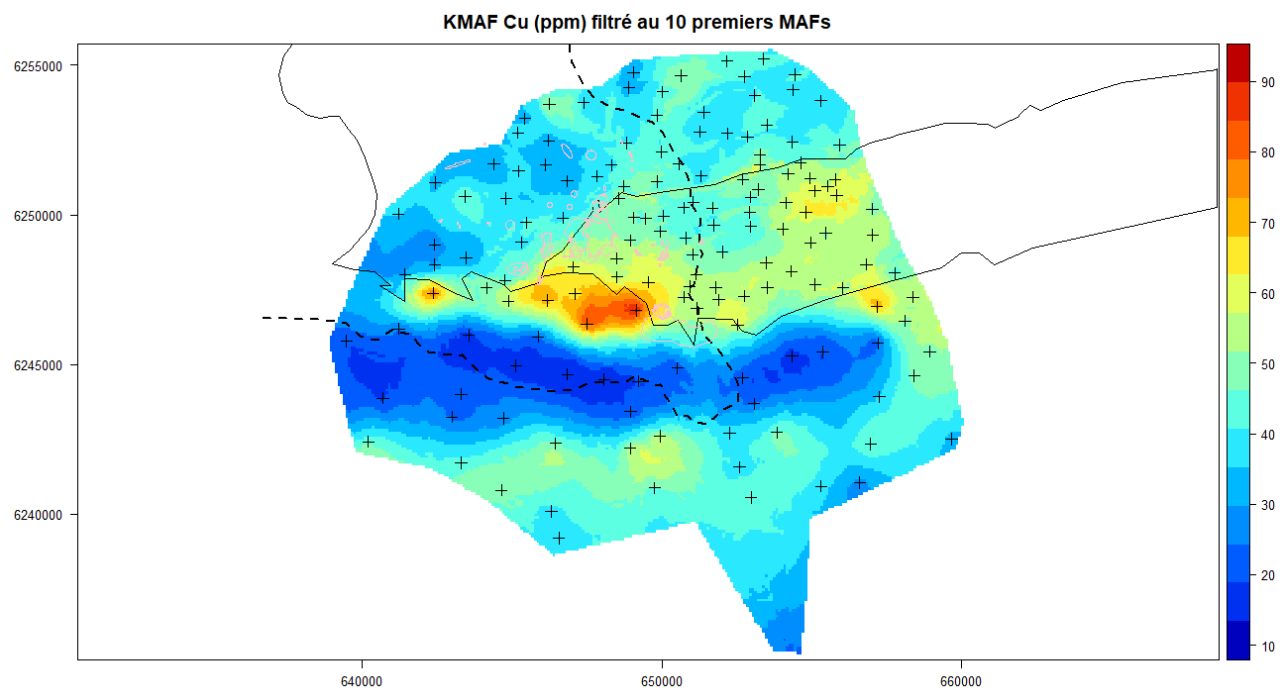


Figure 37 : Cartographie par krigeage du fond géochimique médian par selections des 10 premiers MAF pour le cuivre (en mg/kg). Avec en noir, les limites de domaines géologiques en pointillé, la limite du proche domaine, en rose les emprises des anciens sites miniers.

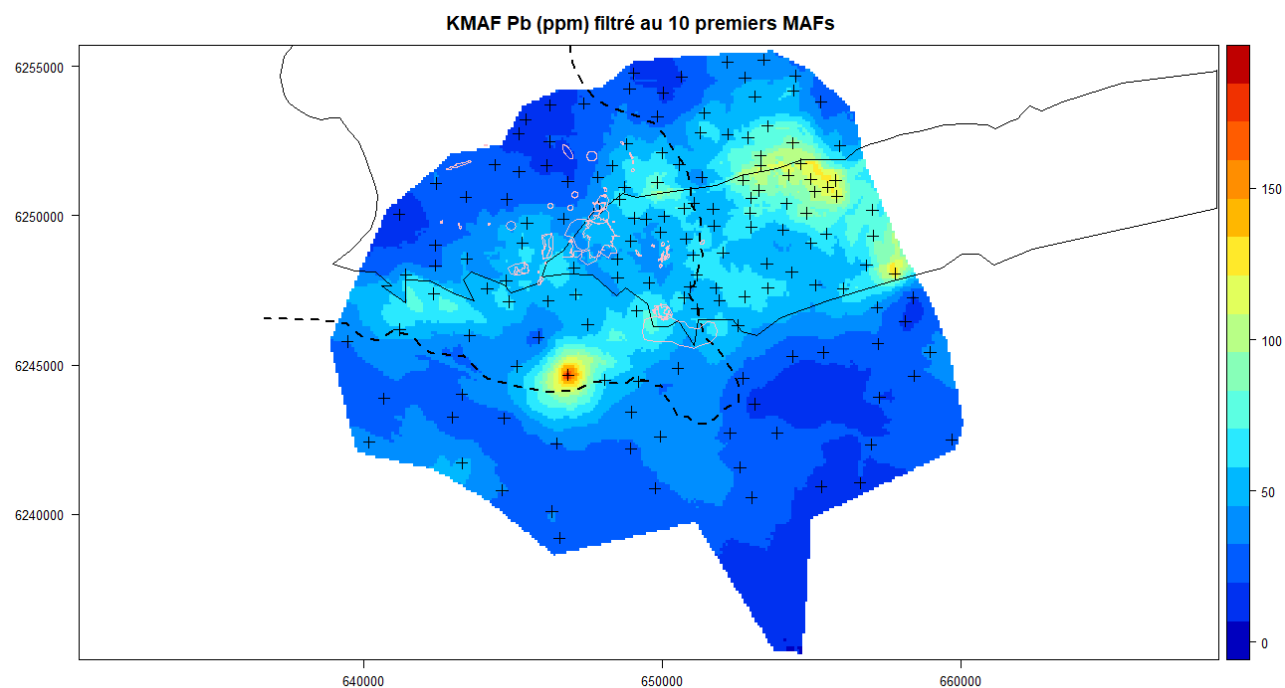


Figure 38 : Cartographie par krigeage du fond géochimique médian par selections des 10 premiers MAF pour le plomb (en mg/kg). Avec en noir, les limites de domaines géologiques (EGC) en pointillé, la limite du proche domaine, en rose les emprises des anciens sites miniers.

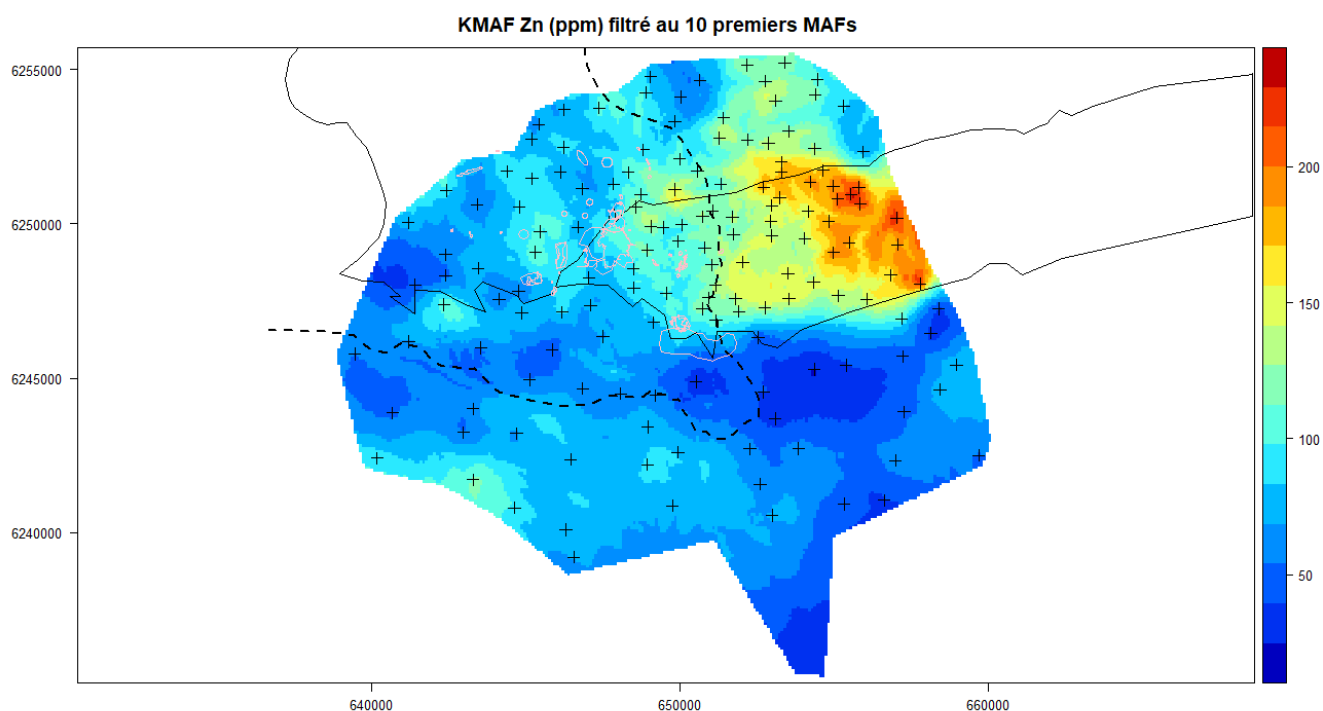


Figure 39 : Cartographie par krigeage du fond géochimique médian par sélection des 10 premiers MAF pour le zinc (en mg/kg). Avec en noir, les limites de domaines géologiques (EGC) en pointillé, la limite du proche domaine, en rose les emprises des anciens sites miniers.

L'arsenic semble présent aux points de contacts entre EGC à des concentrations de l'ordre de 120 ppm avec une ligne de base de l'ordre de 250 ppm (cf. Figure 36). Les concentrations au cœur des formations tertiaires et nappes sont plus faibles de l'ordre d'une trentaine de ppm, avec une ligne de base de l'ordre de 50 ppm. Une frontière pour l'application des lignes de bases à ces deux domaines est proposée (limite du proche domaine).

Le cuivre montre des concentrations plus riches au contact entre le domaine Tertiaire et le domaine des nappes, mais avec des concentrations plus basses le long d'une bande est-ouest dans la partie nord du domaine tertiaire (cf. Figure 37). La légère augmentation au sud pourrait être liée à un usage viticole.

Le plomb montre une valeur anormale au sein du domaine Tertiaire, les plus fortes concentrations étant localisées à l'est du domaine des nappes (cf. Figure 38), comme le zinc (cf. Figure 39). Cette répartition est cohérente avec l'existence de minéralisations à Pb-Zn dans le secteur.

Ces résultats de traitement statistiques poussés, permettent d'affiner les lignes de base du fond pédogéochimique proposées pour ces éléments (cf. Tableau 8).

L'emprise de la zone concernée par des LBFPG élevées en bordure des EGC est présentée dans la Figure 40. Les communes de Lastours, Salsigne, Villanière, Villardonnel sont entièrement localisées dans cette emprise, alors que pour celles d'Aragon et Conques-sur-Orbiel, seul le nord est concerné. Le sud des communes de Mas-Cabardès, Miraval-Cabardès et Cuxac-Cabardès est également dans cette emprise.

Eléments	EGC	LBFPG déterminée directement pour l'ensemble de l'EGC (chapitre 4.4.1)	LBFPG pour la bordure de l'EGC (déterminées par la méthode des MAF)	LBFPG pour le reste de l'EGC
As	Nappes	119	120	50
	Tertiaire	120,5	120	50
	Axiale	267	267	250
Cu	Nappes	101	100	70
	Tertiaire	52	52	52
	Axiale	69	66	66
Pb	Nappes	145	200	144
	Tertiaire	40	40	40
	Axiale	52	52	52
Zn	Nappes	246	-	246
	Tertiaire	102	-	102
	Axiale	152	-	152

Tableau 8 : Proposition de lignes de base pédo-géochimique à proximité des contacts entre domaine suite aux calculs selon le protocole ADEME (2018) et l'observation des cartes tous échantillons et filtrées par la méthode MAF.

#### 5.4. UTILISATION DES VALEURS DE LIGNE DE BASE DU FOND PÉDO-GÉOCHIMIQUE PROPOSÉES

La vocation des valeurs de lignes de base du fond pédo-géochimique proposées repose dans leur utilisation comme valeurs maximales au-delà de laquelle il est possible de considérer une mesure comme pouvant représenter une anomalie d'origine potentiellement anthropique.

Il convient de rappeler que ces valeurs ont été déterminées à partir d'un nombre limité de prélèvements, dont la répartition, tout en se voulant représentative de la zone d'étude, ne peut pas garantir l'inexistence de variations locales. Ainsi, l'existence de minéralisations naturelles non exploitées peut fortement influencer les valeurs de ligne de base du fond pédo-géochimique sur des portées inférieures à la densité d'échantillonnage de cette étude, c'est-à-dire quelques centaines de mètres. De la même façon, des variations locales significatives dues à des formations lithologiques particulières de faibles extensions ne peuvent pas non plus être exclues.

Ces valeurs de référence ont été acquises pour une application cohérente avec le secteur d'étude, elles sont donc difficilement reportables sur un autre secteur d'étude.

Elles pourront cependant être aisément utilisées dans le cadre de la réalisation des secteurs d'information sur les sols (SIS) programmée sur les anciens sites miniers et industriels du district de Salsigne.

Néanmoins, en vue de la réalisation complémentaire de SIS sur la zone de l'Orbiel affectée par la crue exceptionnelle de 2018, ces données ne peuvent que partiellement être considérées comme valeurs de référence. En effet, une grande partie de ce secteur est constitué par des sols formés sur des alluvions issues des trois domaines géologiques. Ainsi, il conviendrait de réaliser une campagne complémentaire pour déterminer spécifiquement les valeurs de ligne de base du fond pédo-géochimique pour ce type de sol. Le secteur de la Clamoux, qui ne présentent pas de sites miniers en amont, pourrait constituer une cible pour la réalisation de cette étude.



Figure 40 : Représentation cartographique de l'emprise de la zone concernée par une LBFGP élevée en arsenic.



