

Retour d'expériences d'acteurs de la surveillance des rejets canalisés sur un essai d'inter comparaison « Échantillonnage d'eau de STEU »



Jean-François MOISAN (SIAAP), Philippe Guarini (AGLAE)

Lieu des essais : station SIAAP à Noisy-Le-Grand

(75 000 m³/ jour par temps sec et 100 000 m³/ jour par temps de pluie)

Participants	Organisme
Laboratoire central de la PP	Préfecture de police de Paris
Usine de Colombes	SIAAP
Usine de Seine Aval	SIAAP
Direction de l'Innovation	SIAAP
Usine de Noisy-Le Grand	SIAAP

Échantillonnages :

- automatisés
- moyens 24 heures asservis au temps (8h00- 8h00)
- entrée et sortie de STEU
- essais du 24 au 26 avril 2017



Chronologie :

- 24/04 : installation des préleveurs, en entrée et sortie STEU
- 25/04 : démarrage du prélèvement (à 8h00)
- 26/04 : collecte des échantillons (10L) et fractionnement en 2 flacons de 2L

Vérifications réalisées :

- purge effective
- vitesse d'aspiration ($>0,5\text{m/s}$)
- volume élémentaire (justesse et répétabilité)
- volume prélevé
- température.



Point de prélèvement n°1 :

- entrée station, sur la terrasse du dessableur – déshuileur
- MES : 200 - 400 mg/l

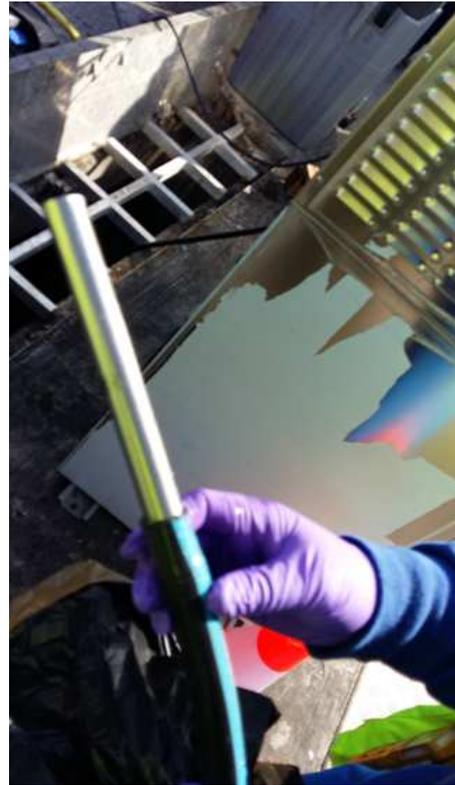
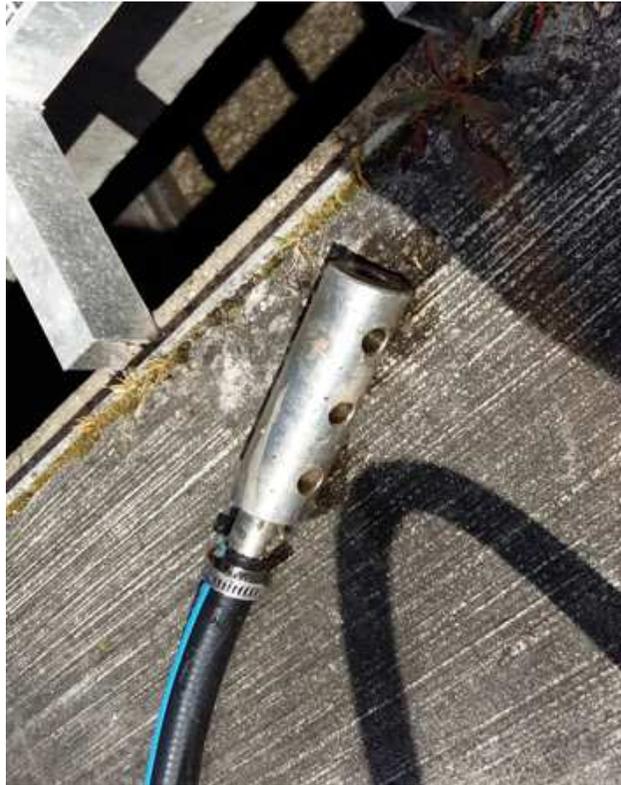


