

Echantillonnage de sédiments

Précautions pour l'analyse des métaux et des micropolluants organiques

Anice YARI & Marina COQUERY (Irstea)

Contexte

- **DCE** : Suivi en tendances des substances hydrophobes dans les sédiments
- Sédiments compris dans :
 - Arrêté surveillance 2015
 - Avis agrément 2015
 - \approx 80 substances
- **Echantillonnage** = Axe important de la programmation **AQUAREF**
- Objectif :
 - Optimisation méthodologies et protocoles de prélèvement
 - En accord avec les besoins des AE
 - Limiter les risques de contamination
 - Assurer la comparabilité des données

Etudes AQUAREF – Risques de contamination des sédiments pour analyse des micropolluants

- 2012 : « Evaluation des risques de contamination liée au prélèvement et au pré-traitement des sédiments » (*Irstea*)

Détermination de l'influence du matériel de prélèvement (plastique ou inox) sur les résultats d'analyse de métaux

- 2015 : « Essai collaboratif sur l'échantillonnage des sédiments de rivière : résultats et recommandations » (*Irstea & BRGM*)

Résultats d'un essai collaboratif pour l'évaluation des pratiques d'échantillonnage et de leur impact sur la variabilité des résultats d'analyse

Objectif commun :

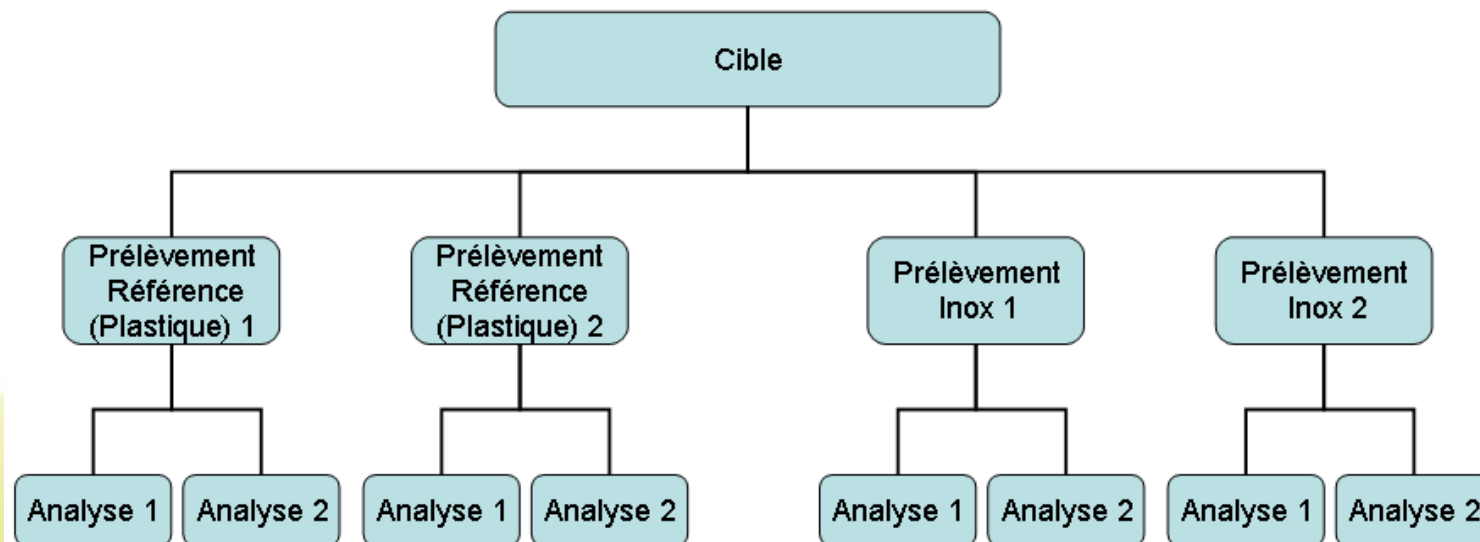
Evaluation de l'influence des opérations d'échantillonnage sur les résultats d'analyse