## 6. Conclusions

Dans le but de définir des données de référence du fond pédo-géochimique pour déterminer les éventuels impacts environnementaux associés aux anciennes activités minières et industrielles du district aurifère de Salsigne (Aude), cette étude a mis en œuvre les préconisations de l'Ademe (2018) et de la norme ISO 19258:2018 à partir de la réalisation de mesures sur site et en laboratoire sur des sols échantillonnés dans des secteurs supposés non impactés. Afin d'obtenir la représentativité statistique préconisée, les formations lithostratigraphiques reconnues dans le secteur d'étude ont été regroupées en trois ensembles géographiques cohérents (EGC) : le domaine de la zone axiale, majoritairement composés de schistes, le domaine des nappes du Minervoises, constitué de formations carbonatés et détritiques plissées du Paléozoïque, et le domaine Tertiaire, comprenant des formations détritiques et carbonatées cénozoïques.

Pour l'ensemble des échantillons, deux méthodes d'analyse ont été utilisées :

- analyse *in situ* par fluorescence X portable (pXRF) ;
- analyse en laboratoire par ICP-MS et AES après digestion par eau régale.

Une analyse en laboratoire par ICP-MS et AES après digestion par la méthode quatre acides sur une sélection représentative d'échantillons a permis de déterminer le type de porteur minéralogique des principaux métaux et métalloïdes habituellement étudiés dans les études environnementales. Les différences entre les deux méthodes en laboratoire étant minimes, il est possible de conclure que ces éléments d'intérêts sont principalement contenus par les sulfures qui sont dissous par la digestion en eau régale.

Grâce à ces résultats, les gammes de concentrations rencontrées dans les sols naturels et une ligne de base de fond pédo-géochimique (LBFG) ont pu être établies spécifiquement pour les trois domaines géologiques cohérents utilisés dans cette étude.

Pour l'arsenic, **les lignes de base proposées sont, respectivement à proximité des contacts entre domaines EGC et à leurs cœurs, de l'ordre de 120 mg/kg et 50 mg/kg pour le domaine des nappes du Minervoises, 120 mg/kg et 50 mg/kg pour le domaine du Tertiaire et 267 mg/kg et 250 mg/kg pour le domaine de la zone axiale.** L'analyse statistique multivariée des données obtenues montre que le découpage en trois EGC est cohérent et que les données sont représentatives pour le secteur d'étude.

Dans le but d'avoir une vision complète du fond pédo-géochimique du secteur, un échantillonnage complémentaire doit être réalisé sur des sols développés sur alluvions et les sédiments, comme cela est le cas dans le secteur affecté par les crues de l'Orbiel en 2018, si possible le long d'un cours d'eau dont le bassin-versant traverse les trois domaines géologiques du secteur.

L'ensemble des gammes de valeurs obtenues sont dans les mêmes ordres de grandeur pour les éléments aussi quantifiés en pXRF.

Compte-tenu des valeurs rencontrées sur la zone d'étude, nettement supérieures au seuil de recommandation du Haut Conseil de la Santé Publique (HSCP) de 25 mg/kg d'As bioaccessible, des analyses de bioaccessibilité sur ces sols sont fortement recommandées. De la même manière, certaines valeurs en Pb dépassent elles-aussi les valeurs de gestion du HSCP.



## 7. Bibliographie

**ADEME** (2018a) - Méthodologie de détermination des valeurs de fonds dans les sols : Echelle territoriale. Groupe de travail sur les valeurs de fonds. 112 p.

**ADEME** (2018b) - Méthodologie de détermination des valeurs de fonds dans les sols : Echelle d'un site. Groupe de travail sur les valeurs de fonds. 107 p

**Aitchison J.** (1986). *The Statistical Analysis of Compositional Data*, Chapman & Hall.

**ALS** (non daté). Aqua Regia or 4 acid digestion? Which method is right for your project? Geochemistry Technical note. 2 p.

**Amalric L., Aubert N., Ghestem J.-P., Leprond H.** (2015). Analyse des sols dans le domaine des sites et sols pollués - Synthèse des réunions du Groupe de Travail sur les Laboratoires. Rapport final. BRGM/RP-64749-FR, 48 p., 1 ann.

**Artignan D., Nachbaur A.** (2010). Mines de Salsigne et de Nartau. Etudes des aléas mouvements de terrain sur les concessions de Salsigne, Villanière et Lastours. Rapport final. BRGM/RP-59047-FR, 125 p.

**Belbeze S. avec la collaboration de Djemil M., Béranger S. et Stochetti A.** (SCM), (2019) – Détermination de FPGA - Fonds Pédo-Géochimiques Anthropisés urbains. Agglomération pilote : TOULOUSE METROPOLE. Rapport final. BRGM/RP-69502-FR, 347 p., 73 fig., 37 tabl., 4 ann.

**Berger G.M., Boyer F., Debat P., Demange M., Freytet P., Marchal J.P., Mazéas H., Vautrelle C.** (1993). Notice explicative de la feuille Carcassonne à 1/50 000. BRGM, 78 P. + annexes.

**Beyrie A., Fabre J.M., Kammenthaler E., Maintenant J., Munteanu G., Rico C.** (2011). La mine antique de cuivre des Barrencs. *L'Archéologue*, 113, 50-53.

**Brunet, J.-F.** (2016). Établissement de fonds pédo-géochimiques urbains en parallèle à l'Opération ETS du Ministère de l'Ecologie. BRGM/RP-66306-FR.

**Cassard D., Feybesse J.L., Lescuyer J.L.** (1993). Variscan crustal thickening, extension and late overstacking during the Namurian-Westphalian in the Western Montagne Noire (France). *Tectonophysics*, 222, 33-53.

**Cottard F., Marroncle J.L.** (2001). Évaluation environnementale du site de l'ancienne mine d'or de la Messette (Aude). Concession de Malabau. BRGM/RP-50675-FR, 160 p., 8 fig., 14 tabl., 2 ann.

**Demange M.** (1975). Style pennique de la zone axiale de la Montagne Noire entre Saint-Pons et Murat-sur-vèbre (Massif central). *Bulletin BRGM*, 2, 91-139.

**Demange M.** (1985). Étude géologique du massif de l'Agout, Montagne Noire, France. Thèse univ. Pierre et Marie Curie, Paris VI, 2 vol., 408 et 647 p.

**Demange M., Pascal M.-L., Rimbault L., Armand J., Forette M.C., Serment R., Touil A.** (2006). The Salsigne Au-AS-Bi-Ag-Cu deposit, France. *Economic Geology*, 101, 199-234.

**Girardeau I** (2007). Étude de la pollution et des risques présentés par 6 sites miniers acquis par l'Etat et proposition de travaux à réaliser. ICF Environnement, AIX/05/063-ID/Phase 1-V0). 139 p + annexes.

**Helsel, D.R.**, (2012). Statistics for censored environmental data USING MINITAB AND R. (2nd ed.), John Wiley and Sons, New York. 250 p.

**Haut Conseil de la Santé Publique – HCSP** (2014). Détermination de nouveaux objectifs de gestion des expositions au plomb. 24 p.

**HCSP**, (2021). Avis relatif à la maîtrise du risque associé à la présence de plomb dans l'environnement extérieur – 1er février 2021. <https://www.hcsp.fr/>.

**Issard H.** (1984). Comparaison lithostratigraphique, géochimique et structurale entre la zone axiale et les nappes du versant Sud de la Montagne Noire dans le district aurifère de Salsigne (Aude, France). Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 269 p. + annexes.

**LABO** (2003) - Hintergrundwerte für anorganische und organische Stoffe - Bund-Länder-Arbeitsgemeinschaft Bodenschutz v3, 42 p.

**Marcoux E., Lescuyer J.-L.** (1994). Les minerais sulfo-arseniés aurifères de Salsigne, Aude, France : Evolution paragénétique d'une minéralisation tardi-hercynienne syntectonique en contexte sédimentaire. The Canadian Mineralogist, 32, 159-177.

**Melleton J., Girardeau I.** (2019). Fond géochimique dans le secteur des anciennes mines d'or de Salsigne (Aude) : apports des données de l'Inventaire minier. Rapport final. BRGM/RP-68771-FR, 83 p., 42 fig., 29 tabl.

**MTES**, (2017). Méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués. Ministère de l'Environnement, de l'énergie et de la Mer. 128p.

**Pagis G.** (1983). Altération supergène du gisement aurifère de Salsigne (Aude, France). Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 171 p. + cartes.

**Pawlowsky-Glahn V, Buccianti A.** (2011) Compositional Data Analysis: Theory and Applications. John Wiley & Sons

**Pawlowsky-Glahn V., Egozcue J. J., Tolosana-Delgado R.** (2015), Modeling and Analysis of Compositional Data, Wiley.

**Petitgas P., Woillez M., Doray M., Rivoirard J.** (2018). Indicator-Based Geostatistical Models For Mapping Fish Survey Data. Mathematical Geosciences, 50, pp.187 - 208.

**Petitgas P., Renard D., Desassis N., Huret M., Romagnan J.-B. et al.** (2020). Analysing Temporal Variability in Spatial Distributions Using Min–Max Autocorrelation Factors: Sardine Eggs in the Bay of Biscay. *Mathematical Geosciences*, pp. 337–354.

**Rafini S.** (2015). Assurance et contrôle de la qualité (QA/QC) en exploration minérale : synthèse et évaluation des usages. Rapport projet CONSOREM 2013-05, 44 p.

**Sancho, L.** (2016). Protocole d'Analyse Statistique pour la Construction d'un Fond Pédo-Géochimique Anthropisé des Sols Urbains. BRGM - RP-66501-FR.

**Sauvaget B.** (2019). Constitution de référentiels géochimiques locaux pour les sols et proches sous-sols urbains : de la base de données à l'interprétation géostatistique. Géochimie. Thèse Université Paris sciences et lettres, 2019. Français.

**Serrand A.S., Gourdié S.** (2012). Sites miniers satellites de Salsigne. Etudes des aléas mouvements de terrain sur les concessions de Malabau, Pujol, Lastours, La Caunette, Salsigne, Villanière et Villardonnell. Rapport final. BRGM/RP-60247-FR, 119 p. + annexes.

**Switzer, P., Green, A.A.**, (1984). Min/Max autocorrelation factors for multivariate spatial imaging. Technical Report No. 6, Department of Statistics, Stanford University, Stanford, CA, 14pp.

**Tollon F.** (1970). Le district aurifère de Salsigne – Aude. Société des Mines et Produits Chimiques de Salsigne (Aude), 171 p. + annexes.

**Vermeersch F.** (2012). Exploitations minières sur le secteur de Salsigne. Concessions de Malabau, Pujol, Lastours, La Caunette, Salsigne, Villanière, Villardonnell. Evaluation et cartographie des aléas mouvements de terrain. Geoderis, 2012/109DE-12LRO2220, 34 p. + annexes.

**Wackernagel, H.**, (1995). Multivariate Geostatistics. Springer, Berlin, 256pp.



## **Annexe 1**

# **Certificat de contrôle qualité du laboratoire ALS**







OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 1  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

**QC CERTIFICATE LR20222235**

Project: Fond pedogeochemique Salsignes

P.O. No.: 1016001\_RT1

This report is for 244 Soil samples submitted to our lab in Loughrea, Ireland on 2-OCT-2020.

The following have access to data associated with this certificate:

INGRID GIRARDEAU

JEREMIE MELLETON

GUILLAUME VIC

SAMPLE PREPARATION	
ALS CODE	DESCRIPTION
WEI-21	Received Sample Weight
LOG-22	Sample login - Rcd w/o BarCode
PUL-31	Pulverize up to 250g 85% <75 um
LOG-24	Pulp Login - Rcd w/o BarCode
PUL-QC	Pulverizing QC Test
ANALYTICAL PROCEDURES	
ALS CODE	DESCRIPTION
ME-MS61	48 element four acid ICP-MS
ME-MS41L	Super Trace Lowest DL AR by ICP-MS

This is the Final Report and supersedes any preliminary report with this certificate number. Results apply to samples as submitted. All pages of this report have been checked and approved for release.

\*\*\*\*\* See Appendix Page for comments regarding this certificate \*\*\*\*\*

Signature:

Andrey Tairov, Technical Manager, Ireland



OMAC Laboratories Limited  
IDA Business Park  
Dublin Road  
Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
BP 36009  
ORLEANS CEDEX 2 45060  
FRANCE

Page: 2 - A  
Total # Pages: 6 (A - G)  
Plus Appendix Pages  
Finalized Date: 30-OCT-2020  
Account: BRRECO

Project: Fond pedogeochimique Salsignes  
An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235