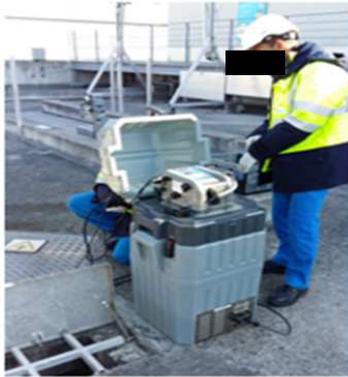
Point de prélèvement n°2 :

- sortie station
- MES : 10 - 50 mg/l



Crépines utilisées





SD900 (portable)



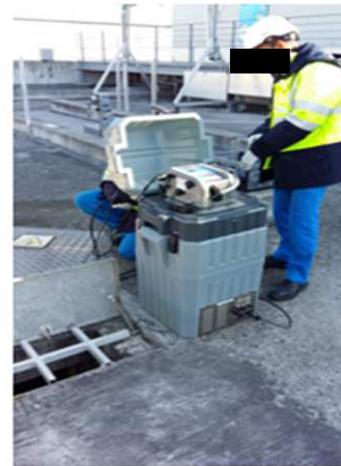
BL4011 (poste fixe)



ISCO Avalanche



Bol pour la pompe à vide



Préleveur à pompe péristaltique

Difficultés rencontrées



Crépine bouchée



Tuyau bouché

Vérification du volume prélevé



Balance



Flacon plein



Flacon vide

Différents modes de fractionnement

Méthode 1 (manuelle) :

- Homogénéiser
- Remplir $\frac{1}{3}$ du 1^{er} flacon
- Homogénéiser
- Remplir jusqu'au $\frac{2}{3}$ du 1^{er} flacon
- Homogénéiser
- Remplir le 1^{er} flacon
- Recommencer pour le 2^{ème} flacon



Différents modes de fractionnement

Méthode 2 (manuelle) :

- Homogénéiser
- Remplir $\frac{1}{3}$ des 2 flacons
- Homogénéiser
- Remplir jusqu'au $\frac{2}{3}$ des 2 flacons
- Homogénéiser
- Remplir les 2 flacons



Différents modes de fractionnement

Méthode 3 (manuelle) :

- Transférer l'échantillon dans un flacon qui permet une homogénéisation plus simple
- Homogénéiser en roulant le flacon
- Remplir le 1^{er} flacon
- Homogénéiser en roulant le flacon
- Remplir le 2^{ème} flacon



Différents modes de fractionnement

Méthode 4 (mécanique) :

L'échantillon est maintenu sous agitation avec une pale d'agitation, pendant le transfert des fractions dans les flacons d'analyse à l'aide d'une pompe péristaltique.



Exploitation statistique des données:

- ☞ pour évaluer la sur-dispersion des résultats de mesures induite par la phase de prélèvement
- ☞ pour repérer d'éventuels effets de facteurs liés à la méthode de prélèvement

Rappel du plan de l'essai:

- ☞ prélèvement moyenné 24 heures inféodé au temps d'un volume de 10 litres
- ☞ constitution de 2 sous-échantillons de 2 litres
- ☞ analyse en double (répliques) de 10 paramètres
- ☞ ceci par un seul laboratoire
- ☞ et dans des conditions de répétabilité
- ☞ collecte de métadonnées

Paramètre	méthode d'analyse
Matières en suspension	NF EN 872
Azote Ammonical	NF EN ISO 11732
Azote Nitreux	NF EN ISO 13395
Azote Nitrique	NF EN ISO 13395
Orthophosphates	NF EN ISO 15681-2
ST-DCO	ISO 15705
Calcium	NF EN ISO 11885
Potassium	NF EN ISO 11885
Magnésium	NF EN ISO 11885
Sodium	NF EN ISO 11885

Méthode d'exploitation statistique:

- ➡ ANOVA
- ➡ pour mesurer séparément l'effet 'prélèvement' et l'effet 'sous-échantillonnage'

Survenue de trois aléas lors de l'essai:

- ➡ incident électrique (sur le point 'eau brute') pour un participant
- ➡ bouchage de crépine (sur le point 'eau brute') pour un autre
- ➡ non réalisation des mesures répétées