Etudes AQUAREF – Contamination sédiment

Etude	Etude « plastique/inox » 2012	EIL Sédiment 2015
Objectif	Evaluer l'influence de l'utilisation de matériel « tout inox »	Evaluer l'impact des pratiques de prélèvement sur la variabilité
Paramètres	Métaux	Métaux, PCB, HAP Phtalates, alkylphénols Organochlorés Organoétains
Méthode	Prélèvements d'échantillon avec deux matériels	Essai d'intercomparaison des pratiques avec analyses par labo unique
Analyse des résultats	Pourcentage de différence relative (RDP)	ANOVA robuste (ROBAN)
Principaux résultats	RDP < 20% en général	Importance de la maîtrise du prélèvement (<i>cf. détails</i>)

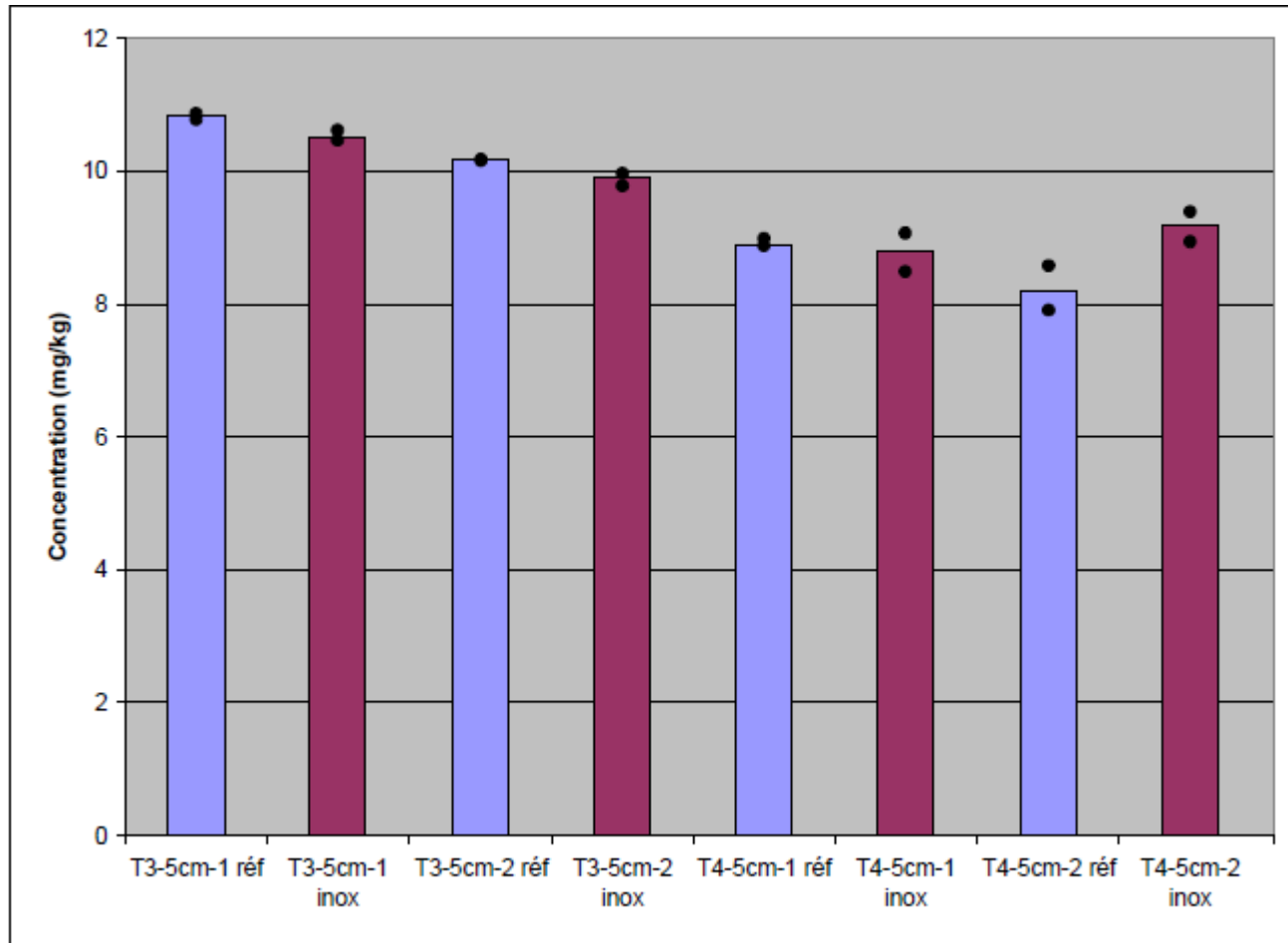
Etude de 2012 – Matériel plastique ou inox