Sample Description	Method Analyte Units LOD	MEMS41L															
		Au ppm	Ag ppm	Al %	As ppm	B ppm	Ba ppm	Be ppm	Bi ppm	Ca %	Cd ppm	Ce ppm	Co ppm	Cr ppm	Cs ppm	Cu ppm	
GBM908-10		0.366	3.04	1.05	57.0	<10	110.0	0.28	1.275	0.76	1.785	88.9	14.75	23.2	0.789	3690	
GBM908-10		0.466	3.07	1.01	56.8	<10	111.0	0.30	1.165	0.70	1.860	88.5	14.50	22.2	0.788	3670	
GBM908-10		0.423	2.90	0.94	55.8	<10	99.0	0.28	1.130	0.67	1.685	85.2	14.30	23.6	0.731	3590	
GBM908-10		0.363	3.10	0.92	56.9	<10	98.4	0.28	1.125	0.64	1.750	80.5	15.00	22.5	0.776	3610	
GBM908-10		0.436	3.04	0.95	58.4	<10	102.5	0.28	1.180	0.65	1.825	91.0	15.15	22.1	0.759	3610	
GBM908-10		0.428	2.96	0.98	58.6	<10	94.9	0.28	1.105	0.66	1.725	84.4	14.45	22.9	0.758	3610	
GBM908-10		0.523	3.08	0.98	54.5	<10	100.0	0.20	1.125	0.70	1.780	86.8	14.35	21.9	0.793	3670	
GBM908-10		0.408	3.08	0.91	59.0	<10	102.0	0.28	1.165	0.64	1.760	84.9	14.75	21.8	0.829	3610	
GBM908-10		0.405	2.87	1.04	57.1	<10	110.0	0.28	1.175	0.69	1.670	86.1	13.85	21.8	0.736	3710	
Target Range - Lower Bound		0.401	2.61	0.85	50.4	<10	88.8	0.26	1.100	0.62	1.530	79.3	12.90	20.2	0.715	3350	
Upper Bound		0.491	3.19	1.06	61.6	30	121.5	0.34	1.345	0.79	1.870	97.0	15.75	24.8	0.885	3950	
MRGeo08		0.0039	4.69	2.90	33.2	<10	486	0.85	0.670	1.12	2.36	73.1	19.50	92.8	10.30	637	
MRGeo08		0.0044	4.53	2.75	34.0	<10	455	0.80	0.655	1.08	2.27	68.4	19.80	95.4	10.75	646	
MRGeo08		0.0041	4.49	2.74	33.8	<10	446	0.79	0.631	1.08	2.25	72.2	18.90	93.1	10.35	625	
MRGeo08		0.0037	4.65	2.75	33.5	<10	455	0.79	0.676	1.13	2.30	74.4	19.85	92.1	11.35	651	
MRGeo08		0.0039	4.50	2.77	34.3	<10	456	0.81	0.655	1.16	2.10	72.3	18.95	91.5	10.55	661	
MRGeo08		0.0055	4.24	2.75	32.7	<10	464	0.83	0.675	1.17	2.28	74.8	19.50	93.7	10.30	643	
Target Range - Lower Bound		0.0033	4.01	2.44	29.7	<10	381	0.72	0.595	1.00	2.02	66.2	17.10	82.3	9.45	587	
Upper Bound		0.0045	4.91	3.00	36.3	20	517	0.90	0.717	1.24	2.47	81.0	20.9	100.5	11.55	675	
OGGeo08																	
Target Range - Lower Bound																	
Upper Bound																	
OREAS 46		0.0002	0.025	0.75	0.91	<10	51.5	0.16	0.0255	0.60	0.033	26.7	5.31	24.0	0.352	22.7	
OREAS 46		0.0003	0.022	0.75	0.75	<10	49.3	0.15	0.0261	0.59	0.033	26.5	5.79	24.0	0.337	24.2	
OREAS 46		0.0011	0.021	0.78	0.69	<10	56.0	0.17	0.0265	0.63	0.033	27.3	5.67	24.4	0.379	23.5	
Target Range - Lower Bound		<0.0002	0.022	0.68	0.64	<10	45.4	0.14	0.0247	0.54	0.031	24.7	5.10	22.4	0.310	21.8	
Upper Bound		0.0004	0.029	0.85	0.80	20	62.6	0.20	0.0313	0.68	0.040	30.3	6.24	27.4	0.390	25.0	
OREAS 905		0.418	0.534	0.82	30.0	<10	253	0.92	5.67	0.33	0.353	76.1	13.90	16.55	1.225	1530	
OREAS 905		0.399	0.520	0.84	34.7	<10	260	0.94	5.56	0.33	0.337	73.4	15.00	18.10	1.150	1570	
OREAS 905		0.389	0.512	0.80	31.6	<10	241	0.88	5.42	0.33	0.332	73.8	13.45	17.45	1.095	1530	
OREAS 905		0.404	0.520	0.77	31.4	<10	241	0.89	5.60	0.32	0.343	70.9	14.15	18.75	1.185	1530	
OREAS 905		0.388	0.538	0.81	33.2	<10	247	0.90	5.73	0.34	0.363	82.2	14.30	16.55	1.170	1500	
OREAS 905		0.374	0.533	0.82	32.7	<10	244	0.92	5.33	0.33	0.335	78.1	13.85	18.00	1.185	1550	
OREAS 905		0.358	0.563	0.81	29.6	<10	243	0.92	5.45	0.34	0.348	76.8	13.30	16.20	1.175	1580	
OREAS 905		0.363	0.514	0.80	33.7	<10	239	0.91	5.44	0.34	0.345	74.7	13.95	16.40	1.125	1560	
OREAS 905		0.381	0.490	0.82	31.7	<10	253	0.95	5.37	0.34	0.344	79.9	14.30	16.75	1.175	1590	
Target Range - Lower Bound		0.352	0.463	0.73	28.5	<10	211	0.83	4.98	0.29	0.305	69.7	12.50	15.85	1.095	1455	
Upper Bound		0.430	0.569	0.91	34.9	20	287	1.03	6.09	0.38	0.375	85.3	15.30	19.35	1.345	1670	



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 2 - B  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

Project: Fond pedogeochimique Salsignes

**QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235**

Method Analyte Units LOD	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	
Sample Description	Fe %	Ca ppm	Ce ppm	Hf ppm	Hg ppm	In ppm	K %	La ppm	Li ppm	Mg %	Mn ppm	Mo ppm	Na %	Nb ppm	Ni ppm	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	MEMS41L	
GBM908-10	2.67	4.39	0.137	0.722	0.014	0.026	0.45	49.5	6.5	0.53	304	65.8	0.132	0.396	2370					
GBM908-10	2.73	4.18	0.137	0.713	0.011	0.022	0.45	47.5	6.2	0.55	312	63.5	0.116	0.401	2280					
GBM908-10	2.60	4.81	0.145	0.654	0.015	0.020	0.42	44.8	6.2	0.53	294	58.9	0.119	0.439	2200					
GBM908-10	2.58	4.16	0.135	0.636	0.014	0.022	0.43	43.4	6.3	0.54	291	63.8	0.115	0.407	2240					
GBM908-10	2.67	4.30	0.144	0.715	0.013	0.020	0.43	45.7	5.9	0.54	294	60.2	0.122	0.391	2240					
GBM908-10	2.60	4.30	0.133	0.671	0.011	0.022	0.42	43.4	6.0	0.52	293	61.2	0.109	0.378	2210					
GBM908-10	2.65	4.14	0.129	0.682	0.011	0.046	0.43	45.3	6.3	0.54	304	61.8	0.114	0.376	2280					
GBM908-10	2.61	4.32	0.149	0.621	0.018	0.029	0.42	45.6	6.2	0.53	294	62.8	0.114	0.357	2250					
GBM908-10	2.85	4.45	0.137	0.710	0.020	0.022	0.46	45.3	6.6	0.58	323	63.6	0.115	0.337	2380					
Target Range - Lower Bound	2.36	3.97	0.121	0.602	0.007	0.012	0.37	42.7	5.5	0.47	284	57.9	0.113	0.328	2020					
Upper Bound	2.88	4.87	0.159	0.740	0.026	0.034	0.59	52.3	6.9	0.59	322	70.8	0.141	0.448	2470					
MRGeo08	3.71	9.56	0.162	0.754	0.058	0.141	1.35	36.5	33.6	1.20	436	15.10	0.379	0.878	699					
MRGeo08	3.68	9.69	0.165	0.696	0.072	0.154	1.33	35.0	34.5	1.14	427	15.15	0.379	0.839	717					
MRGeo08	3.57	9.65	0.148	0.747	0.066	0.163	1.28	35.5	32.5	1.15	424	14.05	0.349	0.933	683					
MRGeo08	3.70	9.81	0.196	0.765	0.074	0.161	1.30	37.2	34.5	1.18	430	15.10	0.367	1.050	715					
MRGeo08	3.78	9.87	0.190	0.800	0.054	0.148	1.36	36.6	35.0	1.19	435	15.40	0.362	0.838	713					
MRGeo08	3.77	9.65	0.181	0.718	0.070	0.156	1.35	35.3	33.9	1.22	435	14.70	0.372	1.235	730					
Target Range - Lower Bound	3.23	8.77	0.161	0.658	0.047	0.137	1.12	31.3	29.6	1.03	382	13.15	0.310	0.797	622					
Upper Bound	3.95	10.75	0.207	0.808	0.075	0.179	1.40	38.3	36.4	1.29	468	16.05	0.381	1.085	760					
OGGeo08																				
Target Range - Lower Bound																				
Upper Bound																				
OREAS 46	1.350	2.61	0.089	0.153	0.012	0.006	0.11	15.00	6.7	0.43	237	0.62	0.089	0.304	15.05					
OREAS 46	1.410	2.76	0.093	0.163	0.011	0.006	0.11	14.40	6.4	0.42	240	0.65	0.079	0.331	16.50					
OREAS 46	1.480	2.91	0.069	0.171	0.007	0.008	0.11	15.10	6.8	0.46	261	0.68	0.081	0.312	16.20					
Target Range - Lower Bound	1.320	2.69	0.048	0.151	<0.004	<0.005	0.09	14.05	5.9	0.42	225	0.58	0.072	0.355	14.70					
Upper Bound	1.620	3.29	0.074	0.189	0.016	0.019	0.14	17.15	7.4	0.53	275	0.73	0.090	0.485	18.10					
OREAS 905	3.46	5.97	0.109	1.175	0.015	0.020	0.32	39.7	4.4	0.15	355	3.07	0.091	0.280	9.05					
OREAS 905	3.52	5.97	0.139	1.200	0.015	0.020	0.33	37.3	4.5	0.15	358	3.03	0.095	0.290	9.48					
OREAS 905	3.42	6.73	0.113	1.060	0.015	0.015	0.31	36.5	4.6	0.16	335	2.90	0.096	0.248	11.60					
OREAS 905	3.44	5.66	0.109	1.165	0.018	0.018	0.31	36.8	4.5	0.14	339	3.03	0.095	0.304	9.58					
OREAS 905	3.55	5.87	0.125	1.235	0.012	0.012	0.32	40.0	4.4	0.15	350	2.96	0.093	0.265	9.44					
OREAS 905	3.44	5.99	0.108	1.165	0.015	0.015	0.32	37.8	4.5	0.15	341	2.93	0.088	0.294	9.30					
OREAS 905	3.49	5.77	0.111	1.175	0.012	0.012	0.31	38.1	4.5	0.15	351	2.74	0.090	0.291	8.56					
OREAS 905	3.46	5.96	0.133	1.240	0.019	0.019	0.32	37.8	4.4	0.14	341	2.98	0.091	0.294	9.06					
OREAS 905	3.62	5.98	0.118	1.255	0.018	0.018	0.33	36.9	4.6	0.15	347	2.96	0.090	0.286	8.96					
Target Range - Lower Bound	3.15	5.50	0.101	1.035	0.005	0.017	0.28	34.9	4.0	0.13	315	2.69	0.082	0.262	7.97					
Upper Bound	3.85	6.73	0.135	1.285	0.023	0.043	0.36	42.7	5.2	0.19	385	3.31	0.102	0.359	9.83					



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 2 - C  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

Project: Fond pedogéochimique Salsignes  
 An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235

Sample Description	Method Analyte Units LOD	P %	Pb ppm	Fd ppm	Pt ppm	Rb ppm	Re ppm	S %	Sb ppm	Sc ppm	Se ppm	Sn ppm	Sr ppm	Ta ppm	Te ppm	Th ppm	MEMS41L
CBM908-10		0.090	2100	<0.001	0.005	28.9	0.0004	0.39	1.285	2.21	0.299	1.73	35.2	<0.005	0.045	16.85	
CBM908-10		0.089	2060	<0.001	0.006	28.5	0.0005	0.37	1.200	2.11	0.254	1.69	34.1	<0.005	0.046	17.25	
CBM908-10		0.085	2030	<0.001	0.006	28.4	0.0005	0.35	1.205	2.03	0.280	1.57	31.5	<0.005	0.039	15.30	
CBM908-10		0.086	2040	0.002	0.006	29.3	0.0004	0.36	1.320	2.06	0.268	1.54	31.8	<0.005	0.047	15.85	
CBM908-10		0.084	2040	0.002	0.008	29.7	<0.0002	0.38	1.290	2.05	0.259	1.65	31.8	<0.005	0.044	16.15	
CBM908-10		0.085	2030	<0.001	<0.002	29.2	0.0004	0.34	1.280	2.09	0.245	1.60	32.5	<0.005	0.041	17.15	
CBM908-10		0.087	2090	<0.001	0.004	28.6	0.0004	0.35	1.265	1.970	0.246	1.65	32.7	<0.005	0.039	16.75	
CBM908-10		0.087	2050	<0.001	0.004	29.1	0.0004	0.35	1.280	2.19	0.278	1.54	32.7	<0.005	0.044	16.50	
CBM908-10		0.090	2180	0.001	0.004	28.1	0.0004	0.37	1.155	2.13	0.294	1.68	34.3	<0.005	0.039	15.25	
Target Range - Lower Bound		0.076	1945	<0.001	0.003	26.5	<0.0002	0.33	1.100	1.885	0.233	1.52	31.0	<0.005	0.033	14.50	
Target Range - Upper Bound		0.096	2250	0.004	0.012	32.3	0.0008	0.43	1.500	2.32	0.291	1.88	37.9	0.013	0.049	17.75	
MRGeo8		0.105	1060	<0.001	<0.002	145.0	0.0075	0.31	3.65	7.62	0.716	3.47	80.6	0.015	0.019	21.2	
MRGeo8		0.107	1070	0.004	<0.002	151.0	0.0078	0.31	3.26	8.19	0.798	3.25	82.6	0.012	0.022	21.1	
MRGeo8		0.100	1080	0.001	<0.002	145.5	0.0075	0.28	3.44	7.91	0.717	3.25	79.1	0.012	0.021	21.5	
MRGeo8		0.107	1090	<0.001	<0.002	149.5	0.0080	0.30	3.09	7.63	0.745	3.74	83.1	<0.005	0.021	22.0	
MRGeo8		0.104	1090	<0.001	<0.002	154.0	0.0078	0.33	3.26	7.05	0.705	3.49	83.7	0.008	0.021	21.2	
MRGeo8		0.106	1115	0.004	<0.002	148.5	0.0082	0.30	3.23	7.31	0.740	3.27	83.3	0.008	0.022	21.6	
Target Range - Lower Bound		0.090	959	0.004	<0.002	132.5	0.0070	0.27	2.84	6.93	0.672	3.05	72.3	<0.005	0.013	19.25	
Target Range - Upper Bound		0.113	1175	0.008	0.006	161.5	0.0090	0.35	3.86	8.35	0.828	3.75	88.3	0.024	0.027	23.5	
OCGeo8																	
Target Range - Lower Bound																	
Target Range - Upper Bound																	
CREAS 46		0.054	2.07	<0.001	<0.002	6.15	0.0002	<0.01	0.065	2.61	0.022	0.36	25.1	<0.005	0.004	2.80	
CREAS 46		0.053	2.00	<0.001	<0.002	6.31	<0.0002	0.01	0.059	2.58	0.023	0.35	25.0	<0.005	0.006	2.68	
CREAS 46		0.057	1.920	0.001	<0.002	6.20	<0.0002	<0.01	0.062	2.97	0.036	0.37	26.6	<0.005	0.005	2.72	
Target Range - Lower Bound		0.048	1.815	<0.001	<0.002	5.51	0.0004	<0.01	0.051	2.49	0.013	0.33	22.4	<0.005	<0.003	2.55	
Target Range - Upper Bound		0.060	2.23	0.003	0.005	6.75	0.0004	0.02	0.085	3.05	0.027	0.43	27.4	0.010	0.012	3.13	
CREAS 905		0.024	16.55	<0.001	<0.002	18.05	0.0002	0.06	1.140	1.910	2.23	1.25	12.50	<0.005	0.073	8.68	
CREAS 905		0.025	16.10	<0.001	<0.002	18.30	<0.0002	0.06	1.040	1.920	2.36	1.20	12.50	<0.005	0.073	8.40	
CREAS 905		0.024	18.20	<0.001	<0.002	17.15	0.0002	0.06	1.100	1.825	2.22	1.17	11.80	<0.005	0.058	7.99	
CREAS 905		0.024	16.05	<0.001	<0.002	16.85	<0.0002	0.06	1.130	1.800	2.33	1.19	12.20	<0.005	0.071	8.39	
CREAS 905		0.024	17.50	0.002	<0.002	18.10	<0.0002	0.07	1.090	1.910	2.32	1.24	12.75	<0.005	0.065	8.48	
CREAS 905		0.024	16.25	<0.001	<0.002	18.20	<0.0002	0.06	1.050	1.850	2.14	1.19	12.25	<0.005	0.069	8.73	
CREAS 905		0.024	16.45	0.001	<0.002	17.10	<0.0002	0.06	1.055	1.770	2.05	1.23	11.80	<0.005	0.059	8.74	
CREAS 905		0.023	15.10	0.001	<0.002	18.85	<0.0002	0.07	1.045	1.835	2.30	1.29	12.75	<0.005	0.065	7.69	
CREAS 905		0.025	15.90	0.001	<0.002	18.55	0.0002	0.06	1.110	1.800	2.14	1.23	12.40	<0.005	0.063	8.42	
Target Range - Lower Bound		0.020	14.60	<0.001	<0.002	16.40	<0.0002	0.04	0.871	1.570	1.975	1.13	11.05	<0.005	0.056	7.56	
Target Range - Upper Bound		0.026	17.85	0.002	0.008	20.0	0.0004	0.09	1.190	1.930	2.42	1.41	13.55	0.010	0.075	9.24	



