

# **DETERMINATION DES INCERTITUDES LIEES AUX PRELEVEURS ECHANTILLONNEURS AUTOMATIQUES**

**METHODOLOGIE ET PROPOSITION PLAN D'EXPERIENCE  
POUR L'ESTIMATION DE L'INCERTITUDE**

**Action I-B-02 : appui aux donneurs d'ordre,  
surveillance rejets**

LACHENAL J. et al  
Février 2011

Programme scientifique et technique  
Année 2010

Document final



## Contexte de programmation et de réalisation

---

Ce rapport a été réalisé dans le contexte du programme d'activité AQUAREF pour l'année 2010 dans le cadre du partenariat ONEMA – LNE 2010, au titre de l'action I-B-02 « Appui aux donneurs d'ordre, surveillance rejets ».

L'auteur :

Jacques LACHENAL  
LNE – DMSI- Pôle Biologie et Chimie  
[jacques.lachenal@lne.fr](mailto:jacques.lachenal@lne.fr)

en collaboration avec les membres du SGT5

---

Vérification du document :

Bénédicte LEPOT  
INERIS  
[Benedicte.lepot@ineris.fr](mailto:Benedicte.lepot@ineris.fr)

## Les correspondants

---

Onema : Pierre-François STAUB, ONEMA-DAST, [pierre-francois.staub@onema.fr](mailto:pierre-francois.staub@onema.fr)

Etablissement : Sophie Vaslin-Reimann, LNE-DMSI-Pôle Biologie et Chimie, [sophie.vaslin-reimann@lne.fr](mailto:sophie.vaslin-reimann@lne.fr)

Référence du document : J. Lachenal et al., détermination des incertitudes liées aux préleveurs échantillonneurs automatiques : méthodologie et plan d'expérience expérimental pour l'estimation de l'incertitude, rapport final, 22 pages.

2010LNE6\_plan\_expérimental\_détermination\_incertitudes\_préleveur\_auto

Convention ONEMA-LNE n°1187/10.

<b>Droits d'usage :</b>	<i>Accès libre</i>
Couverture géographique :	<i>national</i>
Niveau géographique :	<i>National</i>
Niveau de lecture :	<i>Professionnels, experts</i>
Nature de la ressource :	<i>Document</i>

## SOMMAIRE

---

1. CONTEXTE
2. OBJECTIFS DU SGT5
3. DEFINITION ET DESCRIPTION TECHNIQUE
  - 3.1 Définition
  - 3.2 Dénomination du matériel
  - 3.3 Description technique
  - 3.4 Utilisation d'un PEA
4. ESTIMATION DES INCERTITUDES
  - 4.1 Rappel du processus d'estimation des incertitudes
  - 4.2. Définition du mesurande
  - 4.3 Analyse du processus de mesure
5. PLAN D'EXPERIENCE – PROPOSITIONS
  - 5.1. La vitesse d'aspiration
  - 5.2. Le volume unitaire de prélèvement
6. CONCLUSIONS

**DETERMINATION DES INCERTITUDES LIEES AUX PRELEVEURS ECHANTILLONNEURS AUTOMATIQUES : METHODOLOGIE ET PROPOSITION PLAN D'EXPERIENCE POUR ESTIMATION DES INCERTITUDES**

**JACQUES LACHENAL**

RESUME

Un groupe de travail thématique animé par le Cemagref dans le cadre d'AQUAREF sur la « mesure des contaminants dans les systèmes d'assainissement » a démarré en 2009, avec l'objectif de progresser sur la définition des moyens techniques à mettre en œuvre dans le cadre de programmes de mesures pour l'évaluation fiable des concentrations, des flux et des performances des systèmes d'assainissement des collectivités pour l'élimination des micropolluants (substances prioritaires et émergentes).

Dès la mise en place en 2009 des 4 premiers sous-groupes thématiques<sup>1</sup> des besoins nouveaux à combler en 2010 sont apparus : la détermination des incertitudes liées aux préleveurs automatiques (groupe 5), la faisabilité des prétraitements (groupe 6), la formation des opérateurs de terrain (groupe 7).

Pour le SGT5, il s'agit de recenser les facteurs d'influence de l'incertitude liés à ce type de matériel (volume de prise d'essais, type de pompe, diamètre tuyaux, présence de crépine, etc), puis de bâtir un plan d'expérience pour la réalisation d'essais en grandeur réelle afin d'évaluer les facteurs d'influence déterminant et quantifiables. Ces essais devront permettre de démontrer l'impact sur l'échantillon lorsque plusieurs de ces matériels sont placés simultanément au même point de prélèvement.

Après avoir décrit les différents composants, et leur mode d'action, des matériels dénommés « préleveurs échantillonneurs automatiques (PEA) », leurs avantages et inconvénients sont listés. L'analyse de ces informations conduit à identifier ici deux mesurandes prépondérants dans l'incertitude globale : la vitesse d'aspiration et le volume unitaire de prélèvement.

L'analyse du processus de mesure de ces 2 mesurandes, présentée en diagramme des 5M permet de proposer un plan d'expérience destiné à quantifier ces facteurs, sur la base de quelques tests qui prennent en compte tout un ensemble de facteurs interdépendants.

Les tests présentés sont à réaliser avec en premier une eau propre sans contaminants, surtout solides, pour évaluer les caractéristiques d'utilisation qui pèsent sur les performances du PEA : hauteur d'aspiration, longueur du tuyau, sa pente, présence d'une crépine, choix d'un volume unitaire approprié, prélèvement fixe ou asservi au volume écoulé, fidélité dans le temps. Ces mêmes tests sont ensuite à refaire avec une eau qui aura une charge en MES connue, pour obtenir une information plus réaliste.

D'autres éléments peuvent également être étudiés, le mode d'alimentation électrique par batterie par exemple. Il sont laissés à l'appréciation de l'utilisateur qui pourra dupliquer les tests proposés en l'adaptant à son objectif.

L'influence du point de prélèvement et du positionnement du tuyau dans la colonne d'eau a également été traitée mais par une approche différente, basée sur la méthodologie proposée dans plusieurs documents faisant autorité. Cette approche préconise la mesure de MES entre un prélèvement ponctuel et un prélèvement par le PEA pour valider les 8 critères de la méthode.

Il est bien entendu qu'il s'agit d'une proposition pour évaluer convenablement les facteurs d'influence des 2 mesurandes choisis, et que seule la réalisation des tests décrits permettra de les quantifier, afin d'établir la première estimation de l'incertitude d'un PEA, mais il s'agit d'un travail important à réaliser.

Cette étude a aussi été l'occasion de constater et démontrer que ce matériel de prélèvement est beaucoup plus complexe qu'il n'y paraît et que sa mise en œuvre convenable, pour obtenir des prélèvements réellement représentatifs du milieu dans lequel son tuyau est plongé, nécessite connaissance technique et compétence des opérateurs qui l'utilise.

**Mots clés (thématique et géographique) :**

Préleveur échantillonneur automatique portable, préleveur échantillonneur automatique fixe, estimation des incertitudes, plan d'expérience

**DETERMINATION OF UNCERTAINTIES RELATED TO AUTOMATIC WATER SAMPLERS: METHODOLOGY AND PROPOSAL OF AN EXPERIMENTAL DESIGN FOR THE ESTIMATION OF UNCERTAINTIES**

**JACQUES LACHENAL**

**ABSTRACTS**

A thematic group work led by Cemagref (public research institute in France focusing on land management issues) within the framework of AQUAREF on the “measurement of contaminants in sewerage works” started in 2009, with the objective to progress on the identification of technical ways to be implemented in the context of measurement programmes for the reliable evaluation of concentrations, flux and performances of sewerage works for eliminating micropollutants (priority and emerging substances).