- Objectif : Evaluer la possibilité d'utiliser du matériel « tout inox » pour analyse de micropolluants organiques **et** métaux
- Méthode :
 - Prélèvement sur 2 transects d'au moins 3 points de prélèvement
 - Prélèvement par benne Eckman et Tamisage sur site (< 2 mm)
 - Conditions de répétabilité : 1 opérateur ; 1 journée ; 1 labo d'analyse (Irstea & BRGM)
 - Echantillon « référence » : matériel plastique (selon Guide AQUAREF)
 - Echantillon « cible » : matériel tout inox



Etude de 2012 – Matériel plastique ou inox

- Exemple de résultats : Cobalt



Variabilité très faible (max. 11%) entre plastique et « tout inox »

Etude de 2012 – Matériel plastique ou inox

- Conclusion de l'étude :

- Utilisation matériel « tout inox » => Pourcentage de différence relative (RDP) < **20% en général** (faible devant autres sources de dispersion)



Peu d'échantillons prélevés par site et par préleveur

=> Conclusions à nuancer (pas générales)

1^{er} jeu de données pour obtenir les grandes tendances

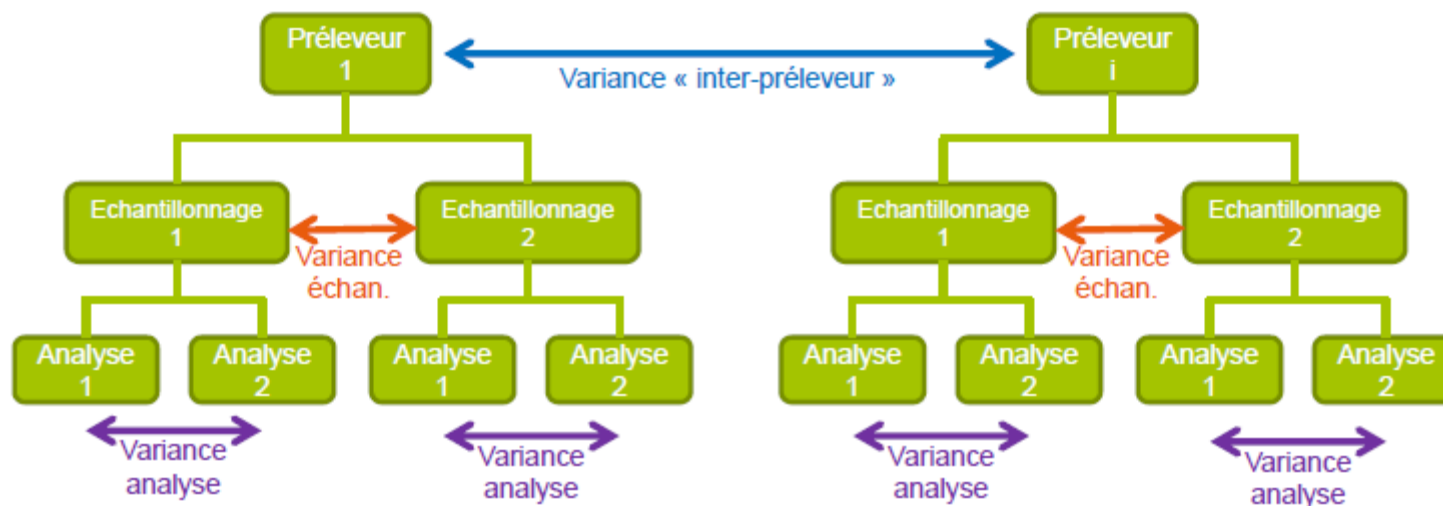
EIL Sédiments 2015

- Objectifs :

1. Observation, comparaison et évaluation des pratiques d'échantillonnage
2. Evaluation de l'impact des pratiques sur la variabilité des résultats