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 1146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Project: Fond pedogeochimique Salsignes

Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages

Page: 2 - D

An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235

Sample Description	Method Analyte Units LOD	ME-MS41L Ti % 0.001	ME-MS41L Ti ppm 0.001	ME-MS41L U ppm 0.005	ME-MS41L V ppm 0.1	ME-MS41L W ppm 0.001	ME-MS41L Y ppm 0.003	ME-MS41L Zn ppm 0.1	ME-MS41L Ag ppm 0.01	ME-MS61 Al % 0.01	ME-MS61 As ppm 0.2	ME-MS61 Ba ppm 10	ME-MS61 Be ppm 0.05	ME-MS61 Bi ppm 0.01	ME-MS61 Ca % 0.01	
GBM908-10		0.334	0.216	1.320	50.1	2.09	19.90	1055	19.90	6.76	119.5	750	2.87	10.40	2.20	
GBM908-10		0.323	0.227	1.265	48.0	2.15	19.80	1040	19.80	6.07	106.0	700	2.59	9.44	1.98	
GBM908-10		0.310	0.206	1.205	47.6	2.05	18.40	1020	18.40	7.44	130.0	980	3.27	11.55	2.44	
GBM908-10		0.302	0.205	1.210	47.7	1.890	18.50	1055	18.50							
GBM908-10		0.309	0.222	1.225	49.6	1.830	18.65	1020	18.30							
GBM908-10		0.302	0.212	1.270	47.8	1.940	19.55	1015	19.40							
GBM908-10		0.309	0.211	1.265	46.4	1.735	19.40	1050	19.40							
GBM908-10		0.301	0.210	1.255	49.4	1.735	18.15	1035	18.15							
GBM908-10		0.313	0.202	1.275	48.9	1.750	18.60	1075	18.60							
Target Range - Lower Bound		0.280	0.179	1.140	42.2	1.675	17.80	922	17.80							
Upper Bound		0.344	0.244	1.400	51.8	2.27	21.5	1130	21.5							
MRGeo08		0.394	0.788	5.56	104.0	3.08	19.60	798	19.60							
MRGeo08		0.394	0.757	5.74	104.5	2.82	19.55	806	22.2							
MRGeo08		0.381	0.748	5.58	102.0	2.92	19.80	785	21.0							
MRGeo08		0.393	0.779	5.67	106.5	2.92	19.65	810	23.3							
MRGeo08		0.415	0.762	5.42	103.5	2.89	20.1	782	22.3							
MRGeo08		0.381	0.781	5.55	106.0	2.71	19.80	791	21.7							
Target Range - Lower Bound		0.342	0.662	4.97	90.8	2.49	17.55	710	18.60							
Upper Bound		0.420	0.898	6.09	111.0	3.37	21.5	868	25.2							
OCGeo08										19.60	6.76	750	2.87	10.40	2.20	
Target Range - Lower Bound										17.65	6.07	700	2.59	9.44	1.98	
Upper Bound										21.6	7.44	980	3.27	11.55	2.44	
OREAS 46		0.071	0.057	0.362	20.9	0.065	4.91	21.9	5.24							
OREAS 46		0.069	0.056	0.362	22.8	0.072	5.06	20.4	5.15							
OREAS 46		0.070	0.055	0.433	23.9	0.075	5.01	21.7	5.56							
Target Range - Lower Bound		0.057	0.051	0.362	19.8	0.061	4.50	17.9	4.39							
Upper Bound		0.071	0.071	0.478	24.4	0.085	5.50	22.1	5.97							
OREAS 905		0.020	0.104	2.22	5.7	0.630	6.98	63.9	48.7							
OREAS 905		0.021	0.105	2.20	5.9	0.629	7.19	65.8	49.2							
OREAS 905		0.020	0.096	2.09	5.7	0.596	6.57	62.8	43.2							
OREAS 905		0.020	0.098	2.19	5.5	0.632	6.63	63.7	45.4							
OREAS 905		0.020	0.102	2.26	5.9	0.601	6.93	65.7	46.2							
OREAS 905		0.019	0.101	2.26	5.6	0.599	7.11	64.5	44.1							
OREAS 905		0.017	0.101	2.21	5.3	0.566	6.87	60.6	42.4							
OREAS 905		0.019	0.097	2.11	5.6	0.567	7.13	62.3	46.1							
OREAS 905		0.020	0.105	2.19	5.8	0.617	7.05	62.9	48.9							
Target Range - Lower Bound		0.016	0.087	1.965	4.9	0.484	6.37	57.5	40.4							
Upper Bound		0.022	0.119	2.41	6.2	0.657	7.79	70.5	54.6	0.57	7.42	2760	3.04	5.75	0.80	
OREAS 905																

STANDARDS



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 2 - E  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

Project: Fond pedogeochimique Salsignes  
 An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

**QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235**

Sample Description	Method Analyte Units LOD	MEAMS61 Cd ppm 0.02	MEAMS61 Ce ppm 0.01	MEAMS61 Co ppm 0.1	MEAMS61 Cr ppm 1	MEAMS61 Cs ppm 0.05	MEAMS61 Cu ppm 0.2	MEAMS61 Fe % 0.01	MEAMS61 Ca ppm 0.05	MEAMS61 Ce ppm 0.05	MEAMS61 Hf ppm 0.1	MEAMS61 In ppm 0.005	MEAMS61 K % 0.01	MEAMS61 La ppm 0.5	MEAMS61 Li ppm 0.2	MEAMS61 Mg % 0.01
GBM908-10		18.75	68.0	96.4	81	10.85	8400	5.36	17.40	0.16	2.8	1.430	2.89	32.8	29.9	1.20
GBM908-10		16.70	64.8	87.2	78	9.85	7800	4.81	16.05	0.25	2.5	1.320	2.59	31.0	29.7	1.11
GBM908-10		20.5	79.2	107.0	98	12.15	8980	5.91	19.75	0.49	3.3	1.620	3.19	39.0	36.7	1.38
GBM908-10																
GBM908-10																
GBM908-10																
GBM908-10																
Target Range - Lower Bound																
Target Range - Upper Bound																
MIRGeo08																
MIRGeo08																
MIRGeo08																
MIRGeo08																
MIRGeo08																
Target Range - Lower Bound																
Target Range - Upper Bound																
OCGeo08																
Target Range - Lower Bound																
Target Range - Upper Bound																
OREAS 46																
OREAS 46																
OREAS 46																
Target Range - Lower Bound																
Target Range - Upper Bound																
OREAS 905																
OREAS 905																
OREAS 905																
OREAS 905																
OREAS 905																
OREAS 905																
OREAS 905																
Target Range - Lower Bound																
Target Range - Upper Bound																
OREAS 905		0.33	97.7	15.0	20	7.07	1520	4.08	25.4	0.24	6.4	0.645	2.88	47.2	20.8	0.26

**STANDARDS**



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 2 - F  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.  
 Project: Fond pedogeochimique Salsignes

**QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235**

Method Analyte Units LOD	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61
Sample Description	Mn ppm	Mo ppm	Na %	Nb ppm	Ni ppm	P ppm	Fb ppm	Rb ppm	Re ppm	S %	Sb ppm	Sc ppm	Se ppm	Sn ppm	Sr ppm		
GBM908-10	5	0.05	0.01	0.1	0.2	10	0.5	0.1	0.002	0.01	0.05	0.1	1	0.2	0.2		
GBM908-10																	
GBM908-10																	
GBM908-10																	
GBM908-10																	
GBM908-10																	
Target Range - Lower Bound																	
Upper Bound																	
MIRGeo08																	
MIRGeo08																	
MIRGeo08																	
MIRGeo08																	
Target Range - Lower Bound																	
Upper Bound																	
OGGeo08	503	933	1.77	16.6	8660	870	7230	180.5	1.375	2.78	25.1	10.2	12	13.8	248		
Target Range - Lower Bound	447	841	1.62	15.4	7800	760	6620	164.5	1.230	2.51	22.8	9.2	8	12.5	224		
Upper Bound	557	1030	2.00	19.0	9530	950	7970	201	1.510	3.09	31.0	11.4	14	15.7	274		
OREAS 46																	
OREAS 46																	
Target Range - Lower Bound																	
Upper Bound																	
OREAS 905																	
OREAS 905																	
OREAS 905																	
OREAS 905																	
OREAS 905																	
OREAS 905																	
Target Range - Lower Bound	370	3.28	2.57	18.7	10.0	280	29.7	142.0	0.002	0.07	2.01	5.4	4	4.1	158.5		
Upper Bound																	
OREAS 905																	



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 2 - G  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

Project: Fond pedogeochimique Salsignes

**QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235**

Sample Description	Method Analyte Units LOD	ME-MS61 Ta ppm 0.05	ME-MS61 Te ppm 0.05	ME-MS61 Th ppm 0.01	ME-MS61 Ti % 0.005	ME-MS61 Ti ppm 0.02	ME-MS61 U ppm 0.1	ME-MS61 V ppm 1	ME-MS61 W ppm 0.1	ME-MS61 Y ppm 0.1	ME-MS61 Zn ppm 2	ME-MS61 Zr ppm 0.5
GBM908-10												
GBM908-10												
GBM908-10												
GBM908-10												
GBM908-10												
GBM908-10												
GBM908-10												
Target Range - Lower Bound												
Upper Bound												
MRCeo08												
MRCeo08												
MRCeo08												
MRCeo08												
Target Range - Lower Bound												
Upper Bound												
OCGeo08		1.34	0.17	17.95	0.393	1.68	4.8	84	4.2	23.1	7050	90.6
Target Range - Lower Bound		1.19	0.09	16.90	0.353	1.43	4.5	77	3.9	21.1	6380	78.6
Upper Bound		1.57	0.31	20.7	0.443	1.98	5.8	97	5.4	26.0	7800	107.5
OREAS 46												
OREAS 46												
OREAS 46												
Target Range - Lower Bound												
Upper Bound												
OREAS 905												
OREAS 905												
OREAS 905												
OREAS 905												
OREAS 905												
OREAS 905												
OREAS 905												
Target Range - Lower Bound		1.36	0.08	15.20	0.121	0.73	4.9	9	2.6	16.4	140	255
Upper Bound												

**STANDARDS**





OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 3 - A  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.  
 Project: Fond pedogeochemique Salsignes

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235

Method Analyte Units LOD	ME-MS41L Au ppm	ME-MS41L Ag ppm	ME-MS41L Al %	ME-MS41L As ppm	ME-MS41L B ppm	ME-MS41L Ba ppm	ME-MS41L Be ppm	ME-MS41L Bi ppm	ME-MS41L Ca %	ME-MS41L Cd ppm	ME-MS41L Ce ppm	ME-MS41L Co ppm	ME-MS41L Cr ppm	ME-MS41L Cs ppm	ME-MS41L Cu ppm
OREAS 905															
Target Range - Lower Bound															
Upper Bound															
BLANK	<0.0002	0.001	<0.01	0.01	<10	<0.5	<0.01	0.0007	<0.01	<0.001	<0.003	<0.001	<0.01	<0.005	0.01
BLANK	<0.0002	<0.001	<0.01	0.02	<10	<0.5	<0.01	0.0008	<0.01	<0.001	<0.003	0.002	<0.01	<0.005	<0.01
BLANK	<0.0002	<0.001	<0.01	0.01	<10	<0.5	<0.01	0.0010	<0.01	0.002	<0.003	0.001	0.01	<0.005	<0.01
BLANK	<0.0002	<0.001	<0.01	<0.01	<10	<0.5	<0.01	<0.0005	<0.01	<0.001	<0.003	<0.001	<0.01	<0.005	0.02
BLANK	<0.0002	<0.001	<0.01	<0.01	<10	<0.5	<0.01	<0.0005	<0.01	<0.001	<0.003	<0.001	<0.01	<0.005	0.01
BLANK	<0.0002	<0.001	<0.01	0.02	<10	<0.5	<0.01	0.0010	<0.01	0.001	<0.003	0.002	<0.01	<0.005	0.01
BLANK	<0.0002	<0.001	<0.01	<0.01	<10	<0.5	<0.01	<0.0005	<0.01	<0.001	<0.003	<0.001	<0.01	<0.005	<0.01
BLANK	<0.0002	0.001	<0.01	<0.01	10	<0.5	<0.01	<0.0005	<0.01	0.001	<0.003	0.001	<0.01	<0.005	<0.01
BLANK	<0.0002	<0.001	<0.01	0.01	<10	<0.5	<0.01	0.0009	<0.01	<0.001	<0.003	0.001	<0.01	<0.005	0.01
BLANK	<0.0002	<0.001	<0.01	<0.01	<10	<0.5	<0.01	0.0009	<0.01	<0.001	<0.003	0.002	0.02	<0.005	0.01
BLANK	<0.0002	<0.001	<0.01	<0.01	<10	<0.5	<0.01	0.0006	<0.01	<0.001	<0.003	<0.001	0.01	<0.005	0.01
BLANK	0.0003	<0.001	<0.01	0.01	<10	<0.5	<0.01	0.0007	<0.01	<0.001	<0.003	0.004	0.01	<0.005	0.02
BLANK	<0.0002	<0.001	<0.01	<0.01	<10	<0.5	<0.01	<0.0005	<0.01	<0.001	<0.003	<0.001	<0.01	<0.005	<0.01
BLANK	<0.0002	<0.001	<0.01	0.02	<10	<0.5	<0.01	0.0009	<0.01	0.001	<0.003	<0.001	0.01	<0.005	<0.01
BLANK	<0.0002	0.001	<0.01	<0.01	<10	<0.5	<0.01	<0.0005	<0.01	0.001	<0.003	<0.001	<0.01	<0.005	<0.01
Target Range - Lower Bound	<0.0002	<0.001	<0.01	<0.01	<10	<0.5	<0.01	<0.0005	<0.01	<0.001	<0.003	<0.001	<0.01	<0.005	<0.01
Upper Bound	0.0004	0.002	0.02	0.02	20	1.0	0.02	0.0010	0.02	0.002	0.006	0.002	0.02	0.010	0.02
BLANK															
BLANK															
Target Range - Lower Bound															
Upper Bound															

STANDARDS

BLANKS



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Project: Fond pedogeochimique Salsignes

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR2022235

Page: 3 - B  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope or Accreditation available on request.