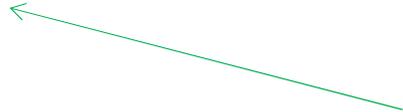
Une limite inévitable:

- ➡ petit nombre de participants

Méthode d'exploitation statistique:

- ➡ ANOVA
- ➡ pour mesurer séparément l'effet 'prélèvement' et l'effet 'sous-échantillonnage'

sans confusion
avec l'effet
'analyse'



Survenue de trois aléas lors de l'essai:

- ➡ incident électrique (sur le point 'eau brute') pour un participant
- ➡ bouchage de crépine (sur le point 'eau brute') pour un autre
- ➡ non réalisation des mesures répétées

Une limite inévitable:

- ➡ petit nombre de participants

Méthode d'exploitation statistique:

- ➡ ANOVA
- ➡ pour mesurer séparément l'effet 'prélèvement' et l'effet 'sous-échantillonnage'

Survenue de trois aléas lors de l'essai:

- ➡ incident électrique (sur le point 'eau brute') pour un participant
 - ➡ bouchage de crépine (sur le point 'eau brute') pour un autre
 - ➡ non réalisation des mesures répétées
- } ← mais ce sont là des incidents communs sur eaux chargées

Une limite inévitable:

- ➡ petit nombre de participants

Méthode d'exploitation statistique:

- ☞ ANOVA
- ☞ pour mesurer séparément l'effet 'prélèvement' et l'effet 'sous-échantillonnage'

Survenue de trois aléas lors de l'essai:

- ☞ incident électrique (sur le point 'eau brute') pour un participant
 - ☞ bouchage de crépine (sur le point 'eau brute') pour un autre
 - ☞ **non réalisation des mesures répétées**
- mais ce sont là des incidents communs sur eaux chargées

Une limite inévitable:

- ☞ petit nombre de participants

avec deux conséquences:

- impossibilité de séparer l'effet 'sous-échantillonnage' de l'incertitude analytique
- perte de puissance

Méthode d'exploitation statistique:

- ☞ ANOVA
- ☞ pour mesurer séparément l'effet 'prélèvement' et l'effet 'sous-échantillonnage'

Survenue de trois aléas lors de l'essai:

- ☞ incident électrique (sur le point 'eau brute') pour un participant
 - ☞ bouchage de crépine (sur le point 'eau brute') pour un autre
 - ☞ **non réalisation des mesures répétées**
- mais ce sont là des incidents communs sur eaux chargées

Une limite inévitable:

- ☞ petit nombre de participants

avec deux conséquences:

- ~~impossibilité de séparer l'effet 'sous échantillonnage' de l'incertitude analytique~~
- perte de puissance

compensée par l'utilisation
des estimations de
l'incertitude de mesure du
laboratoire

Méthode d'exploitation statistique:

- ☞ ANOVA
- ☞ pour mesurer séparément l'effet 'prélèvement' et l'effet 'sous-échantillonnage'

Survenue de trois aléas lors de l'essai:

- ☞ incident électrique (sur le point 'eau brute') pour un participant
- ☞ bouchage de crépine (sur le point 'eau brute') pour un autre
- ☞ non réalisation des mesures répétées

Une limite inévitable:

- ☞ petit nombre de participants ← les essais futurs permettront d'aller plus loin

Exploitation statistique des données:

☞ pour évaluer la sur-dispersion des résultats de mesures induite par la phase de prélèvement

paramètre	niveau concentration	CV% observé	Effet préleveur	Effet sous-échantillonnage	CVR% analyse
MES	13,6 mg.L ⁻¹	8%	non	non	7,5 %
ST-DCO	33,70 mg d'O ₂ .L ⁻¹	3,5 %	non	non	9,5 %
N-NH ₄ ⁺	1,028 mg.L ⁻¹	6,5 %	non	oui	9 %
N-NO ₃ ⁻	6,02 mg.L ⁻¹	6,5%	non	non	5 %
N-NO ₂ ⁻	0,38 mg.L ⁻¹	(0 %)	non	non	4,5 %
P-PO ₄ ³⁻	<0,10 mg.L ⁻¹	-	-	-	-
Ca ²⁺	134,10 mg.L ⁻¹	3 %	non	<i>oui</i>	5,5 %
K ⁺	20,44 mg.L ⁻¹	3%	non	<i>oui</i>	6 %
Mg ²⁺	14,76 mg.L ⁻¹	3 %	non	<i>oui</i>	5 %
Na ⁺	69,16 mg.L ⁻¹	3 %	non	<i>oui</i>	5 %