From the establishment in 2009 of the 4 first thematic subgroups<sup>2</sup>, in 2010, new needs to fulfil appeared: the determination of uncertainties related to automatic water samplers (group 5), the feasibility of pre-treatment (group 6), or the training of field operators (group 7).

For SGT5, the aim is to identify the influence factor of the uncertainty linked to the type of device (test portion volume, pump type, pipes diameters, presence of a strainer, etc.), and then to set up an experimental design for the life-size test performance in order to evaluate the determinant and quantifiable influence factors. These tests will allow demonstrating the impact on the sample when several of these devices are placed simultaneously in the same sampling point.

After describing the different components, and their mode of operation, of the devices called “préleveurs échantillonneurs automatiques (PEA)” (*automatic water samplers AWS*), their advantages and disadvantages are listed. The analysis of this information leads to identify two mesurands predominant in the global uncertainty: the inlet velocity and unit volume of the sampling.

The analysis of the measurement process of these two mesurands, presented as an Ishikawa diagram allows to propose an experimental design meant to quantify those factors, on the basis of a few tests taking into account a set of interdependent factors. The tests presented are to be performed firstly with clean water, without contaminants, especially solid ones, to evaluate the using characteristics that affect the performances of AWS: suction lift, pipe length, its slope, presence of a strainer, choice of an appropriate unit volume, fixed sampling or sampling controlled by the volume of runoff, reliability over time. The same tests are then to be repeated with water with a known TSS, to obtain more realistic information.

Other elements can also be studied, such as the battery power mode for example. They are left to the discretion of the user who will be able to duplicate the tests proposed by adapting them to his/her objectives.

The influence of the sampling point and the position of the pipe in the water column was also studied but with a different approach, based on the methodology proposed in several authoritative documents. This approach recommends the measurement of TSS between a spot sampling and a sampling from the AWS to validate the 8 criteria of the method.

It is understood that this is a proposal to assess properly the influence factors of the two mesurands selected, and that the performance of the tests described only will allow to quantify them, in order to establish a first estimation of the uncertainty of an AWS, but it is an important task to do.

This study was also an occasion to notice and demonstrate that this sampling device is more complex than it seems and that its adequate implementation, in order to obtain truly representative samples of the environment in which the pipe is immersed, requires technical knowledge and skills from the operators who use it.

**Key words (thematic and geographical area) :**

Portable automatic water sampler, automatic water sampler, estimation of uncertainties, experimental design

---

## 1. CONTEXTE

Un groupe de travail thématique animé par le Cemagref dans le cadre d'AQUAREF sur la « mesure des contaminants dans les systèmes d'assainissement » a démarré en 2009<sup>1</sup>, avec l'objectif de progresser sur la définition des moyens techniques à mettre en œuvre dans le cadre de programmes de mesures pour l'évaluation fiable des concentrations, des flux et des performances des systèmes d'assainissement des collectivités pour l'élimination des micropolluants (substances prioritaires et émergentes).

Pour ces programmes de mesure, le respect des précautions spécifiques en amont de la mise en œuvre de la caractérisation de l'échantillon au laboratoire est indispensable afin d'assurer la qualité des données produites : par exemple, nature et conditionnement du matériel d'échantillonnage, pré traitement in-situ des échantillons, blancs de prélèvement, acheminement des échantillons, conservation.

Dès la mise en place en 2009 des 4 premiers sous-groupes thématiques<sup>3</sup> des besoins nouveaux à combler en 2010 sont apparus : la détermination des incertitudes liées aux préleveurs automatiques (groupe 5), la faisabilité des prétraitements (groupe 6), la formation des opérateurs de terrain (groupe 7).

## 2. OBJECTIFS DU SGT5

Ceux-ci ont été fixés lors de la création des sous groupes de travail.

Pour le SGT5, il s'agit de recenser les facteurs d'influence de l'incertitude liés à ce type de matériel (volume de prise d'essais, type de pompe, diamètre tuyaux, présence de crépine, etc), puis de bâtir un plan d'expérience pour la réalisation d'essais en grandeur réelle afin d'évaluer les facteurs d'influence déterminant et quantifiables.

Ces essais devront permettre de démontrer l'impact sur l'échantillon lorsque plusieurs de ces matériels sont placés simultanément au même point de prélèvement.

### Composition du groupe de travail :

Cemagref (M.Coquery & JM Choubert), LEESU Univ Paris12 (J.Gasper), CTC (JC Canot), EHESP (E.Baures), INERIS (B.Lepot), INSA Lyon (JL Bertrand-Krajewski), ISM Univ Bordeaux (H.Budzinski), Laboratoire de Rouen (D.Losset & A.Mousli), LNE (J.Lachenal & S.Lardy-Fontan), Suez Environnement (A.Huyart), Veolia Environnement (L. Castillo, S. Da Dalto, Y.Dubosc).

---

<sup>1</sup> Les premières suggestions des travaux à faire avaient été proposées en conclusion du séminaire de 2008 (rapport AQUAREF-CEMAGREF-ONEMA actes et synthèses du séminaire du 21 nov 2008, mars 2009).

<sup>3</sup> SGT1 : l'homogénéité lors du conditionnement ; SGT2 : les blancs de prélèvement et les procédures de vérification ; SGT3 : le choix de la nature du matériel et de la procédure de nettoyage du matériel de prélèvement ; SGT4 : la conservation des échantillons avant analyse.

### 3. DEFINITION ET DESCRIPTION TECHNIQUE

#### 3.1 Définition

On distingue le terme « prélèvement » de celui « d'échantillonnage ». Ces termes peuvent être définis ainsi <sup>4</sup>:

- prélèvement : action qui consiste à extraire un certain volume d'une masse d'eau
- échantillonnage : action qui consiste à prélever une partie, considérée comme représentative, d'une masse d'eau en vue de l'examen de diverses caractéristiques définies.

#### 3.2. Dénomination du matériel

Le matériel auquel nous nous intéressons est souvent nommé indifféremment préleveur ou échantillonneur associé à « automatique ». Comme cet appareil est conçu pour effectuer des prélèvements de différentes manières en fonction de l'objectif des mesures demandées, la dénomination de préleveur échantillonneur automatique (ou PEA) sera adoptée dans le reste de ce document.

Ces matériels sont commercialisés pour deux pratiques d'utilisation : en fixe ou en portable. Comme leur technologie est très similaire quelle que soit l'application, nous ne précisons pas celle-ci dans notre réflexion, tant qu'elle ne deviendra pas un facteur d'influence pour l'estimation des incertitudes.

#### 3.3. Description technique

Un PEA est un dispositif de pompage asservi, avec du côté de l'aspiration, un tuyau d'un matériau souvent en plastique (ou en PTFE pour des applications spéciales) et du côté du rejet, un flacon dont la contenance peut varier suivant la quantité à pomper. Une crépine vient compléter l'extrémité du tuyau par laquelle entre le liquide prélevé.

Le ou les flacons sont placés dans un compartiment pouvant être soit isolé soit réfrigéré, ou les deux. Des équipements complémentaires permettent de répartir le liquide aspiré soit dans un flacon unique de grande contenance (10 à 30 litres suivant les modèles), soit dans un nombre variable de flacons de plus faible contenance (pouvant être de 24 x 1 litre). Le matériau de ces flacons peut être soit du verre soit une matière plastique type polyéthylène (PE)<sup>5</sup>. Des recommandations quant au choix de ce matériau sont données par le SGT 2 d'Aquaref.