Sample Description	Method Analyte Units LOD	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	ME-MS41L	
		Fe %	Ca ppm	Ce ppm	Hf ppm	Hg ppm	In ppm	K %	La ppm	Li ppm	Mg %	Mn ppm	Mo ppm	Na %	Nb ppm	Ni ppm	0.001	0.004	0.005	0.002	0.004
OREAS 905																					
Target Range - Lower Bound																					
Target Range - Upper Bound																					
BLANK		<0.001	0.006	<0.005	<0.002	0.004	<0.005	<0.01	<0.002	<0.1	<0.01	<0.1	<0.01	<0.001	<0.002	<0.04					
BLANK		<0.001	0.008	<0.005	<0.002	<0.004	<0.005	<0.01	<0.002	<0.1	<0.01	<0.1	<0.01	<0.001	<0.002	<0.07					
BLANK		<0.001	<0.004	<0.005	<0.002	<0.004	<0.005	<0.01	<0.002	<0.1	<0.01	<0.1	<0.01	<0.001	<0.002	0.05					
BLANK		<0.001	<0.004	<0.005	<0.002	<0.004	<0.005	<0.01	<0.002	<0.1	<0.01	<0.1	<0.01	<0.001	<0.002	0.05					
BLANK		<0.001	<0.004	<0.005	<0.002	<0.004	<0.005	<0.01	<0.002	<0.1	<0.01	<0.1	<0.01	<0.001	<0.002	<0.04					
BLANK		<0.001	<0.004	<0.005	<0.002	<0.004	<0.005	<0.01	<0.002	<0.1	<0.01	<0.1	<0.01	<0.001	<0.002	<0.04					
BLANK		<0.001	0.005	0.009	<0.002	0.004	<0.005	<0.01	<0.002	<0.1	<0.01	<0.1	<0.01	<0.001	<0.002	0.06					
BLANK		<0.001	0.005	<0.005	<0.002	<0.004	<0.005	<0.01	<0.002	<0.1	<0.01	<0.1	<0.01	<0.001	<0.002	0.08					
BLANK		<0.001	<0.004	<0.005	<0.002	<0.004	<0.005	<0.01	<0.002	<0.1	<0.01	<0.1	<0.01	<0.001	<0.002	0.04					
BLANK		<0.001	<0.004	<0.005	<0.002	<0.004	<0.005	<0.01	<0.002	<0.1	<0.01	<0.1	<0.01	<0.001	<0.002	<0.04					
BLANK		<0.001	0.006	<0.005	<0.002	<0.004	<0.005	<0.01	<0.002	0.1	<0.01	<0.1	<0.01	<0.001	<0.002	<0.04					
BLANK		<0.001	0.005	<0.005	<0.002	0.004	<0.005	<0.01	<0.002	0.1	<0.01	<0.1	<0.01	<0.001	<0.002	<0.04					
BLANK		0.001	<0.004	<0.005	<0.002	0.005	<0.005	<0.01	<0.002	<0.1	<0.01	<0.1	<0.01	0.001	<0.002	<0.04					
Target Range - Lower Bound		<0.001	<0.004	<0.005	<0.002	<0.004	<0.005	<0.01	<0.002	<0.1	<0.01	<0.1	<0.01	<0.001	<0.002	<0.04					
Target Range - Upper Bound		0.002	0.008	0.010	0.004	0.008	0.010	0.02	0.004	0.2	0.02	0.2	0.02	0.002	0.004	0.08					
BLANK																					
BLANK																					
Target Range - Lower Bound																					
Target Range - Upper Bound																					

STANDARDS

BLANKS



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 3 - C  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

Project: Fond pedogeochemique Salsignes

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235

Method Analyte Units LOD	P	Pb	Pd	Pt	Rb	Re	S	Sb	Sc	Se	Sn	Sr	Ta	Te	Th
Sample Description	%	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	%	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
OREAS 905															
Target Range - Lower Bound															
Upper Bound															
BLANK	<0.001	0.008	<0.001	<0.002	<0.005	<0.0002	<0.01	0.005	<0.005	<0.003	<0.01	<0.01	<0.005	<0.003	<0.002
BLANK	<0.001	<0.005	<0.001	<0.002	<0.005	<0.0002	<0.01	<0.005	<0.005	<0.003	<0.01	<0.01	<0.005	<0.003	<0.002
BLANK	<0.001	<0.005	<0.001	<0.002	<0.005	<0.0002	<0.01	<0.005	<0.005	<0.003	<0.01	<0.01	<0.005	<0.003	<0.002
BLANK	<0.001	0.008	0.001	<0.002	<0.005	<0.0002	<0.01	<0.005	<0.005	<0.003	<0.01	<0.01	<0.005	<0.003	<0.002
BLANK	<0.001	<0.005	<0.001	<0.002	0.008	<0.0002	<0.01	0.009	<0.005	<0.003	<0.01	<0.01	<0.005	<0.003	<0.002
BLANK	<0.001	0.007	<0.001	<0.002	<0.005	<0.0002	<0.01	<0.005	<0.005	<0.003	<0.01	0.01	<0.005	<0.003	<0.002
BLANK	<0.001	<0.005	<0.001	0.002	<0.005	<0.0002	<0.01	<0.005	<0.005	<0.003	<0.01	0.01	<0.005	<0.003	<0.002
BLANK	<0.001	<0.005	<0.001	<0.002	<0.005	<0.0002	<0.01	0.010	<0.005	<0.003	<0.01	<0.01	<0.005	<0.003	<0.002
BLANK	<0.001	0.008	<0.001	<0.002	<0.005	<0.0002	<0.01	0.007	<0.005	<0.003	<0.01	<0.01	<0.005	<0.003	<0.002
BLANK	<0.001	<0.005	<0.001	<0.002	<0.005	<0.0002	<0.01	<0.005	<0.005	<0.003	<0.01	<0.01	<0.005	<0.003	<0.002
BLANK	<0.001	<0.005	<0.001	<0.002	<0.005	<0.0002	<0.01	<0.005	<0.005	<0.003	<0.01	<0.01	<0.005	<0.003	<0.002
BLANK	<0.001	0.005	<0.001	<0.002	<0.005	<0.0002	<0.01	<0.005	<0.005	<0.003	<0.01	<0.01	<0.005	<0.003	<0.002
BLANK	<0.001	0.010	<0.001	<0.002	<0.005	0.0002	<0.01	<0.005	<0.005	<0.003	<0.01	<0.01	<0.005	<0.003	<0.002
Target Range - Lower Bound	<0.001	<0.005	<0.001	<0.002	<0.005	<0.0002	<0.01	<0.005	<0.005	<0.003	<0.01	<0.01	<0.005	<0.003	<0.002
Upper Bound	0.002	0.010	0.004	0.010	0.010	0.0004	0.02	0.010	0.010	0.006	0.02	0.02	0.010	0.006	0.004
BLANK															
BLANK															
Target Range - Lower Bound															
Upper Bound															

STANDARDS

BLANKS



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM

3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 3 - D  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

Project: Fond pedogeochimique Salsignes  
 An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

		QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR2022235												
Method Analyte Units LOD	Sample Description	MEMS41L Ti % 0.001	MEMS41L U ppm 0.005	MEMS41L V ppm 0.1	MEMS41L W ppm 0.001	MEMS41L Y ppm 0.003	MEMS41L Zr ppm 0.1	MEMS61 Ag ppm 0.01	MEMS61 Al % 0.01	MEMS61 As ppm 0.2	MEMS61 Ba ppm 1.0	MEMS61 Be ppm 0.05	MEMS61 Bi ppm 0.01	MEMS61 Ca % 0.01
OREAS 905														
Target Range - Lower Bound														
Upper Bound														
BLANK		<0.001	<0.005	<0.1	<0.001	<0.003	<0.1	0.55	7.42	33.4	2800	2.97	5.93	0.60
BLANK		<0.001	<0.005	0.1	<0.001	<0.003	<0.1	0.46	6.67	31.0	2280	2.69	5.14	0.52
BLANK		<0.001	<0.005	<0.1	<0.001	<0.003	<0.1	0.58	8.17	38.4	3110	3.39	6.30	0.66
BLANK		<0.001	<0.005	<0.1	<0.001	<0.003	<0.1							
BLANK		<0.001	<0.005	<0.1	<0.001	<0.003	<0.1							
BLANK		<0.001	<0.005	0.1	<0.001	<0.003	<0.1							
BLANK		<0.001	<0.005	<0.1	<0.001	<0.003	<0.1							
BLANK		<0.001	<0.005	<0.1	<0.001	<0.003	<0.1							
BLANK		<0.001	<0.005	<0.1	<0.001	<0.003	<0.1							
BLANK		<0.001	<0.005	<0.1	<0.001	<0.003	<0.1							
BLANK		<0.001	<0.005	0.1	<0.001	<0.003	<0.1							
Target Range - Lower Bound		<0.001	<0.005	<0.1	<0.001	<0.003	<0.1	<0.01	<0.01	0.2	<10	<0.05	<0.01	<0.01
Upper Bound		0.002	0.010	0.2	0.002	0.006	0.2	<0.01	<0.01	0.2	<10	<0.05	<0.01	<0.01
BLANK														
BLANK														
Target Range - Lower Bound		<0.001	<0.005	<0.1	<0.001	<0.003	<0.1	<0.01	<0.01	<0.2	<10	<0.05	<0.01	<0.01
Upper Bound		0.002	0.010	0.2	0.002	0.006	0.2	0.02	0.02	0.4	20	0.10	0.02	0.02



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 3 - E  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

Project: Fond pedogeochimique Salsignes  
 An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235

Sample Description	Method Analyte Units LOD	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61
		Cd ppm 0.02	Ce ppm 0.01	Co ppm 0.1	Cr ppm 1	Cs ppm 0.05	Cu ppm 0.2	Fe % 0.01	Ca ppm 0.05	Ce ppm 0.05	Hf ppm 0.1	In ppm 0.005	K % 0.01	La ppm 0.5	Li ppm 0.2	Mg % 0.01	
OREAS 905		0.32	95.8	14.7	18	7.19	4.07	24.9	0.28	7.0	0.642	2.89	48.0	17.8	0.26		
Target Range - Lower Bound		0.30	82.8	13.2	16	6.05	3.66	22.5	<0.05	6.1	0.571	2.58	40.9	17.8	0.24		
Upper Bound		0.42	101.0	16.4	22	7.51	4.50	27.7	0.27	7.6	0.709	3.18	51.1	22.2	0.31		
BLANK																	
BLANK																	
BLANK																	
BLANK																	
BLANK																	
BLANK																	
BLANK																	
BLANK																	
BLANK																	
BLANK																	
BLANK																	
BLANK																	
Target Range - Lower Bound		<0.02	0.01	<0.1	<1	<0.05	<0.01	<0.05	<0.05	<0.1	<0.005	<0.01	<0.5	0.2	<0.01		
Upper Bound		<0.02	<0.01	<0.1	<1	<0.05	<0.01	0.05	0.10	<0.1	<0.005	<0.01	<0.5	<0.2	<0.01		
BLANK		<0.02	<0.01	<0.1	<1	<0.05	<0.01	<0.05	<0.05	<0.1	<0.005	<0.01	<0.5	<0.2	<0.01		
Upper Bound		0.04	0.02	0.2	2	0.10	0.02	0.10	0.10	0.2	0.010	0.02	1.0	0.4	0.02		



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 3 - F  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

Project: Fond pedogeochimique Salsignes  
 An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235

Method Analyte Units LOD	ME-MS61 Mn ppm	ME-MS61 Mo ppm	ME-MS61 Na %	ME-MS61 Nb ppm	ME-MS61 Ni ppm	ME-MS61 P ppm	ME-MS61 Pb ppm	ME-MS61 Rb ppm	ME-MS61 Re ppm	ME-MS61 S %	ME-MS61 Sb ppm	ME-MS61 Sc ppm	ME-MS61 Se ppm	ME-MS61 Sn ppm	ME-MS61 Sr ppm
OREAS 905	376	3.15	2.42	18.4	8.6	280	31.4	143.0	<0.002	0.07	1.96	5.2	3	3.8	159.0
Target Range - Lower Bound	333	2.89	2.15	16.2	8.4	240	26.9	124.0	<0.002	0.04	1.61	4.3	<1	3.4	141.0
Upper Bound	418	3.65	2.65	20.0	10.7	320	33.9	152.0	0.004	0.09	2.29	5.5	4	4.6	173.0
BLANK															
BLANK															
BLANK															
BLANK															
BLANK															
BLANK															
BLANK															
BLANK															
BLANK															
BLANK															
BLANK															
Target Range - Lower Bound	<5	<0.05	<0.01	<0.1	<0.2	<10	<0.5	<0.1	0.003	<0.01	0.10	<0.1	1	<0.2	<0.2
Upper Bound	<5	<0.05	<0.01	<0.1	<0.2	<10	<0.5	<0.1	<0.002	<0.01	<0.05	<0.1	<1	<0.2	<0.2
Target Range - Lower Bound	10	0.10	0.02	0.2	0.4	20	1.0	0.2	0.004	0.02	0.10	0.2	2	0.4	0.4
Upper Bound															