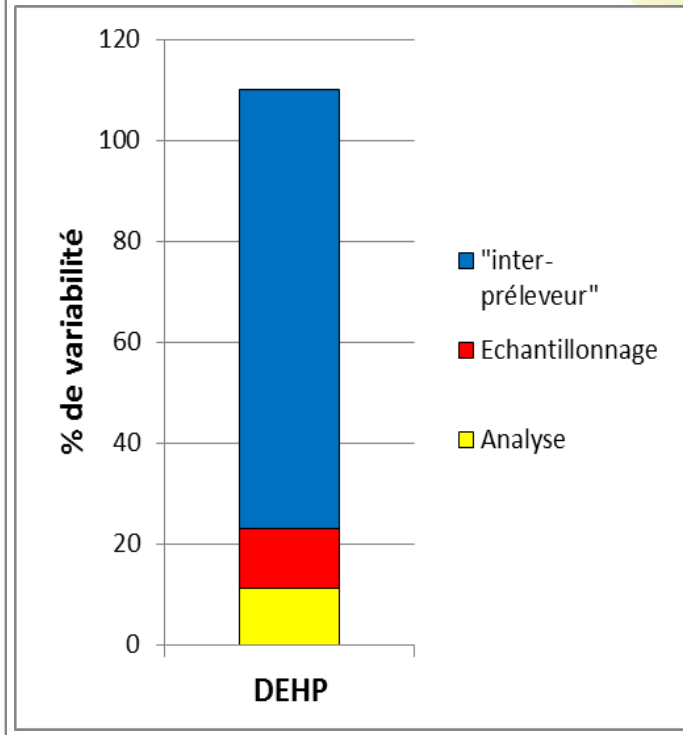
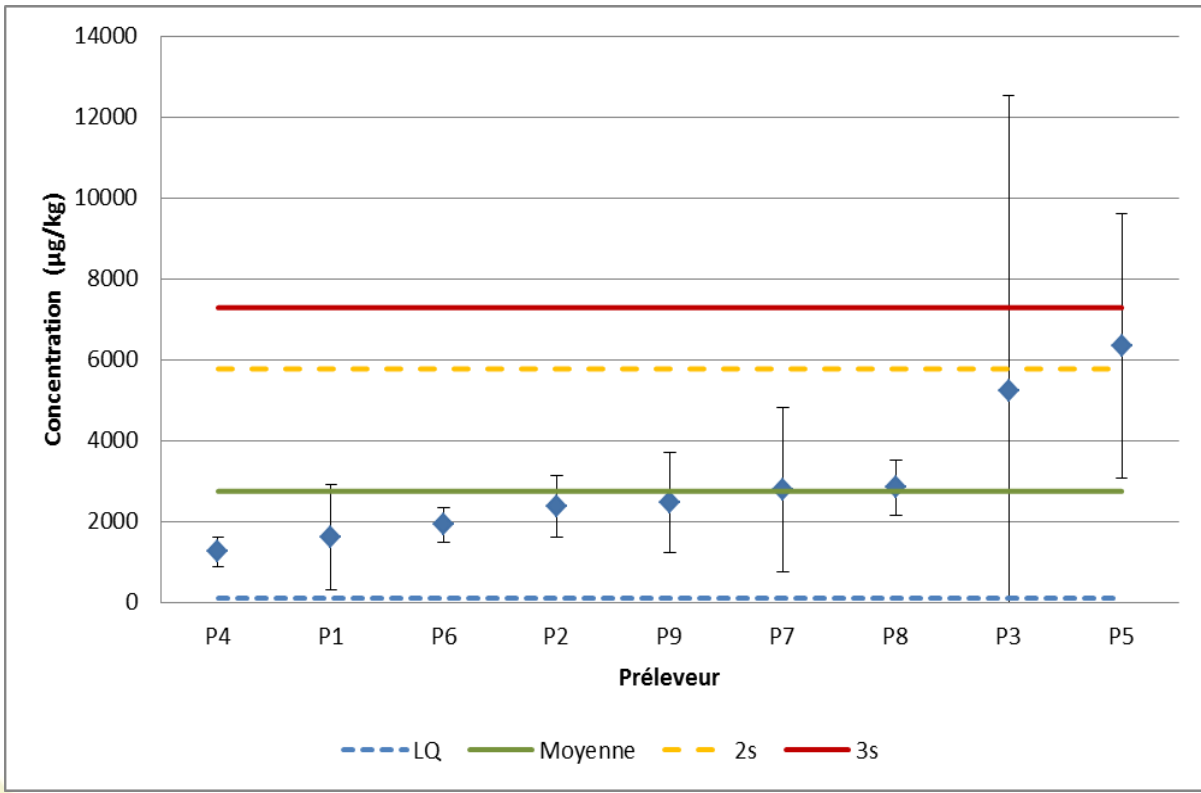
- Méthode :