Pour les matériels réfrigérés, la température du compartiment flacon(s) peut atteindre quelques degrés (de 3 à 5°C) mesurés dans le compartiment. La régulation de cette température est variable suivant les matériels.

Pour les matériels isothermes, dans lesquels sont placés des blocs réfrigérants ou de la glace pilée, il s'agit plutôt de maintenir une température froide que de la faire s'abaisser vers un minimum.

Bien entendu, la capacité de ces appareils à refroidir les flacons ou à maintenir une température relativement basse dans le compartiment dépend beaucoup de l'exposition à la température extérieure et de celle du liquide pompé.

---

<sup>4</sup> D'après rapport Contrôle qualité pour les opérations d'échantillonnage des eaux – note de synthèse et propositions, AQUAREF BRGM/RP-58167-FR, décembre 2009

<sup>5</sup> Cf la norme EN NF ISO 5667-3 pour les différents matériaux à employer en fonction du type d'analyse de substance à faire.

Le cœur du système est le dispositif de pompage. Il en existe deux types : pompe péristaltique (PP) ou pompe à vide (PAV).

Chacun d'eux présente des avantages et des inconvénients :

type pompe	avantages	inconvénients
PP	seul le volume désiré de l'échantillon est pompé	exactitude du volume difficile à obtenir surtout pour faibles volumes (< 100 mL)
	rinçage possible avec l'échantillon pour éviter les contaminations croisées	vérification du volume nécessaire au cours du temps
	contact de l'échantillon qu'avec l'intérieur du tuyau d'aspiration et le détecteur de liquide	possibilité de dépôts dans le tuyau pouvant entraîner des contaminations croisées
	pas de sédimentation de solides possible, parce que l'échantillon est en mouvement permanent depuis le point de prélèvement jusqu'au flacon	solides réduits en morceaux par la pompe (échantillon moins représentatif, modification biologique possible)
	maintenance normale faible et facile	diamètre intérieur limité à 9,5 mm
	tuyau seule pièce de rechange facile à changer et peu coûteux	l'arrivée de solides durs (sables) peut endommager la pompe et engendrer des coûts de maintenance élevés
PAV	volumes d'échantillon justes et fidèles	sédimentation et dégazage possible dans le bol de dosage pendant l'ajustement au volume demandé
	étalonnages aisés du volume	fréquence prélèvement limitée par le cycle de dosage avec le bol
	les purges avant et après prélèvement évitent la contamination croisée	détection obligatoire de l'arrivée de l'échantillon
	les matières solides restes intègres	risque de dépôt permanent dans le bol (graisse par exemple) qui modifie le volume délivré
	diamètre de tuyau pouvant > 9,5 mm	
	nettoyage facile du bol	
	pas d'usure particulière même en présence de matières solides dures	plusieurs matériaux différents en contact avec l'échantillon
	permet de grandes hauteurs d'aspiration	
moins consommation d'énergie	système techniquement plus complexe	

La gestion des prélèvements est faite par un dispositif électronique basé sur une horloge ou un compteur d'impulsions.

Le programme peut s'adapter en fonction du temps, du débit ou du volume écoulé et en combinant ceux-ci.

Ces possibilités de programmation sont destinées à répondre à des objectifs précis pour l'échantillonnage, et en fonction des opérations analytiques qui seront ensuite appliquées sur l'échantillon obtenu.

Mais pour tous les objectifs, il s'agira, pour résumer, d'obtenir un échantillon suffisant qui à partir de la constitution de son volume (soit horaire, soit global) devra représenter le flux polluant pendant la période d'échantillonnage. Dans le premier cas, il s'agit d'un pollutogramme, dans le second d'un échantillonnage ponctuel ou moyen en fonction de la durée du prélèvement.

Ensuite, le volume des échantillons horaires ou le volume global seront utilisés pour reconstituer un échantillon moyen, lequel sera fractionné dans différents flacons en fonction

de la nature d'analyse qui est prévue. Cette étape relève du domaine analytique (choix des flacons, éventuellement prétraitement à faire, volume du flacon, etc) et ne sera pas plus évoquée plus ici.

### 3.4. Utilisation d'un PEA

L'utilisation d'un PEA requiert des compétences et connaissances particulières qui vont au-delà de ce qui a trait au fonctionnement de ce matériel.

Pour déterminer les incertitudes qui sont liées aux opérations du prélèvement, et les distinguer de celles liées aux opérations qui relèvent des analyses, il faut en premier lieu identifier les paramètres d'influence et les répartir suivant le cheminement de l'échantillon.

Ce cheminement se résume à 3 postes distincts :

- Poste 1 : le point de prélèvement, dans lequel sera plongé l'extrémité du tuyau de prélèvement, en général avec une crépine<sup>6</sup> ;
- Poste 2 : le circuit qui permet le transport de cet échantillon depuis le point de prélèvement jusqu'au flacon récepteur inclus ;
- Poste 3 : le dispositif de pompage et de répartition du volume programmé.

Un certain niveau de détail sur le fonctionnement des PEA lors d'une opération de prélèvement est présenté ici, avec les principales règles de bonne pratique à prendre en compte.

Poste 1 : le point de prélèvement : ce qui est recherché c'est de ne pas modifier la composition du liquide, notamment ses constituants solides comme les matières en suspension (MES), très sensibles à la ségrégation dans la colonne d'eau et à la sédimentation si on leur en laisse le temps. Le PEA doit donc permettre une vitesse suffisante d'aspiration du liquide jusqu'au flacon récepteur afin qu'il ne se modifie pas, ni n'obture le tuyau. Les guides<sup>7</sup> applicables à ces matériels indiquent que la vitesse d'aspiration ne doit pas être inférieure à 0,5 m/s pour un diamètre intérieur minimal de 9 mm. La question de la hauteur d'aspiration n'y est pas abordée.

Compte tenu de la position des points de prélèvements des rejets, souvent difficiles d'accès, son choix et la mise en place du PEA doivent être fait avec une attention particulière. La hauteur doit être choisie en tenant compte de la capacité de pompage et des variations naturelles ou non du niveau du liquide. Quelques règles ou critères de qualité (au moins 8) de bon sens pour bien implanter son PEA sont fournies dans le guide français (opus déjà cité) et dans l'ouvrage de J-L Bertrand-Krajewski<sup>8</sup>, et ne seront pas plus détaillées ici.

La méthode de vérification du respect de ces règles de bonne implantation d'un PEA est basée sur la mesure des MES (les méthodes, par filtration – très pratiquée - ou par

---

<sup>6</sup> Suivant le domaine d'utilisation, le maintien ou non de la crépine est proposé : par exemple en réseau assainissement et en amont de STEU, le risque de colmatage étant important, l'usage de la crépine est déconseillé. Pour l'objectif de ce travail, son impact sera étudié.

<sup>7</sup> ISO 5667-10 : 1992 : guide pour l'échantillonnage des eaux résiduaires ; NFT90-523-2 :2008 : guide pour le suivi de la qualité de l'eau dans l'environnement – partie 2 : prélèvement d'eau résiduaire

<sup>8</sup> Mesures en hydrobiologie urbaine et assainissement, J-L. Bertrand-Krajewski et al, 2000, éditions TEC & DOC

centrifugation sont normalisées<sup>9</sup>), qui impose sa réalisation dans les 4 heures après le prélèvement.