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 3 - G  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request. Project: Fond pédogéochimique Salsignes

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235

Method Analyte Units LOD	ME-MS61 Ta ppm	ME-MS61 Te ppm	ME-MS61 Th ppm	ME-MS61 Ti %	ME-MS61 Ti ppm	ME-MS61 U ppm	ME-MS61 V ppm	ME-MS61 W ppm	ME-MS61 Y ppm	ME-MS61 Zn ppm	ME-MS61 Zr ppm
OREAS 905	1.33	0.06	15.60	0.123	0.77	4.9	10	2.7	16.3	142	260
Target Range - Lower Bound	1.16	<0.05	13.15	0.105	0.58	4.4	8	2.3	14.0	122	214
Upper Bound	1.52	0.17	16.05	0.139	0.83	5.6	13	3.3	17.4	154	290
BLANK											
BLANK											
BLANK											
BLANK											
BLANK											
BLANK											
BLANK											
BLANK											
BLANK											
BLANK											
BLANK											
Target Range - Lower Bound	<0.05	<0.05	<0.01	<0.005	<0.02	<0.1	<1	<0.1	<0.1	2	<0.5
Upper Bound	<0.05	<0.05	<0.01	<0.005	<0.02	<0.1	<1	<0.1	<0.1	<2	<0.5
BLANK											
Target Range - Lower Bound	<0.05	<0.05	<0.01	<0.005	<0.02	<0.1	<1	<0.1	<0.1	<2	<0.5
Upper Bound	0.10	0.10	0.02	0.010	0.04	0.2	2	0.2	0.2	4	1.0



OMAC Laboratories Limited

IDA Business Park  
Dublin Road  
Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM

3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
BP 36009  
ORLEANS CEDEX 2 45060  
FRANCE

Page: 5 - A

Total # Pages: 6 (A - G)  
Plus Appendix Pages  
Finalized Date: 30-OCT-2020  
Account: BRRECO

Project: Fond pedogeochimique Salsignes

An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

**QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR2022235**

Method Analyte Units LOD	ME-MS41L Au ppm 0.0002	ME-MS41L Ag ppm 0.001	ME-MS41L Al % 0.01	ME-MS41L As ppm 0.01	ME-MS41L B ppm 10	ME-MS41L Ba ppm 0.5	ME-MS41L Be ppm 0.01	ME-MS41L Bi ppm 0.0005	ME-MS41L Ca % 0.01	ME-MS41L Cd ppm 0.001	ME-MS41L Ce ppm 0.003	ME-MS41L Co ppm 0.001	ME-MS41L Cr ppm 0.01	ME-MS41L Cs ppm 0.005	ME-MS41L Cu ppm 0.01	
<b>DUPLICATES</b>																
SAL-20-SED-025 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.0024	0.0016	0.0017	0.0023	0.0013	0.0019	0.0013	0.0013	0.0019	0.0029	0.0013	0.0018	0.0024	0.0031	0.0025	0.0026
SAL-20-SOL-103 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.065	0.065	0.061	0.069	0.147	0.146	0.146	0.155	0.155	0.152	0.152	0.143	0.161	0.372	0.394	0.363
SAL-20-SOL-118 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	2.21	2.27	2.12	2.36	2.04	2.50	2.03	1.92	2.15	2.44	2.50	2.34	2.60	1.61	1.61	1.52
SAL-20-SOL-136 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	67.0	68.4	64.3	71.1	64.3	65.7	61.7	68.3	68.3	146.0	150.5	141.0	155.5	81.1	83.4	78.1
SAL-20-SOL-151 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	81.1	83.4	78.1	86.4	81.1	83.4	78.1	86.4	86.4	146.0	150.5	141.0	155.5	81.1	83.4	78.1
SAL-20-SOL-169 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	1.32	1.35	1.26	1.41	1.32	1.35	1.26	1.41	1.41	451	453	429	475	638	632	602
SAL-20-SOL-184 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.104	0.091	0.092	0.103	0.104	0.091	0.092	0.103	0.103	61.6	61.3	59.4	64.5	104	104	102
SAL-20-SOL-202 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.174	0.213	0.183	0.204	0.174	0.213	0.183	0.204	0.204	70.0	69.0	66.0	73.0	174	174	173
	0.0603	0.616	0.574	0.645	0.603	0.616	0.574	0.645	0.645	48.0	49.6	46.4	51.2	17.35	17.35	17.35
	26.8	24.0	24.5	26.3	53.3	55.0	52.2	56.1	56.1	37.3	38.2	31.1	33.4	1.025	1.040	0.976
	58.0	57.1	55.5	59.6	67.1	64.4	63.4	68.1	68.1	16.25	15.25	14.95	16.55	0.663	0.671	0.629
	28.8	27.5	27.2	29.1	28.8	28.8	28.8	28.8	28.8	31.0	31.0	31.0	31.0	0.516	0.516	0.516
	58.0	58.0	58.0	58.0	58.0	58.0	58.0	58.0	58.0	58.0	58.0	58.0	58.0	58.0	58.0	58.0





OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM

3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 5 - B  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

Project: Fond pedogeochimique Salsignes  
 An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235

Method Analyte Units LOD	ME-MS41L Fe % 0.001	ME-MS41L Ca ppm 0.004	ME-MS41L Ce ppm 0.005	ME-MS41L Hf ppm 0.002	ME-MS41L Hg ppm 0.004	ME-MS41L In ppm 0.005	ME-MS41L K % 0.01	ME-MS41L La ppm 0.002	ME-MS41L Li ppm 0.1	ME-MS41L Mg % 0.01	ME-MS41L Mn ppm 0.1	ME-MS41L Mo ppm 0.01	ME-MS41L Na % 0.001	ME-MS41L Nb ppm 0.002	ME-MS41L Ni ppm 0.04
SAL-20-SED-025 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	3.07 3.12	7.96 7.82	0.072 0.073	0.006 0.006	0.028 0.031	0.027 0.028	0.21 0.22	21.3 21.2	27.0 27.8	0.81 0.82	431 436	0.66 0.67	0.023 0.025	1.565 1.525	22.3 23.1
SAL-20-SOL-103 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	2.04 3.25	7.49 8.29	0.064 0.081	0.004 0.008	0.023 0.036	0.021 0.034	0.19 0.24	20.2 22.3	25.9 28.9	0.76 0.87	412 455	0.62 0.71	0.022 0.026	1.425 1.665	21.5 23.9
SAL-20-SOL-118 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	4.60 4.55	5.70 5.59	0.104 0.107	0.042 0.044	0.055 0.052	0.028 0.028	0.14 0.14	31.6 31.6	22.2 22.0	0.51 0.51	606 599	2.09 2.06	0.021 0.021	0.205 0.305	39.4 40.1
SAL-20-SOL-136 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	4.35 4.80	5.36 5.93	0.095 0.116	0.039 0.047	0.045 0.062	0.024 0.037	0.12 0.16	30.0 33.2	20.9 23.3	0.47 0.55	572 633	1.96 2.19	0.019 0.023	0.276 0.325	37.7 41.8
SAL-20-SOL-151 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	3.85 3.93	7.46 7.66	0.082 0.080	0.016 0.017	0.041 0.042	0.029 0.031	0.17 0.17	19.50 20.3	30.2 30.9	0.76 0.78	415 426	1.86 1.87	0.017 0.018	1.090 1.065	26.7 27.2
SAL-20-SOL-169 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	4.62 5.10	7.18 7.94	0.072 0.090	0.014 0.019	0.034 0.049	0.024 0.037	0.15 0.19	18.90 20.9	28.9 32.2	0.72 0.82	399 442	1.76 1.97	0.016 0.019	0.967 1.130	25.6 28.3
SAL-20-SOL-184 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	4.85 4.87	3.78 3.81	0.091 0.090	0.050 0.064	0.045 0.043	0.019 0.017	0.19 0.19	19.65 19.45	17.7 17.6	0.50 0.50	1570 1560	2.10 2.16	0.031 0.030	0.140 0.150	52.9 53.9
SAL-20-SOL-202 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	4.62 4.56	3.60 3.99	0.081 0.123	0.052 0.109	0.037 0.086	0.012 0.072	0.17 0.14	18.55 13.80	16.7 8.6	0.47 4.10	1485 3870	2.01 1.11	0.028 0.022	0.132 0.527	50.7 25.3
SAL-20-SOL-184 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	8.06 9.08	4.17 4.24	0.124 0.146	0.114 0.119	0.100 0.094	0.074 0.088	0.15 0.16	14.40 14.65	9.1 9.3	4.32 4.33	4070 4070	1.21 1.14	0.024 0.024	0.576 0.567	27.5 25.8
SAL-20-SOL-184 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	8.57 9.47	3.99 4.42	0.123 0.147	0.109 0.124	0.086 0.108	0.072 0.090	0.14 0.17	13.80 15.25	8.6 9.8	4.10 4.55	3870 4270	1.11 1.24	0.022 0.026	0.527 0.616	25.3 28.0
SAL-20-SOL-184 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	4.39 4.30	3.57 3.53	0.105 0.118	0.093 0.116	0.059 0.058	0.039 0.050	0.20 0.20	31.1 31.3	24.3 23.8	0.45 0.44	614 605	1.17 1.17	0.017 0.016	0.314 0.317	40.0 40.3
SAL-20-SOL-184 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	4.13 4.56	3.37 3.73	0.101 0.122	0.097 0.112	0.050 0.067	0.037 0.052	0.18 0.22	29.6 32.8	22.7 25.4	0.41 0.48	579 640	1.10 1.24	0.015 0.018	0.290 0.341	38.1 42.2
SAL-20-SOL-202 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	2.52 2.59	3.72 3.79	0.066 0.066	0.126 0.124	0.061 0.075	0.019 0.022	0.23 0.24	22.3 22.7	9.3 9.6	1.13 1.16	1300 1300	0.35 0.32	0.016 0.018	0.272 0.274	19.95 19.20
SAL-20-SOL-202 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	2.43 2.68	3.56 3.95	0.058 0.074	0.117 0.133	0.059 0.077	0.014 0.027	0.21 0.26	21.4 23.6	8.9 10.0	1.08 1.21	1250 1380	0.31 0.36	0.015 0.019	0.251 0.295	18.55 20.6

DUPLICATES



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 5 - C  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

Project: Fond pedogeochimique Salsignes

An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235

Method Analyte Units LOD	P	Pb	Pd	Pt	Rb	Re	S	Sb	Sc	Se	Sn	Sr	Ta	Te	Th
Sample Description	%	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	%	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
SAL-20-SED-025 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.001	0.005	0.001	0.002	0.005	0.0002	0.01	0.005	0.005	0.003	0.01	0.01	0.005	0.003	0.002
SAL-20-SOL-103 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.034	13.30	<0.001	<0.002	30.8	0.0002	0.01	0.182	4.00	0.292	0.77	10.50	<0.005	0.017	5.75
	0.034	13.30	<0.001	<0.002	31.0	0.0002	0.01	0.184	3.87	0.291	0.81	10.20	<0.005	0.018	5.96
	0.031	12.65	<0.001	<0.002	29.4	<0.0002	<0.01	0.155	3.73	0.274	0.74	9.82	<0.005	0.014	5.56
	0.037	13.95	0.002	0.004	32.5	0.0004	0.02	0.191	4.14	0.309	0.84	10.90	0.010	0.021	6.15
SAL-20-SOL-118 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.070	23.5	<0.001	<0.002	14.00	0.0002	0.03	0.687	1.985	0.780	0.50	9.60	<0.005	0.049	4.64
	0.070	22.9	<0.001	<0.002	14.25	<0.0002	0.03	0.711	2.05	0.793	0.49	9.44	<0.005	0.052	4.80
	0.066	22.0	<0.001	<0.002	13.40	<0.0002	0.02	0.642	1.910	0.744	0.46	9.03	<0.005	0.045	4.39
	0.075	24.4	0.002	0.004	14.85	0.0004	0.04	0.756	2.12	0.829	0.53	10.00	0.010	0.056	4.85
SAL-20-SOL-136 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.091	36.2	<0.001	<0.002	28.3	<0.0002	0.04	0.502	2.43	0.527	0.73	6.09	<0.005	0.042	3.14
	0.092	37.5	0.001	<0.002	29.7	<0.0002	0.04	0.494	2.49	0.516	0.76	6.26	<0.005	0.043	3.11
	0.086	35.0	<0.001	<0.002	27.5	<0.0002	0.03	0.456	2.33	0.492	0.70	5.86	<0.005	0.037	2.97
	0.097	38.7	0.002	0.004	30.5	0.0004	0.05	0.540	2.59	0.551	0.79	6.49	0.010	0.048	3.28
SAL-20-SOL-151 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.083	20.8	<0.001	<0.002	14.70	<0.0002	0.05	1.490	2.07	0.672	0.34	35.1	<0.005	0.044	5.13
	0.083	21.0	0.002	<0.002	14.95	<0.0002	0.05	1.480	2.07	0.723	0.31	35.8	<0.005	0.053	5.22
	0.078	19.85	<0.001	<0.002	14.10	<0.0002	0.04	1.370	1.960	0.680	0.30	33.7	<0.005	0.043	4.91
	0.088	22.0	0.002	0.004	15.55	0.0004	0.06	1.600	2.18	0.735	0.35	37.2	0.010	0.054	5.44
SAL-20-SOL-169 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.138	97.6	<0.001	0.002	14.45	<0.0002	0.12	3.47	2.73	0.884	1.51	60.9	<0.005	0.033	1.615
	0.138	97.1	0.003	<0.002	14.45	<0.0002	0.12	3.42	2.85	0.795	1.79	60.6	<0.005	0.032	1.595
	0.130	92.5	<0.001	<0.002	13.70	<0.0002	0.10	3.18	2.65	0.795	1.56	57.7	<0.005	0.028	1.525
	0.146	102.0	0.003	0.004	15.20	0.0004	0.14	3.71	2.93	0.884	1.74	63.8	0.010	0.037	1.685
SAL-20-SOL-184 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.083	53.7	0.001	<0.002	11.30	<0.0002	0.04	1.380	5.81	0.393	0.70	49.4	<0.005	0.034	5.39
	0.082	55.1	<0.001	<0.002	11.20	<0.0002	0.04	1.385	5.71	0.377	0.63	49.4	<0.005	0.030	5.54
	0.077	51.7	<0.001	<0.002	10.70	<0.0002	0.03	1.275	5.47	0.363	0.62	46.9	<0.005	0.027	5.19
	0.088	57.1	0.002	0.004	11.80	0.0004	0.05	1.490	6.05	0.407	0.71	51.9	0.010	0.037	5.74
SAL-20-SOL-202 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.102	65.9	<0.001	<0.002	12.30	<0.0002	0.05	2.46	2.11	0.273	0.84	18.75	<0.005	0.034	4.10
	0.105	66.7	<0.001	<0.002	12.10	<0.0002	0.05	2.40	2.15	0.276	0.79	18.20	<0.005	0.031	4.49
	0.097	63.0	<0.001	<0.002	11.60	<0.0002	0.04	2.24	2.02	0.258	0.76	17.55	<0.005	0.028	4.08
	0.110	69.6	0.002	0.004	12.80	0.0004	0.06	2.62	2.24	0.291	0.87	19.40	0.010	0.037	4.51