- Essai d'intercomparaison des pratiques
- 9 équipes de 2 préleveurs avec leur propre matériel / 7 organismes de prélèvement
- 2 sites de prélèvement (1/objectif) : 1 site hétérogène et 1 site homogène
- Analyses effectuées par un laboratoire unique pour chaque paramètre



EIL Sédiments 2015

- Exemple de résultats : DEHP



Très forte variabilité de l'effet « inter-préleveurs » : **79% de la variabilité globale**

Causes possibles : Utilisation de plastique, de détergent ou mauvais lavage

EIL Sédiments 2015

- Résultats – Comparaison des variabilités :**

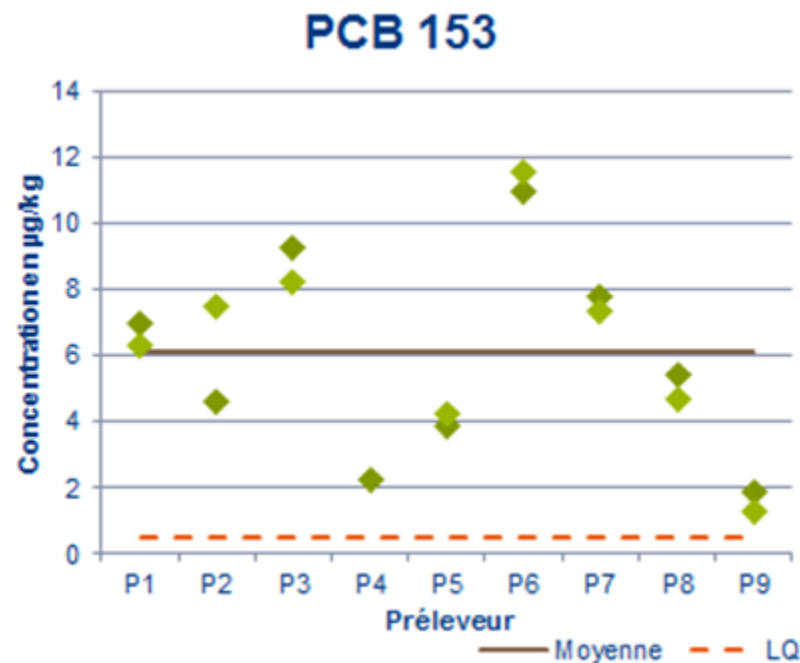
Famille	Analyse	Echantillonnage	« inter-préleveur »	Totale
Métaux	--	+	+	13 – 39 %
OTC	-	++	-	22 – 59 %
Alkylphénols	+	--	+	55 %
PCBi	+	+	-	55 %
Phtalates	-	-	+++	110 %
HAP légers	+	+++	-	50 - 96 %
HAP lourds	-	+	+	50 %

-- : < 5% - : 5 à 15% + : 15 à 30% ++ : 30 à 50% +++ : > 50%

Variabilité prélèvement (« intra » et « inter-préleveur ») > Variabilité analytique