Poste 2 : le circuit de transport de l'échantillon jusqu'au flacon récepteur : celui-ci doit être constitué de matériaux n'interagissant pas avec l'échantillon (absorption, fixation, désorption) qui est à son contact. La quantité de liquide échantillonné est évacuée directement dans le flacon récepteur, mais le plus souvent (selon les appareils) il existe un dispositif de distribution des échantillons vers les flacons (bras mobile pour flacons fixes, distributeur circulaire pour flacons mobiles, distributeur à vannes magnétiques plus rare).

Le nettoyage préalable à toute utilisation de l'ensemble du circuit doit être réalisé convenablement et une vérification devra être faite, par un prélèvement « blanc » avec de l'eau ne contenant pas les composés recherchés. Le résultat d'analyse du blanc doit être connu avant la mise en place sur le point de prélèvement, ce qui réserve ce test au niveau de la préparation avant l'intervention sur un site. Un autre blanc peut également être réalisé, mais sur le site, afin de prendre en compte les conditions climatiques locales, mais ce cas est en dehors de notre étude sur le matériel. Cependant, le groupe qui travaille sur les blancs pourra en déterminer l'influence.

Si le matériel doit être réemployé après une première utilisation, il faut refaire un nettoyage complet du circuit ou/et éventuellement son remplacement par un circuit propre (cela concerne surtout le tuyau) conservé à l'abri des contaminations, et également testé auparavant. Ces aspects du nettoyage et du blanc associé ont fait l'objet des travaux du SGT 3.

Des règles de bonnes pratiques sont également préconisées pour ce circuit, notamment que sa pente soit régulière et ascendante, sans goulot d'étranglement, ni courbure prononcée (notamment cas du maintien d'une trop grande longueur de tuyau en couronne pour ne pas avoir à le couper). Il ne faut pas confondre longueur de tuyau et hauteur d'aspiration.

Il faut prendre également en compte la présence ou non d'une crépine en tête de tuyau, et le positionnement du tuyau dans la colonne d'eau, qui interagissent tout deux sur la vitesse d'aspiration.

Dans le cas de la PAV, d'après le tableau des avantages et inconvénients ci-dessus, le circuit est discontinu et donc constitué de différents matériaux. C'est un aspect qui est traité par le protocole de nettoyage et le blanc correspondant.

La nature du matériau du flacon récepteur est à choisir en fonction des composés qui devront être analysés dans l'échantillon constitué. La norme NF EN ISO 5667-3 (opus cité 4) est une aide pour ce choix. La propreté du/des flacons doit être également assurée et vérifiée (par l'intermédiaire du blanc de contrôle du nettoyage).

Poste 3 : le dispositif de pompage et de répartition du volume programmé : dans le cas de la PP, le circuit est maintenu à l'identique puisque le tuyau est pressé par un dispositif tournant et entraînant plusieurs galets qui « poussent » le liquide au travers du tuyau.

Dans le cas de la PAV, le liquide quitte le tuyau pour arriver dans un flacon de capacité fixe, appelé bol, qui est rempli au maximum. Ensuite une pression est exercée sur le liquide pour le chasser jusqu'à la hauteur d'un tube de vidange qui représente par sa hauteur la quantité qui doit être conservée et qui va être versée dans le flacon récepteur. Cette pression est variable selon les matériels et à une forte influence sur les substances volatiles. Cette technique n'est peut-être pas la plus indiquée pour ce type de substance. La pression est donc un facteur d'influence à considérer.

Le dispositif PAV favorise la sédimentation au niveau du bol pendant l'opération d'ajustement au volume programmé, pour des échantillons chargées en MES. De plus,

---

<sup>9</sup> NF EN 872 : 2005 : Dosage des matières en suspension – méthode par filtration sur filtre en fibre de verre ; NFT 90-105-2 : 1997 : dosage des matières en suspension – méthode par centrifugation.

certain dépôt à caractère gras peuvent se déposer sur les parois du bol et sur la sonde de contact et interférer sur la détermination du volume. Ce sont plusieurs points à prendre en compte dans les facteurs d'influence.

La détermination du volume est faite par programmation du logiciel proposé avec le PEA.

Pour les PP, il s'agit d'un nombre de tour de la roue à galet, par rapport à un diamètre intérieur du tuyau, pendant une durée fixée par le logiciel. L'adéquation entre le souhait et la réalité est à vérifier pour chaque valeur de volume que le programme propose. Ensuite son maintien dans le temps, après plusieurs cycles de prélèvement, doit aussi être vérifié. Le guide concernant ce matériel (opus cité 6) fixe à 5% l'écart admissible sur le volume prélevé. Mais si on se réfère au tableau des avantages – inconvénients par type de pompe, il s'agit-là d'un point critique de ce type de pompe, surtout pour les volumes inférieurs à 100 mL.

Pour les PAV, le réglage du volume se fait par la hauteur du tube de vidange, qui est soit un petit tuyau coulissant verticalement, soit un tube coupé à une hauteur donnée (ce qui suppose de disposer de plusieurs tubes de longueurs différentes pour couvrir la plage des volumes envisageables, ou un bon repérage de la hauteur lors du réglage entre différents volumes). La vérification du volume doit se faire avec la longueur de tuyau prévu sur un site donné, pour tenir compte de son influence (perte de charge). La nature de ce réglage impose de travailler à volume fixe.

Pour les deux dispositifs de pompage, leur fonctionnement est constitué d'un cycle avec une phase de refoulement vers le milieu, puis d'aspiration de la quantité correspondante au mode de fonctionnement du dispositif, et enfin de refoulement à nouveau (qui peut être la mise à volume choisi dans le bol du dispositif PAV). Ce cycle dit de purge, prend au certain temps (2 à 3 minutes) ce qui influe sur une séquence de prélèvements rapprochés.

Le logiciel permet plusieurs mode d'échantillonnage<sup>10</sup> :

- Mode 1 : volume de prise fixe, asservissement au temps (60 mL toutes les X minutes). Dans ce type de programme, cas 1 : tous les échantillons sont réunis dans un seul flacon ; cas 2 : prélèvement dans N flacons différents (par exemple 1 par heure), et reconstitution d'un échantillon au prorata du volume écoulé ;
- Mode 2 : Volume de prise variable, asservi au débit instantané et au temps (toutes les X minutes, volume fonction du débit mesuré au moment du prélèvement, donc quantité variable) ; cas 1.
- Mode 3 : Volume de prise variable, asservi au volume écoulé et au temps (toutes les X minutes, volume fonction du volume écoulé (z mL par P m3 écoulés) depuis le dernier prélèvement, donc quantité variable) ; cas 1.
- Mode 4 : Volume de prise fixe, asservi au volume écoulé (volume fonction du volume écoulé (z mL par P m3 écoulés) depuis le dernier prélèvement) ; cas 1. Cas 2 possible

L'étude référencée 9, bien que basée sur de la modélisation, privilégie dans sa conclusion le mode 4 d'échantillonnage parce qu'il est plus juste en terme de représentativité des variations de concentrations et de quantité de liquide échantillonné proportionnelle au volume écoulé de l'effluent, mais à condition d'avoir des prises individuelles supérieures à 70 mL. Cependant il présente l'inconvénient de ne pas pouvoir garantir le volume final

---

<sup>10</sup> D'après l'étude Stratégies d'échantillonnage : optimisation des stratégies d'échantillonnage des eaux résiduaires industrielles et urbaines, 2010, agence de l'eau rhône méditerranée corse, [www.earmc.fr](http://www.earmc.fr)

échantillonné, ou de perdre des prélèvements si la fréquence de la demande est supérieure à la durée d'un cycle individuel de prélèvement.