DUPLICATES





OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM

3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 5 - E  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

Project: Fond pedogeochimique Salsignes  
 An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

		QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR2022235														
Sample Description	Method Analyte Units LOD	ME-MS61 Cd ppm 0.02	ME-MS61 Ce ppm 0.01	ME-MS61 Co ppm 0.1	ME-MS61 Cr ppm 1	ME-MS61 Cs ppm 0.05	ME-MS61 Cu ppm 0.2	ME-MS61 Fe % 0.01	ME-MS61 Ga ppm 0.05	ME-MS61 Hf ppm 0.1	ME-MS61 In ppm 0.005	ME-MS61 K % 0.01	ME-MS61 La ppm 0.5	ME-MS61 Li ppm 0.2	ME-MS61 Mg % 0.01	
SAL-20-SED-025	DUP	0.42	75.0	10.4	56	5.08	27.7	3.90	16.05	0.16	2.6	0.073	2.45	36.3	23.8	0.61
Target Range - Lower Bound		0.38	72.6	9.9	56	5.05	25.1	3.90	15.65	0.13	2.7	0.063	2.43	35.8	21.2	0.61
Target Range - Upper Bound		0.36	70.1	9.5	52	4.76	25.3	3.70	15.00	0.09	2.4	0.060	2.31	33.7	21.2	0.57
		0.45	77.5	10.8	60	5.37	27.5	4.11	16.70	0.20	2.9	0.076	2.57	38.4	23.8	0.65
SAL-20-SOL-103	DUP	DUPLICATES														
Target Range - Lower Bound																
Target Range - Upper Bound																
SAL-20-SOL-118	DUP															
Target Range - Lower Bound																
Target Range - Upper Bound																
SAL-20-SOL-136	DUP															
Target Range - Lower Bound																
Target Range - Upper Bound																
SAL-20-SOL-151	DUP															
Target Range - Lower Bound																
Target Range - Upper Bound																
SAL-20-SOL-169	DUP															
Target Range - Lower Bound																
Target Range - Upper Bound																
SAL-20-SOL-184	DUP															
Target Range - Lower Bound																
Target Range - Upper Bound																
SAL-20-SOL-202	DUP															
Target Range - Lower Bound																
Target Range - Upper Bound																



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 5 - F  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

Project: Fond pedogeochimique Salsignes  
 An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235

Method Analyte Units LOD	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61	ME-MS61
Sample Description	Min ppm	Mo ppm	Na %	Nb ppm	Ni ppm	P ppm	Pb ppm	Rb ppm	Re ppm	S %	Sb ppm	Sc ppm	Se ppm	Sn ppm	Sr ppm	
SAL-20-SED-025	643	1.26	0.48	7.7	25.6	670	52.0	109.5	0.003	0.02	4.32	10.9	1	2.7	38.8	
DUP	638	1.22	0.47	7.8	25.8	680	52.0	109.5	0.002	0.01	4.28	10.6	1	2.6	38.0	
Target Range - Lower Bound	603	1.13	0.44	7.3	24.2	630	48.9	104.0	<-0.002	<-0.01	3.93	10.1	<-1	2.3	36.3	
Upper Bound	678	1.35	0.51	8.2	27.2	720	55.1	115.0	0.004	0.02	4.67	11.4	2	3.0	40.5	
DUPLICATES																
SAL-20-SOL-103																
DUP																
Target Range - Lower Bound																
Upper Bound																
SAL-20-SOL-118																
DUP																
Target Range - Lower Bound																
Upper Bound																
SAL-20-SOL-136																
DUP																
Target Range - Lower Bound																
Upper Bound																
SAL-20-SOL-151																
DUP																
Target Range - Lower Bound																
Upper Bound																
SAL-20-SOL-169																
DUP																
Target Range - Lower Bound																
Upper Bound																
SAL-20-SOL-184																
DUP																
Target Range - Lower Bound																
Upper Bound																
SAL-20-SOL-202																
DUP																
Target Range - Lower Bound																
Upper Bound																



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 5 - G  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

Project: Fond pedogeochimique Salsignes  
 An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235

Sample Description	Method Analyte Units LOD	ME-MS61 Ta ppm 0.05	ME-MS61 Te ppm 0.05	ME-MS61 Th ppm 0.01	ME-MS61 Tl % 0.005	ME-MS61 Tl ppm 0.02	ME-MS61 U ppm 0.1	ME-MS61 V ppm 1	ME-MS61 W ppm 0.1	ME-MS61 Y ppm 0.1	ME-MS61 Zn ppm 2	ME-MS61 Zr ppm 0.5
SAL-20-SED-025		0.61	0.07	11.30	0.286	0.67	2.4	84	1.8	13.0	149	91.7
DUP		0.64	0.05	11.10	0.292	0.65	2.3	82	1.9	12.6	145	97.0
Target Range - Lower Bound		0.54	<0.05	10.65	0.270	0.59	2.1	78	1.6	12.1	138	86.8
Upper Bound		0.71	0.10	11.75	0.308	0.73	2.6	88	2.1	13.5	156	102.0
SAL-20-SOL-103		DUPLICATES										
DUP		DUPLICATES										
Target Range - Lower Bound		DUPLICATES										
Upper Bound		DUPLICATES										
SAL-20-SOL-118		DUPLICATES										
DUP		DUPLICATES										
Target Range - Lower Bound		DUPLICATES										
Upper Bound		DUPLICATES										
SAL-20-SOL-136		DUPLICATES										
DUP		DUPLICATES										
Target Range - Lower Bound		DUPLICATES										
Upper Bound		DUPLICATES										
SAL-20-SOL-151		DUPLICATES										
DUP		DUPLICATES										
Target Range - Lower Bound		DUPLICATES										
Upper Bound		DUPLICATES										
SAL-20-SOL-169		DUPLICATES										
DUP		DUPLICATES										
Target Range - Lower Bound		DUPLICATES										
Upper Bound		DUPLICATES										
SAL-20-SOL-184		DUPLICATES										
DUP		DUPLICATES										
Target Range - Lower Bound		DUPLICATES										
Upper Bound		DUPLICATES										
SAL-20-SOL-202		DUPLICATES										
DUP		DUPLICATES										
Target Range - Lower Bound		DUPLICATES										
Upper Bound		DUPLICATES										



OMAC Laboratories Limited  
IDA Business Park  
Dublin Road  
Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
BP 36009  
ORLEANS CEDEX 2 45060  
FRANCE

Page: 6 - A  
Total # Pages: 6 (A - G)  
Plus Appendix Pages  
Finalized Date: 30-OCT-2020  
Account: BRRECO

An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

Project: Fond pedogeochemique Salsignes

**QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235**

Method Analyte Units LOD	ME-MS41L Au ppm 0.0002	ME-MS41L Ag ppm 0.001	ME-MS41L Al % 0.01	ME-MS41L As ppm 0.01	ME-MS41L B ppm 1.0	ME-MS41L Ba ppm 0.5	ME-MS41L Be ppm 0.01	ME-MS41L Bi ppm 0.0005	ME-MS41L Ca % 0.01	ME-MS41L Cd ppm 0.001	ME-MS41L Ce ppm 0.003	ME-MS41L Co ppm 0.001	ME-MS41L Cr ppm 0.01	ME-MS41L Cs ppm 0.005	ME-MS41L Cu ppm 0.01
SAL-20-SOL-235	0.0029	0.111	2.23	37.7	<10	149.0	1.38	1.585	0.37	0.117	48.9	5.03	19.40	4.17	123.5
DUP	0.0031	0.101	2.27	38.3	<10	151.0	1.40	1.640	0.38	0.125	48.8	4.97	19.10	4.14	123.5
Target Range - Lower Bound	0.0027	0.100	2.13	36.1	<10	138.0	1.31	1.530	0.35	0.114	46.4	4.75	18.30	3.94	119.0
Upper Bound	0.0034	0.112	2.37	39.9	20	161.0	1.47	1.695	0.40	0.128	51.3	5.25	20.2	4.37	128.0
SAL-20-SOL-245															
DUP															
Target Range - Lower Bound															
Upper Bound															
SAL-20-SOL-249															
DUP	0.0017	0.060	1.21	11.10	<10	85.9	0.73	0.185	16.40	0.252	20.0	5.75	13.15	0.450	20.5
Target Range - Lower Bound	0.0017	0.058	1.27	11.20	<10	89.0	0.75	0.1810	16.10	0.252	19.90	5.91	13.60	0.437	21.0
Upper Bound	0.0014	0.055	1.17	10.60	<10	80.4	0.69	0.1735	15.45	0.238	18.95	5.54	12.70	0.416	20.0
	0.0020	0.063	1.31	11.70	20	94.5	0.79	0.1925	17.05	0.266	21.0	6.12	14.05	0.471	21.5
SAL-20-SOL-250															
DUP	0.0014	0.059	1.03	10.35	10	75.3	0.64	0.217	16.00	0.262	20.0	5.74	12.55	0.419	19.80
Target Range - Lower Bound	0.0013	0.062	1.04	10.25	10	75.4	0.64	0.212	15.65	0.255	20.5	5.76	12.40	0.423	19.95
Upper Bound	0.0011	0.056	0.97	9.78	<10	69.2	0.60	0.203	15.00	0.245	19.25	5.46	11.85	0.395	19.15
	0.0016	0.065	1.10	10.85	20	81.5	0.68	0.226	16.65	0.272	21.3	6.04	13.10	0.447	20.6
SAL-20-SOL-258															
DUP	0.0004	0.076	1.86	23.4	20	116.0	1.01	0.335	13.65	0.365	18.30	6.20	22.3	1.430	15.65
Target Range - Lower Bound	0.0006	0.071	1.87	22.4	10	117.5	1.03	0.338	13.85	0.375	18.50	6.05	21.9	1.420	15.35
Upper Bound	0.0003	0.069	1.76	21.7	<10	107.5	0.96	0.319	13.05	0.351	17.50	5.82	21.0	1.350	14.95
	0.0007	0.078	1.97	24.1	20	126.0	1.08	0.354	14.45	0.390	19.30	6.43	23.2	1.500	16.05
SAL-20-SOL-263															
DUP	0.0030	0.079	1.85	30.6	<10	166.5	1.17	0.414	5.74	0.308	37.6	15.80	26.1	0.690	154.0
Target Range - Lower Bound	0.0027	0.075	1.77	33.3	<10	162.5	1.14	0.400	5.63	0.287	35.9	15.10	25.2	0.644	148.0
Upper Bound	0.0027	0.072	1.71	30.3	<10	151.5	1.09	0.386	5.39	0.282	34.9	14.70	24.4	0.629	145.5
	0.0034	0.082	1.91	33.6	20	177.5	1.22	0.428	5.98	0.313	38.6	16.20	26.9	0.705	156.5







OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 6 - C  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

Project: Fond pedogeochimique Salsignes

An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235

Sample Description	Method Analyte Units LOD	P	Pb	Pd	Pt	Rb	Re	S	Sb	Sc	Se	Sn	Sr	Ta	Te	Th
		ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	%	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
SAL-20-SOL-235		0.017	33.1	<0.001	<0.002	28.5	<0.0002	0.02	0.387	3.55	0.203	2.62	17.20	<0.005	0.011	6.26
DUP		0.017	34.1	<0.001	<0.002	28.8	<0.0002	0.02	0.354	3.67	0.216	2.67	17.50	<0.005	0.010	6.38
Target Range - Lower Bound		0.015	31.9	<0.001	<0.002	27.2	<0.0002	<0.01	0.338	3.42	0.196	2.50	16.45	<0.005	0.007	6.00
Upper Bound		0.019	35.3	0.002	0.004	30.1	0.0004	0.03	0.403	3.80	0.223	2.79	18.25	0.010	0.014	6.64
SAL-20-SOL-245																
DUP		0.042	13.20	<0.001	<0.002	8.91	0.0002	0.02	0.577	2.58	0.124	0.62	103.0	<0.005	0.020	2.28
Target Range - Lower Bound		0.041	15.05	0.001	<0.002	8.79	0.0002	0.02	0.576	2.39	0.093	0.55	106.5	<0.005	0.017	2.20
Upper Bound		0.038	13.40	<0.001	<0.002	8.40	<0.0002	<0.01	0.528	2.36	0.100	0.55	99.5	<0.005	0.015	2.13
SAL-20-SOL-250		0.045	14.85	0.002	0.004	9.30	0.0004	0.03	0.625	2.61	0.117	0.62	110.0	0.010	0.022	2.35
DUP		0.040	13.00	<0.001	<0.002	7.91	0.0002	0.02	0.698	2.13	0.087	0.58	104.5	<0.005	0.015	2.31
Target Range - Lower Bound		0.039	13.10	<0.001	<0.002	7.95	0.0002	0.03	0.673	2.13	0.106	0.58	104.0	<0.005	0.019	2.36
Upper Bound		0.037	12.40	<0.001	<0.002	7.53	<0.0002	<0.01	0.629	2.02	0.089	0.54	99.0	<0.005	0.013	2.22
SAL-20-SOL-258		0.042	13.70	0.002	0.004	8.33	0.0004	0.04	0.742	2.24	0.104	0.62	109.5	0.010	0.021	2.45
DUP		0.072	22.4	<0.001	<0.002	25.5	0.0009	0.11	0.434	2.91	0.649	1.24	223	<0.005	0.022	1.785
Target Range - Lower Bound		0.074	22.0	0.002	<0.002	24.7	0.0009	0.11	0.426	2.90	0.603	1.35	228	<0.005	0.021	1.725
Upper Bound		0.068	21.1	<0.001	<0.002	23.8	0.0007	0.09	0.393	2.75	0.592	1.22	214	<0.005	0.017	1.665
SAL-20-SOL-263		0.078	23.3	0.002	0.004	26.4	0.0011	0.13	0.467	3.06	0.660	1.37	237	0.010	0.026	1.845
DUP		0.060	23.2	<0.001	<0.002	13.00	<0.0002	0.02	0.565	4.19	0.243	1.17	57.4	<0.005	0.026	4.32
Target Range - Lower Bound		0.058	22.6	0.004	<0.002	12.30	0.0002	0.02	0.689	4.05	0.240	1.05	56.1	<0.005	0.027	4.21
Upper Bound		0.055	21.8	<0.001	<0.002	12.00	<0.0002	<0.01	0.575	3.91	0.226	1.04	53.9	<0.005	0.022	4.05
SAL-20-SOL-263		0.063	24.1	0.004	0.004	13.30	0.0004	0.03	0.679	4.33	0.257	1.18	59.6	0.010	0.031	4.48