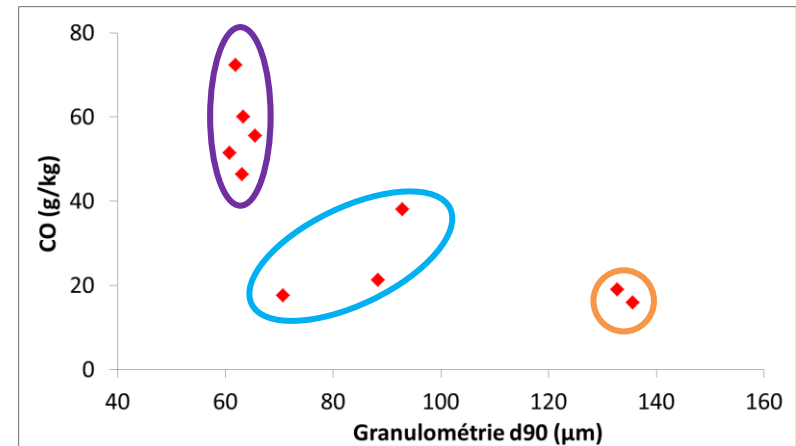
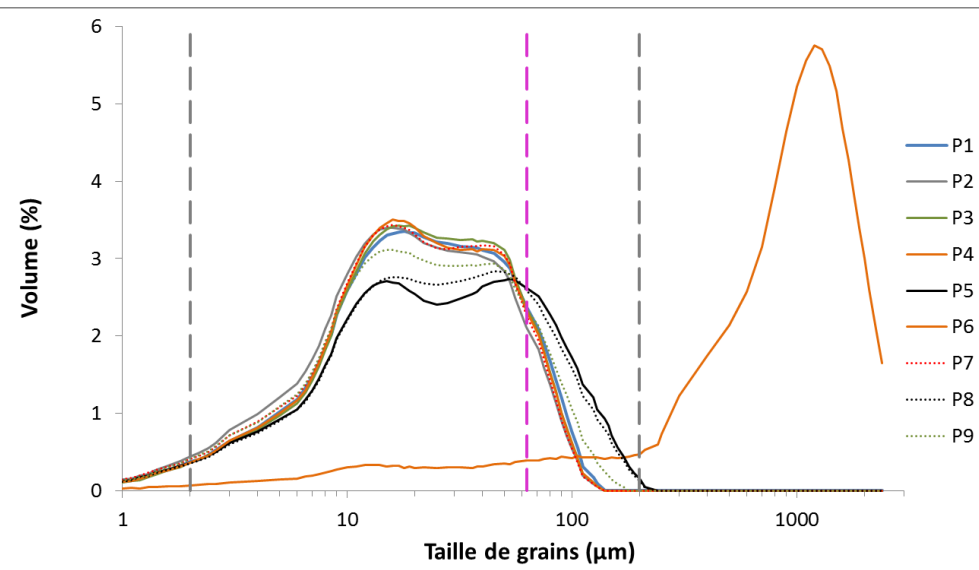
EIL Sédiments 2015

- Influence de la nature du sédiment :
 - Prélèvements effectués sur site hétérogène
 - Différences de pratiques : mode d'élaboration d'éch. composite
 - Exemple du PCB 153



EIL Sédiments 2015

- Influence de la nature du sédiment :
 - Prélèvements effectués sur site hétérogène
 - Différences de pratiques : mode d'élaboration d'éch. composite



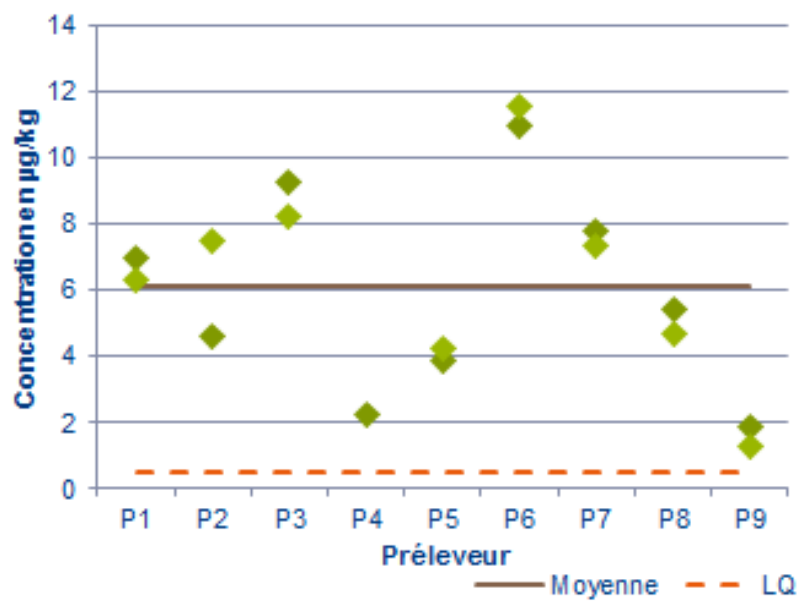
Difficulté de maîtriser l'homogénéité de l'échantillon