Comme ordre de grandeur, sur la base de 4 à 6 prélèvements par heure ou 100 à 140 par jour avec 70 mL de prise individuelle, cela devrait constituer un volume moyen final entre 7 et 10 Litres.

Les autres approches basées sur le débit instantané ou sur le volume écoulé, mais avec un volume de prise variable et asservi au temps (mode 2 et mode 3), présentent une plus grande dispersion sur leur valeur moyenne de la prise et sur l'écart-type associé.

Enfin les approches basées sur un volume fixe de prise avec un pas de temps également fixe (mode 1), présentent une grande hétérogénéité : celle réalisant un échantillonnage par heure et 24 flacons (mode 1 cas 2) obtient un meilleur bilan que celle avec un unique flacon (mode 1, cas 1), et pourrait offrir une alternative à la stratégie considérée comme la plus performante (mode 4).

mode	M1, cas 1	M1, cas 2	M2	M3	M4
écart en % avec la valeur moyenne des prélèvements	8,9	1,9	5,2	4,9	1,0
écart en % avec l'écart-type de la valeur moyenne	8,4	2,9	5,0	4,6	1,4

Les circulaires de 2009 (RSDE2)<sup>11</sup> et de 2010 (rejet STEU)<sup>12</sup> fixent une stratégie d'échantillonnage basée sur une représentativité du volume prélevé avec les flux de l'établissement concerné sur une période de 24 heures, et déterminés à partir d'une mesure de débit en continu. Cependant le libellé du texte créé un doute sur la mesure de débit qui peut être considérée comme asservie au débit (mode 2) ou comme asservie au volume écoulé (modes 3 et 4). L'échantillon ainsi constitué sera un échantillon moyen sur toute la période considérée (flacon unique de grande capacité, ou regroupement des échantillons multiples en un seul). Comme ces textes laissent par ailleurs sous entendre qu'il s'agit d'une stratégie avec prise de volume fixe (à condition qu'elle soit supérieure à 50 mL) avec maîtrise de sa justesse et de sa fidélité (d'après les normes déjà citées en référence 6), cela équivaut plutôt au mode 4 (cas 1 ou cas 2).

#### 4. ESTIMATION DES INCERTITUDES

Pour la suite de notre étude sur l'estimation des incertitudes nous allons étudier les 2 cas de figures les plus pratiqués :

- le prélèvement moyen de type volume fixe mais répété heure par heure sur 24 h,
- le prélèvement moyen de type volume fixe asservi au volume écoulé.

<sup>11</sup> Circulaire du 05/01/2009 relative à la mise en œuvre de la deuxième phase de l'action nationale de recherche et de réduction des substances dangereuses pour le milieu aquatique présentes dans les rejets des installations classées pour la protection de l'environnement (ICPE) soumises à autorisation

<sup>12</sup> Circulaire du 29/09/2010 relative à la surveillance de la présence de micropolluants dans les eaux rejetées au milieu naturel par les stations de traitement des eaux usées.

#### 4.1. rappel du processus d'estimation des incertitudes

Cette estimation requiert 4 étapes d'après l'approche dite GUM<sup>13</sup> :

- 1<sup>ère</sup> étape : calcul du résultat du mesurage :
  - o définition du mesurande Y (grandeur soumise à mesurage),
  - o analyse du processus de mesurage,
  - o écriture du modèle mathématique décrivant le processus de mesurage ;
- 2<sup>ème</sup> étape : calculs des incertitudes-types  $u(X_i)$  :
  - o estimation des incertitudes-types sur les grandeurs d'entrée du modèle ;
  - o au moyen de techniques statistiques (évaluation de type A) ;
  - o au moyen de connaissances acquises, de l'expérience (évaluation de type B) ;
- 3<sup>ème</sup> étape : propagation des incertitudes :
  - o utilisation de la loi de propagation de l'incertitude ;
  - o définition des coefficients de sensibilité ;
  - o estimation de l'incertitude type composée ;
- 4<sup>ème</sup> étape : expression du résultat du mesurage avec son incertitude élargie U.

Si nous nous appuyons sur le chapitre précédent, nous pouvons convenir que le poste 1 au § 3. 4, dit du point de prélèvement doit être traité pour lui-même et séparément des deux autres postes, qui eux sont strictement liés au matériel PEA.

Le poste 1 pourra faire appel à quelques mesures analytiques pour sa caractérisation, nous y reviendrons en conclusion du plan d'expérience.

#### 4.2. définition du mesurande

Les deux postes 2 & 3 détaillés précédemment, circuit de transport de l'échantillon et dispositif de pompage avec répartition de l'échantillon, représentent la fonction essentielle du PEA, qui est de constituer un échantillon moyen d'un certain volume à partir d'un (cas du prélèvement ponctuel) ou de multiples échantillons partiels de volume fixe (cas de l'échantillonnage 24 heures). On peut également concevoir que l'échantillonnage 24 heures est une suite de prélèvements ponctuels mais non indépendants.

Le moyen utilisé pour obtenir chaque volume individuel de valeur identique est le pompage par aspiration, avec une certaine vitesse d'aspiration. Les deux techniques de pompage rencontrées pour les PEA n'ont pas le même contenu opérationnel (voir § description technique). Il faut donc à priori, étudier les 2 dispositifs en parallèle.

En définitive, nous avons à priori deux mesurandes à étudier : la vitesse d'aspiration en m/s et le volume du prélèvement individuel, en mL.

---

<sup>13</sup> Guide to the expression of Uncertainty in Measurement, NF ENV 13005 : 1999 : Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure.

### 4.3 Analyse du processus de mesure :

Cette étape est la plus difficile et la plus délicate à traiter. La technique dite des 5 M permet, à partir d'une réflexion approfondie et d'une très bonne connaissance du processus de mesurage, de recenser toutes les causes potentielles d'incertitude. Cette technique consiste à se poser 5 questions : quels sont les facteurs liés aux moyens, à la méthode, au milieu, à la matière et à la main d'œuvre qui influencent le résultat du mesurage ?