DUPLICATES



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 6 - D  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

Project: Fond pedogeochimique Salsignes  
 An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR2022235

Sample Description	Method Analyte Units LOD	ME-MS41L															
		Ti %	Ti ppm	U ppm	V ppm	W ppm	Y ppm	Zn ppm	Zr ppm	Ag ppm	Al %	As ppm	Ba ppm	Be ppm	Bi ppm	Ca %	
SAL-20-SOL-235 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.007	0.228	0.816	21.2	1.515	10.00	33.4	1.46									
	0.007	0.235	0.821	21.1	1.420	10.15	33.5	1.51									
	0.006	0.213	0.773	20.0	1.355	9.57	31.7	1.36									
	0.008	0.250	0.864	22.3	1.580	10.60	35.2	1.61									
SAL-20-SOL-245 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.005	0.068	0.792	19.1	0.094	6.43	35.0	1.96	0.16	3.68	35.5	310	1.15	0.54	3.97		
	0.005	0.066	0.823	19.6	0.092	6.72	36.8	2.07	0.17	3.76	35.5	310	1.12	0.53	4.05		
	0.004	0.061	0.762	18.3	0.085	6.24	34.0	1.85	0.15	3.52	33.5	280	1.03	0.50	3.80		
	0.006	0.073	0.853	20.4	0.101	6.91	37.8	2.18	0.18	3.92	37.5	340	1.24	0.57	4.22		
SAL-20-SOL-249 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.005	0.062	0.804	16.9	0.084	6.74	32.5	1.86									
	0.004	0.063	0.820	17.4	0.085	6.78	32.5	1.99									
	0.003	0.057	0.766	16.2	0.077	6.42	30.8	1.77									
	0.006	0.068	0.858	18.1	0.092	7.10	34.2	2.08									
SAL-20-SOL-258 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.007	0.156	0.257	34.5	0.190	6.07	49.1	3.22									
	0.007	0.144	0.255	33.9	0.189	6.18	48.4	3.17									
	0.006	0.138	0.238	32.4	0.174	5.82	46.2	2.95									
	0.008	0.162	0.274	36.0	0.205	6.43	51.3	3.44									
SAL-20-SOL-253 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	0.007	0.103	0.823	42.7	0.176	10.05	67.2	2.81									
	0.007	0.096	0.776	40.8	0.184	9.68	65.8	2.85									
	0.006	0.091	0.755	39.6	0.166	9.37	63.1	2.61									
	0.008	0.108	0.844	43.9	0.195	10.35	69.9	3.05									

DUPLICATES



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 6 - E  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

Project: Fond pedogeochimique Salsignes

An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

**QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235**

Method Analyte Units LOD	ME-MS61 Cd ppm 0.02	ME-MS61 Ce ppm 0.01	ME-MS61 Co ppm 0.1	ME-MS61 Cr ppm 1	ME-MS61 Cs ppm 0.05	ME-MS61 Cu ppm 0.2	ME-MS61 Fe % 0.01	ME-MS61 Hf ppm 0.1	ME-MS61 In ppm 0.005	ME-MS61 K % 0.01	ME-MS61 La ppm 0.5	ME-MS61 Li ppm 0.2	ME-MS61 Mg % 0.01
SAL-20-SOL-235 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound													
SAL-20-SOL-245 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	1.75 1.80	57.6 56.1	4.2 4.3	145 144	4.46 4.54	15.6 15.3	2.35 2.43	1.4 1.5	0.038 0.036	1.35 1.38	27.4 26.8	23.4 23.3	0.32 0.33
SAL-20-SOL-249 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	1.67 1.88	54.0 59.7	3.9 4.6	136 153	4.23 4.78	14.7 16.2	2.26 2.52	1.3 1.6	0.030 0.044	1.29 1.44	25.2 29.0	22.0 24.7	0.30 0.35
SAL-20-SOL-250 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound													
SAL-20-SOL-258 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound													
SAL-20-SOL-263 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound													

**DUPLICATES**



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Page: 6 - F  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

Project: Fond pedogeochimique Salsignes  
 An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

		QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235													
Method Analyte Units LOD	ME-MS61 Min ppm	ME-MS61 Mo ppm	ME-MS61 Na %	ME-MS61 Nb ppm	ME-MS61 Ni ppm	ME-MS61 P ppm	ME-MS61 Pb ppm	ME-MS61 Rb ppm	ME-MS61 Re ppm	ME-MS61 S %	ME-MS61 Sb ppm	ME-MS61 Sc ppm	ME-MS61 Se ppm	ME-MS61 Sn ppm	ME-MS61 Sr ppm
SAL-20-SOL-235 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	5	0.05	0.01	0.1	0.2	10	0.5	0.1	0.002	0.01	0.05	0.1	1	0.2	0.2
SAL-20-SOL-245 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	360 372 343 389	3.17 3.34 3.04 3.47	0.14 0.14 0.12 0.16	6.7 6.8 6.3 7.2	25.5 25.7 24.1 27.1	850 870 810 910	45.0 45.6 42.5 48.1	82.2 82.2 78.0 88.4	0.002 0.002 <0.002 0.004	0.08 0.08 0.07 0.09	2.71 2.82 2.51 3.02	6.5 6.4 6.0 6.9	2 2 <1 3	2.3 3.2 2.4 3.1	91.9 94.3 88.2 98.0
SAL-20-SOL-249 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound	DUPLICATES														
SAL-20-SOL-250 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound															
SAL-20-SOL-258 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound															
SAL-20-SOL-263 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound															



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE  
 Project: Fond pedogeochimique Salsignes

Page: 6 - G  
 Total # Pages: 6 (A - G)  
 Plus Appendix Pages  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235

Sample Description	Method Analyte Units LOD	ME-MS61 Ta ppm 0.05	ME-MS61 Te ppm 0.05	ME-MS61 Th ppm 0.01	ME-MS61 Tl % 0.005	ME-MS61 Tl ppm 0.02	ME-MS61 U ppm 0.1	ME-MS61 V ppm 1	ME-MS61 W ppm 0.1	ME-MS61 Y ppm 0.1	ME-MS61 Zn ppm 2	ME-MS61 Zr ppm 0.5
SAL-20-SOL-235 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound												
SAL-20-SOL-245 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound		0.51 0.56 0.46 0.61	0.05 <0.05 0.10	9.75 9.77 9.26 10.25	0.178 0.187 0.168 0.197	0.95 0.95 0.86 1.04	2.2 2.1 1.9 2.4	139 141 132 148	1.0 1.0 0.8 1.2	25.6 26.1 24.5 27.2	76 77 71 82	50.7 50.1 46.1 54.7
SAL-20-SOL-249 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound												
SAL-20-SOL-250 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound												
SAL-20-SOL-258 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound												
SAL-20-SOL-263 DUP Target Range - Lower Bound Upper Bound												
DUPLICATES												



OMAC Laboratories Limited  
 IDA Business Park  
 Dublin Road  
 Loughrea, Co. Galway H62 PN80  
 Phone: +353 0 91 841 741 Fax: +353 0 91 842 146  
 www.alsglobal.com/geochemistry

An INAB accredited testing laboratory Reg. No. 173T. Accredited methods are listed in the Scope of Accreditation available on request.

To: BRGM  
 3 AV. CLAUDE GUILLEMIN  
 BP 36009  
 ORLEANS CEDEX 2 45060  
 FRANCE

Project: Fond pedogeochemique Salsignes

Page: Appendix 1  
 Total # Appendix Pages: 1  
 Finalized Date: 30-OCT-2020  
 Account: BRRECO

QC CERTIFICATE OF ANALYSIS LR20222235

**CERTIFICATE COMMENTS**

**ANALYTICAL COMMENTS**

Gold determinations by this method are semi-quantitative due to the small sample weight used (0.5g).

ME-MS41L

REEs may not be totally soluble in this method.

ME-MSG1

**ACCREDITATION COMMENTS**

The methods immediately below this line are ISO 17025:2005 Accredited. INAB Registration No: 173T

ME-MSG1



**LABORATORY ADDRESSES**

Processed at ALS Loughrea located at Dublin Road, Loughrea, Co. Galway, Ireland.

LOG-22  
 PUL-31

ME-MS41L  
 WEI-21

ME-MSG1

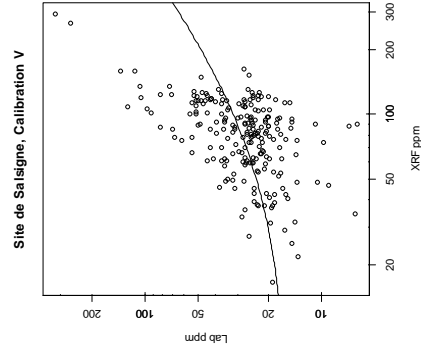
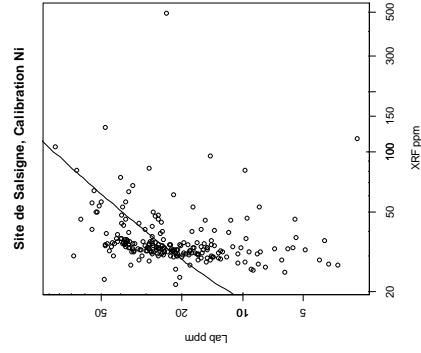
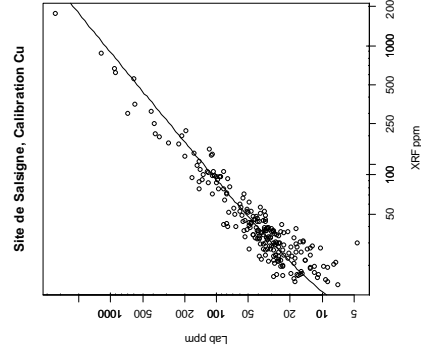
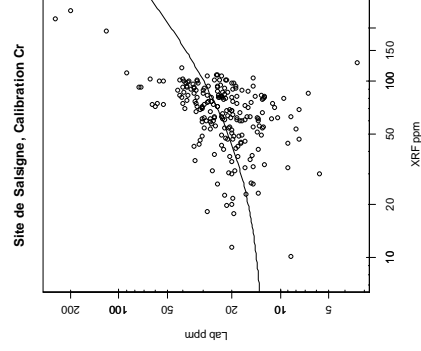
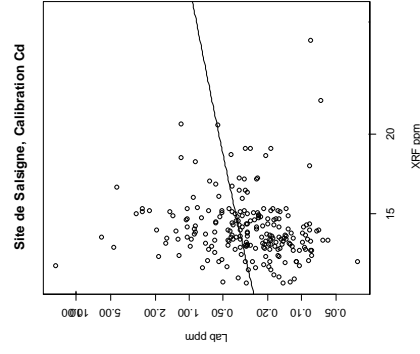
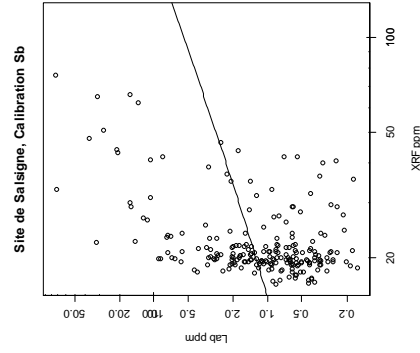
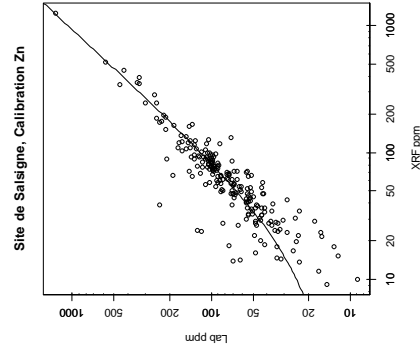
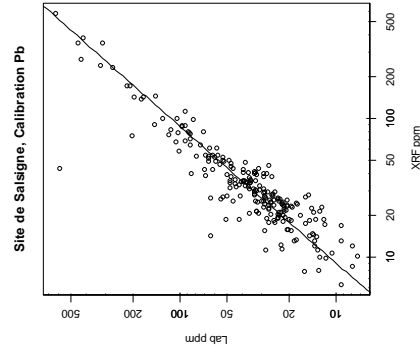
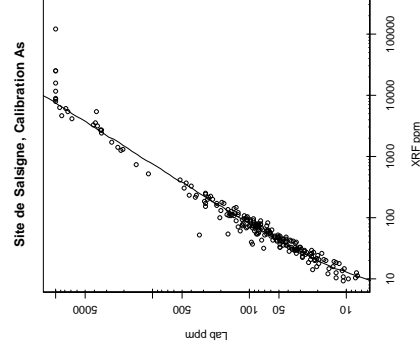
## **Annexe 2**

### **Calibration des données pXRF**





La calibration des données pXRF a été réalisée de manière automatique grâce au logiciel R. Les droites de calibration (voir ci-dessous) montrent une très bonne corrélation pour l'arsenic, le plomb, le zinc et le cuivre, et une nettement moins bonne qualité pour Sb, Cd, Cr, Ni et V.





## **Annexe 3**

# **Électronique - Base de données des analyses et des observations associées à l'échantillonnage (format numérique)**



**Centre scientifique et technique  
Direction des Géorressources**  
3, avenue Claude-Guillemin  
BP 36009 – 45060 Orléans Cedex 2 – France – Tél. : 02 38 64 34 34  
[www.brgm.fr](http://www.brgm.fr)