Variabilité dans la nature du sédiment => Variabilité sur les résultats

EIL Sédiments 2015

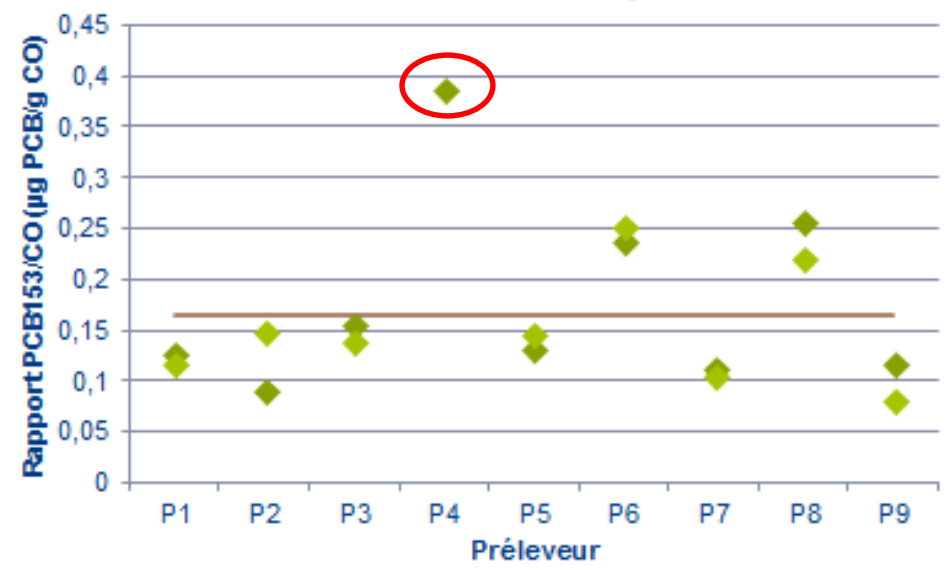
- Réduction de la variabilité par la normalisation par la teneur en carbone organique total

PCB 153



Variabilité : 100%

PCB 153 normalisé par CO



Variabilité : 48%

La normalisation permet de corriger (dans une certaine mesure) les variations des concentrations dues aux variations granulométriques

Recommandations opérationnelles

- Nécessité de bien s'approprier le site de prélèvement pour **localiser les dépôts fins** => échantillon plus homogène
- Importance de la maîtrise du prélèvement : nettoyage et rinçage **adapté** de **tout** le matériel utilisé (échantillonnage, prélèvement, conditionnement)
- Utilisation de matériel de prélèvement et de conditionnement adapté (**guide AQUAREF 2015**)
- **Suivi et bancarisation** des paramètres normalisateurs

Conclusions et perspectives

- **Besoin d'harmonisation** des pratiques de prélèvement des sédiments
- **Etudes AQUAREF** disponibles sur les prélèvements de sédiments et les risques de contamination
 - *Ex : Risque de contamination pour les phtalates*
- Recommandations AQUAREF formalisées dans **guides** régulièrement mis à jour
- **Suite : Harmonisation** des pratiques de prétraitement des sédiments → Essai d'intercomparaison des pratiques de prétraitement des sédiments humides (AQUAREF 2017-2018)

Merci de votre attention !

Bibliographie

- Lionard E., Schiavone S., Coquery, M. **(2012)**. Evaluation des risques de contamination liée au prélèvement et au pré-traitement des sédiments
<http://www.aquaref.fr/note-avancement-evaluation-des-risques-de-contamination-li%C3%A9e-au-pr%C3%A9l%C3%A8vement-et-au-pr%C3%A9-traitement-des>
- Lionard E., Dabrin A., Coquery M., Ghestem J-P., Botta F., Larrose A., Masson M. **(2015)**. Essai collaboratif sur l'échantillonnage des sédiments de rivière : résultats et recommandations
<http://www.aquaref.fr/essai-collaboratif-echantillonnage-sediments-riviere-resultats-recommandations>

Contacts Irstea : anice.yari@irstea.fr & marina.coquery@irstea.fr