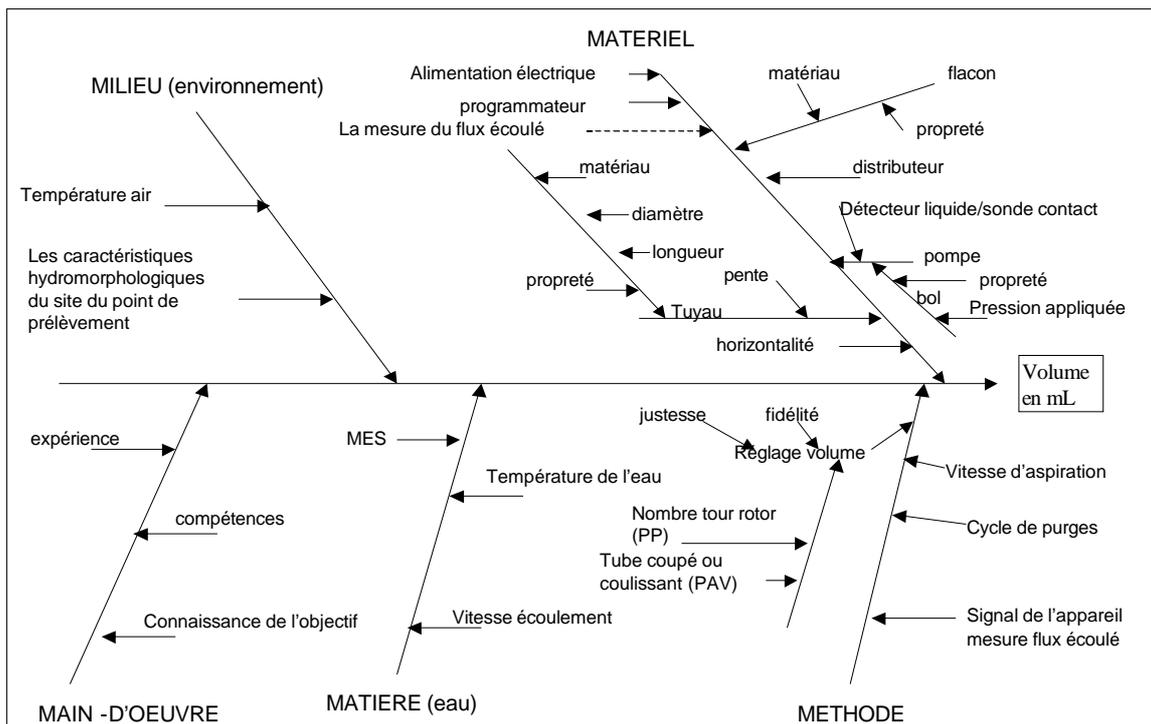


Schéma 1 : inventaire 5M des facteurs d'influence pour la détermination du volume en mL

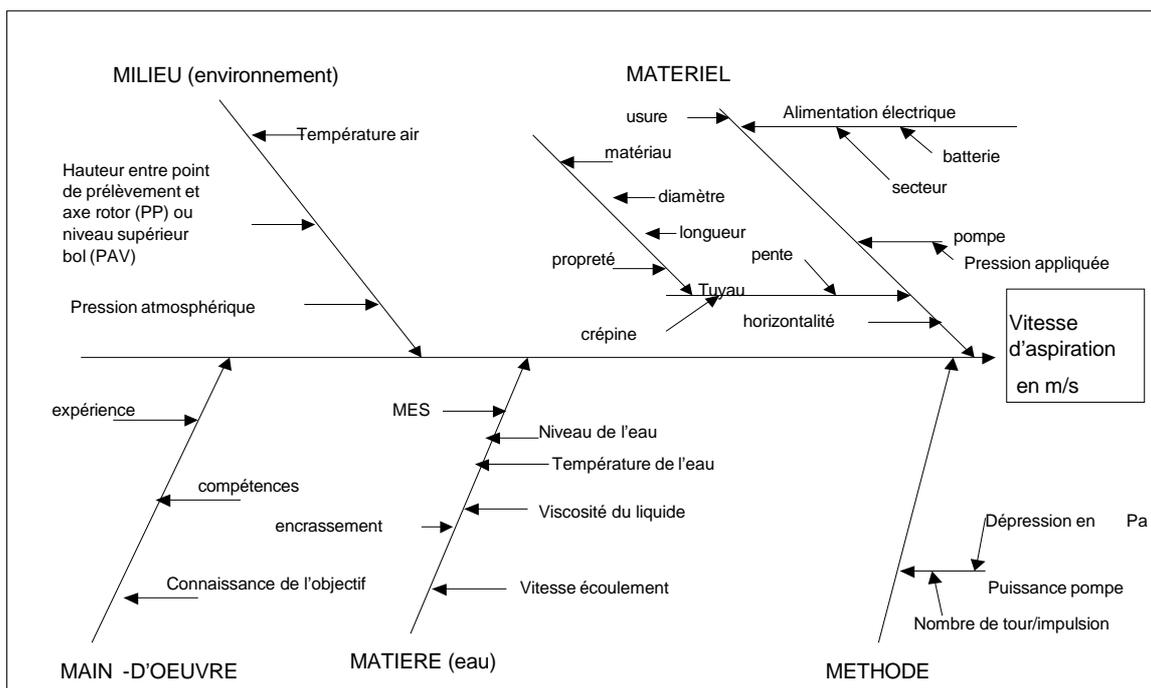


Schéma 2 : inventaire 5M des facteurs d'influence pour la détermination de la vitesse d'aspiration en m/s

Ce second schéma découle du 1<sup>er</sup> schéma, puisque son mesurande correspond à l'un de ses facteurs d'influence.

Le but étant ensuite de réduire l'influence des facteurs qui auront été identifiés, à l'aide des méthodes suivantes :

- les facteurs de nature aléatoire (= erreurs aléatoires) sont généralement diminués en répétant les mesurages et calculant la moyenne arithmétique des lectures ;
- les facteurs de nature systématique (= erreurs systématiques) sont diminués en appliquant des corrections.

D'après ces schémas, les facteurs de nature aléatoires seraient **la vitesse d'aspiration** (qui prend en compte le diamètre, la longueur, la pente du tuyau, la hauteur d'aspiration et la présence de la crépine, les effets des températures de l'air et de l'eau, la pression atmosphérique, l'alimentation électrique), **le réglage du volume** (qui prend en compte le mode de détermination mécanique du volume et la pression appliquée (PAV)) et **sa justesse/fidélité** (qui prend en compte l'effet du détecteur de liquide (PE) ou de la sonde de contact (PAV), le cycle des purges).

Les facteurs de nature systématique concernent l'horloge du programmeur et la mesure du flux écoulé.

Tous les éléments liés au choix du matériau et à la propreté (tuyau, bol, distributeur et flacon) sont déterminés par la réalisation d'un blanc matériel.

Les effets liés au personnel et aux matériels ne peuvent être appréhendés que par des essais de reproductibilité en faisant varier ces deux facteurs.

## 5. PLAN D'EXPERIENCE - PROPOSITIONS

Afin de déterminer le niveau d'influence des facteurs identifiés sur les mesurandes retenus, il faudra réaliser un certain nombre d'essais permettant de quantifier ce niveau. La méthodologie proposée est inspirée des protocoles MCERTS<sup>14</sup> et EXERA<sup>15</sup> concernant les PEA.

### 5.1. La vitesse d'aspiration

Pour évaluer la variabilité de la vitesse d'aspiration ( $V$  en m/s), pour un matériel donné, en fonction des multiples facteurs pouvant avoir une influence, mais non mesurable individuellement, nous préconisons le plan d'expérience suivant :

- mesure de la vitesse d'aspiration de l'eau pour une longueur de tuyau  $X$  équipé de sa crépine, pour une hauteur d'aspiration de  $H_{min} = 1$  m et de  $H_{max} = 6$  m. Nous

---

<sup>14</sup> Performance Standards and Test Procedures for Continuous Water Monitoring Equipment, Part 1 – Performance standards and test procedures for automatic water sampling equipment. Environment Agency Version 2.1. November 2009.

<sup>15</sup> Association des EXploitants d'Equipements de mesure, de Régulation et d'Automatisme, groupement d'utilisateurs d'instruments et de systèmes. Commission environnement-eaux. Protocole d'évaluation de préleveurs à poste fixe –2010.

proposons  $X_{min} = 1$  m et  $X_{max} = 6$  ou 7 m selon indication du fabricant pour la longueur d'aspiration maximale de son matériel.

- Réalisation des mesures avec aspiration d'une eau propre à température de 10°C, de 20°C et de 30°C, en 3 opérations distinctes de 10 mesures individuelles. La nature de l'eau est choisie afin d'avoir une référence de la performance contrôlée, en vue de son suivi au cours de l'utilisation du PEA.
- Pour chacune de ces séries de mesures, la pente du tuyau devra être de  $P_{min} = 0^\circ$  par rapport à la verticale, et de  $P_{max} = + 10^\circ$  par rapport à l'horizontale.
- Reproduire la série pour 20°C, les 2 hauteurs et les 2 pentes sans la crépine.
- Noter la pression atmosphérique et la température de l'air pendant les essais (avant et après chaque série de tests).

	Eau à 10°C	Eau à 20°C	Eau à 30°C
L1, H1, p0, crépine	10 mesures	10 mesures	10 mesures
L1, H1, p10, crépine	10 mesures	10 mesures	10 mesures
L1, H1, p0, sans crépine		10 mesures	
L1, H1, p10, sans crépine		10 mesures	
L2, H2, p0, crépine	10 mesures	10 mesures	10 mesures
L2, H2, p10, crépine	10 mesures	10 mesures	10 mesures
L2, H2, p0, sans crépine		10 mesures	
L2, H2, p10, sans crépine		10 mesures	

Déterminer la moyenne et son écart-type pour chaque série de 10 mesures. En faire une interprétation par rapport aux paramètres d'influence : H, p, crépine, afin de déterminer les paramètres qui agissent sur la vitesse d'aspiration. La vitesse V doit toujours être supérieure à  $0,55 \pm 0,05$  m/s à minima. Considérer aussi la dispersion par série avec l'écart-type ET (acceptable si  $ET < 0,02V$ ). Les valeurs supérieures seront à traiter comme données pour la détermination de l'incertitude type sur la vitesse d'aspiration.

Dans le cadre d'une action avec plusieurs matériels (de type et marque identique ou pas), cette évaluation de la vitesse moyenne d'aspiration sera à réaliser pour chacun des matériels.

Si les résultats montraient une grande différence entre les 2 hauteurs d'aspiration, par exemple  $V_{H2} < 0,7 V_{H1}$ , il serait opportun de refaire une nouvelle série de tests pour une hauteur intermédiaire (par exemple 4 m).

## 5.2. Le volume unitaire de prélèvement

Pour évaluer la variabilité du volume unitaire (en mL), pour un matériel donné, en fonction des multiples facteurs pouvant avoir une influence, mais non mesurable individuellement, nous préconisons le plan d'expérience suivant (bien entendu, les valeurs indiquées sont démonstratives, il faudra les adapter aux capacités de chaque matériel).

Ce plan d'expérience est prévu avec une alimentation électrique assurée du PEA, puisqu'il s'agit dans un premier temps d'évaluer les performances intrinsèques du matériel. On pourra utilement refaire tout ou partie de ce plan en jouant sur la capacité de la batterie, qui est un paramètre non négligeable d'influence (cf schémas).

5.2.1 justesse volume unitaire

- Programmer le PEA équipé avec un seul flacon pour la réalisation d'un prélèvement individuel de 60 ou 130 mL (la valeur basse).
- Effectuer une série de 15 prélèvements distincts en mesurant à chaque fois le volume du liquide prélevé, pour une hauteur d'aspiration de  $H_{min} = 1$  m et un autre cycle pour une hauteur  $H_{max} = 6$  m (longueur de tuyau X min et X max et avec puis sans crépine comme essai pour la vitesse d'aspiration) avec une eau propre à température constante pendant tout le cycle.
- Refaire la même opération en programmant le PEA pour un volume individuel de 250 ou 300 mL (la valeur élevée).
- Déterminer le volume moyen et son écart-type de chacune des séries de prélèvements.

Note : la mesure du volume peut s'obtenir par la pesée dynamique lors du remplissage successifs du flacon.

	m1	m2	m3	mx	m15	MOY	ET
valeur basse en mL, L1, H1, avec crépine							
valeur basse en mL, L2, H2, avec crépine							
valeur élevée en mL, L1, H1, avec crépine							
valeur élevée en mL, L2, H2, avec crépine							
valeur basse en mL, L1, H1, sans crépine							
valeur basse en mL, L2, H2, sans crépine							
valeur élevée en mL, L1, H1, sans crépine							
valeur élevée en mL, L2, H2, sans crépine							

Exemple de grille de dépouillement des mesures obtenues

5.2.2. justesse en cas de prélèvements individuels programmés

- Programmer le PEA équipé avec 24 flacons pour réalisation d'un prélèvement individuel de 60 ou 80 mL (une valeur basse).
- Effectuer un cycle de prélèvements individuels pour une hauteur d'aspiration de  $H_{min} = 1$  m et un autre cycle pour les deux hauteurs d'aspiration précédentes, et pour les 2 positions de la crépine (mise ou enlevée).
- Déterminer le volume de chaque prélèvement dans chacun des 2 cycles.
- Refaire la même opération en programmant le PEA pour un volume individuel de 250 ou 300 mL (une valeur élevée).
- Déterminer le volume moyen et son écart-type de chacune des séries de prélèvements.

Note : pour faciliter la mesure du volume, au préalable faire la tare de chaque flacon bien identifié. Ensuite repeser chaque flacon.

	m1	m2	m3	mx	m24	MOY	ET
valeur basse en mL, L1, H1, avec crépine							
valeur basse en mL, L2, H2, avec crépine							
valeur élevée en mL, L1, H1, avec crépine							
valeur élevée en mL, L2, H2, avec crépine							
valeur basse en mL, L1, H1, sans crépine							
valeur basse en mL, L2, H2, sans crépine							
valeur élevée en mL, L1, H1, sans crépine							
valeur élevée en mL, L2, H2, sans crépine							

Exemple de grille de dépouillement des mesures obtenues

Une comparaison entre les résultats des deux tests, séries par séries de même volume cible, est à faire. Les valeurs moyennes doivent être dans la fourchette du volume cible  $\pm 5\%$ , en tenant compte de l'écart-type de dispersion. Les valeurs supérieures seront à traiter comme données pour la détermination de l'incertitude type sur le volume prélevé.

5.2.3. justesse en cas de prélèvements individuels fixes mais asservis au volume écoulé.

- programmer le PEA, équipé comme dans le cas précédent, afin de réaliser un prélèvement à une valeur basse pour un volume écoulé de Y m3.
- Simuler un signal correspondant au Y m3, et le répéter pour 6 prélèvements distincts (1 flacon).
- Simuler ensuite plusieurs niveaux de Y m3 (2x, 3x, nx) sur les 3 fois 6 flacons disponibles.
- Faire le tests pour les 2 hauteurs déjà définies, avec une eau propre à température constante, avec et sans crépine.
- Refaire toutes les configurations de tests avec une consigne de prélèvement à la valeur élevée.
- Déterminer le volume moyen et son écart-type de chacune des séries de prélèvements par rapport à chaque niveau de Y m3.

Dans toutes les configurations, laisser poursuivre le cycle complet de purges de l'appareil. Si la possibilité est offerte par le matériel de shunter ce cycle, faire également les tests sans le cycle de purges.

Noter les conditions environnementales pendant les tests : température de l'air, pression atmosphérique locale, (avant et après chaque série de tests).

	m1/6	m2/6	mx/6	m6/6	MOY	ET
valeur basse en mL, L1, H1, avec crépine, 1Ym3						
valeur basse en mL, L2, H2, avec crépine, 1Ym3						
valeur basse en mL, L1, H1, avec crépine, 2Ym3						
valeur basse en mL, L2, H2, avec crépine, 2Ym3						
valeur basse en mL, L1, H1, avec crépine, 3Ym3						
valeur basse en mL, L2, H2, avec crépine, 3Ym3						
valeur basse en mL, L1, H1, avec crépine, 4Ym3						
valeur basse en mL, L2, H2, avec crépine, 4Ym3						
valeur basse en mL, L1, H1, sans crépine, 1Ym3						
valeur basse en mL, L2, H2, sans crépine, 1Ym3						
valeur basse en mL, L1, H1, sans crépine, 2Ym3						
valeur basse en mL, L2, H2, sans crépine, 2Ym3						
valeur basse en mL, L1, H1, sans crépine, 3Ym3						
valeur basse en mL, L2, H2, sans crépine, 3Ym3						
valeur basse en mL, L1, H1, sans crépine, 4Ym3						
valeur basse en mL, L2, H2, sans crépine, 4Ym3						
valeur élevée en mL, L1, H1, avec crépine, 1Ym3						
valeur élevée en mL, L2, H2, avec crépine, 1Ym3						
valeur élevée en mL, L1, H1, avec crépine, 2Ym3						
valeur élevée en mL, L2, H2, avec crépine, 2Ym3						
valeur élevée en mL, L1, H1, avec crépine, 3Ym3						
valeur élevée en mL, L2, H2, avec crépine, 3Ym3						
valeur élevée en mL, L1, H1, avec crépine, 4Ym3						
valeur élevée en mL, L2, H2, avec crépine, 4Ym3						
valeur élevée en mL, L1, H1, sans crépine, 1Ym3						
valeur élevée en mL, L2, H2, sans crépine, 1Ym3						
valeur élevée en mL, L1, H1, sans crépine, 2Ym3						
valeur élevée en mL, L2, H2, sans crépine, 2Ym3						
valeur élevée en mL, L1, H1, sans crépine, 3Ym3						
valeur élevée en mL, L2, H2, sans crépine, 3Ym3						
valeur élevée en mL, L1, H1, sans crépine, 4Ym3						
valeur élevée en mL, L2, H2, sans crépine, 4Ym3						

Exemple de grille de dépouillement des mesures obtenues

#### 5.2.4. fidélité du volume unitaire et de la vitesse d'aspiration

Pour renseigner ce poste, il est nécessaire de recommencer les tests décrits au § 5.1. (pour une seule température) et au § 5.2.1. après une période d'exploitation du matériel en situation, avec les mêmes conditions. La comparaison entre les 2 séries permettra de juger d'une éventuelle dérive dans la justesse de la vitesse d'aspiration, et du volume, pour les valeurs testées de volume, pour la même hauteur d'aspiration dans les 2 séries.

Retenir que la notion de fidélité peut s'appliquer différemment selon l'application du PEA :

- pour un PEA portable, la fidélité portera sur une période de prélèvement relativement courte.
- pour un PEA fixe, la fidélité portera sur une période d'exploitation Y qui reste à fixer par l'utilisateur. Ce cas de figure prend en compte l'usure du matériel qui est moins « renouvelé » que dans le cas du portable. Son bilan incertitude sera a priori plus élevé.

## 6. CONCLUSIONS

L'examen minutieux du fonctionnement des PEA, en vue de déterminer les facteurs d'influence pertinents, permet de souligner la complexité de ce matériel, qui n'apparaît pas à la lecture des documentations techniques des fournisseurs.

Cette complexité met au premier plan l'importance des compétences de l'opérateur et de sa connaissance du matériel et son utilisation adaptée à des objectifs bien précis. Cela souligne la nécessité qu'il y ait des formations adéquates avec une évaluation technique de l'acquis pour la personne qui en bénéficie.

Dans notre étude, nous avons volontairement sorti l'influence de l'opérateur du plan d'expérience parce que cela serait trop contraignant pour la déterminer (multiplier les tests avec différents opérateurs) et coûteux pour leur employeur. Nous avons préféré cibler en premier lieu les incertitudes spécifiques au(x) matériel(s), ce qui sera déjà une étape clé dans ses apports.

Le plan d'expérience idéal serait composé de 3 parties dont deux peuvent être réalisées en dehors d'un quelconque site, et qui devraient être systématiquement appliquées lors de la réception d'un nouveau matériel PEA et pour son suivi qualité.

Une première partie d'évaluation des performances au niveau de la vitesse d'aspiration et d'une plage de volume unitaire, pour deux configurations de programmation les plus conseillées :

- de type volume fixe mais répété heure par heure sur 24 h,
- de type volume fixe asservi au volume écoulé et répété heure par heure sur 24 h.

L'objectif de cette partie est :

- de bien identifier pour le PEA testé quelles sont les configurations qui respectent les critères normatifs en terme d'écart maximal toléré pour la vitesse d'aspiration et pour le volume aspiré, pour le matériel en situation comparable (matrice de référence) ;
- de pouvoir utiliser les données acquises pour calculer les incertitudes types des configurations les plus pénalisantes (ou pour chacune) ;
- De pouvoir effectuer ces mêmes tests avec une eau contenant un taux de MES connu afin de déterminer les incertitudes en situation représentative des conditions d'un site – caractéristiques du site à définir, ou utiliser un site réel - pour ces deux mêmes critères.
- Si ces tests ont été reproduits pour évaluer l'influence de la source d'alimentation, les données acquises permettront d'introduire l'incertitude-type correspondante dans le calcul de l'incertitude globale.

Une deuxième partie d'évaluation de la fidélité (volume et vitesse d'aspiration), et toujours après une période d'utilisation sur site.

La troisième partie, ne peut être obtenue que sur site. C'est d'ailleurs une recommandation des spécialistes en assainissement pour évaluer les caractéristiques du site : morphologie du point de mesure, hauteur d'aspiration, conditions du flux (débit écoulé, quantité de MES et autres solides éventuels), avant d'installer et programmer le matériel de prélèvement PEA.

Pour cette partie, il est recommandé de s'inspirer des règles citées dans le guide NFT 90-523-2.

Pour tester le comportement du matériel vis-à-vis du site, nous proposons que soit fait un prélèvement ponctuel classique au godet en parallèle à un prélèvement par PEA de volume suffisant, et que le critère de comparaison soit la mesure des MES. Nous recommandons de répéter ces mesures doubles pendant une période prenant en compte les variations de charge et flux du site, afin de déterminer l'erreur de représentativité du point lors des prélèvements par un PEA, exprimée en % de MES (moyenne MES ponctuel – moyenne MES PEA / moyenne MES ponctuel).

Cette pratique avec plusieurs PEA placés au même point de prélèvement (tuyaux attachés ensemble ?) permettrait de répondre à la question initiale posée au SGT.

Cependant si on souhaite mieux appréhender la représentativité d'un prélèvement avec un PEA, un minimum d'analyses seront à effectuer concernant les substances les plus intéressantes du point de vue de l'objectif des mesures. Laissons à chaque opérateur le choix de ses indicateurs du moment.

Cette analyse des facteurs d'influence les plus déterminants sur la représentativité du prélèvement par un PEA est une première réflexion méthodique afin de déterminer les incertitudes qui relèvent uniquement de l'étape du prélèvement par cet appareil dans une eau à un endroit donné. Le plan d'expérience proposé ici s'est limité aux deux mesurandes, la vitesse d'aspiration et le volume unitaire, qui sont des critères normalisés pour ce type d'appareils qu'ils soient fixe ou portable, et qui nous sont apparus comme primordiaux à évaluer.

Cependant, il ne faut pas non plus négliger l'influence de l'alimentation batterie, l'impact de la fréquence de prélèvement par asservissement, et l'importance des caractéristiques de l'emplacement du point de prélèvement, sans être totalement exhaustif, qui peuvent occasionner une plus grande hétérogénéité dans les mesures que ce que le PEA bien utilisé, selon les règles de bonne pratique de la profession, peut induire vis-à-vis du résultat analytique de chaque substance recherchée.

-- fin du document --