Sur eau de sortie

Exploitation statistique des données:

☞ pour évaluer la sur-dispersion des résultats de mesures induite par la phase de prélèvement

paramètre	niveau concentration	CV% observé	Effet préleveur	Effet sous-échantillonnage	CVR% analyse
MES	13,6 mg.L ⁻¹	8%	non	non	7,5 %
ST-DCO	33,70 mg d'O ₂ .L ⁻¹	3,5 %	non	non	9,5 %
N-NH ₄ ⁺	1,028 mg.L ⁻¹	6,5 %	non	oui	9 %
N-NO ₃ ⁻	6,02 mg.L ⁻¹	6,5%	non	non	5 %
N-NO ₂ ⁻	0,38 mg.L ⁻¹	(0 %)	non	non	4,5 %
P-PO ₄ ³⁻	<0,10 mg.L ⁻¹	-	-	-	-
Ca ²⁺	134,10 mg.L ⁻¹	3 %	non	<i>oui</i>	5,5 %
K ⁺	20,44 mg.L ⁻¹	3%	non	<i>oui</i>	6 %
Mg ²⁺	14,76 mg.L ⁻¹	3 %	non	<i>oui</i>	5 %
Na ⁺	69,16 mg.L ⁻¹	3 %	non	<i>oui</i>	5 %

Sur eau de sortie

Conclusion:
prélèvement
quasi sans
effet

Exploitation statistique des données:

☞ pour évaluer la sur-dispersion des résultats de mesures induite par la phase de prélèvement

paramètre	niveau concentration	CV% observé	Effet préleveur	Effet sous-échantillonnage	CVR% analyse
MES	361,5 mg.L ⁻¹	13%	oui	non	7,5 %
ST-DCO	742,4 mg d'O ₂ .L ⁻¹	9,5 %	oui	oui	4,5 %
N-NH ₄ ⁺	53,68 mg.L ⁻¹	6,5 %	oui	non	4,5 %
N-NO ₃ ⁻	<0,40 mg.L ⁻¹	-	-	-	-
N-NO ₂ ⁻	<0,02 mg.L ⁻¹	-	-	-	-
P-PO ₄ ³⁻	4,00 mg.L ⁻¹	4,5 %	<i>oui</i>	non	3 %
Ca ²⁺	149,8 mg.L ⁻¹	3 %	non	non	5,5 %
K ⁺	20,65 mg.L ⁻¹	2 %	non	<i>oui</i>	6 %
Mg ²⁺	15,72 mg.L ⁻¹	3 %	non	<i>oui</i>	5 %
Na ⁺	69,96 mg.L ⁻¹	5,5 %	<i>oui</i>	<i>oui</i>	5 %

Sur eau
brute

Exploitation statistique des données:

☞ pour évaluer la sur-dispersion des résultats de mesures induite par la phase de prélèvement

paramètre	niveau concentration	CV% observé	Effet préleveur	Effet sous-échantillonnage	CVR% analyse
MES	361,5 mg.L ⁻¹	13%	oui	non	7,5 %
ST-DCO	742,4 mg d'O ₂ .L ⁻¹	9,5 %	oui	oui	4,5 %
N-NH ₄ ⁺	53,68 mg.L ⁻¹	6,5 %	oui	non	4,5 %
N-NO ₃ ⁻	<0,40 mg.L ⁻¹	-	-	-	-
N-NO ₂ ⁻	<0,02 mg.L ⁻¹	-	-	-	-
P-PO ₄ ³⁻	4,00 mg.L ⁻¹	4,5 %	<i>oui</i>	non	3 %
Ca ²⁺	149,8 mg.L ⁻¹	3 %	non	non	5,5 %
K ⁺	20,65 mg.L ⁻¹	2 %	non	<i>oui</i>	6 %
Mg ²⁺	15,72 mg.L ⁻¹	3 %	non	<i>oui</i>	5 %
Na ⁺	69,96 mg.L ⁻¹	5,5 %	<i>oui</i>	<i>oui</i>	5 %

Sur eau brute

Conclusion:
effet significatif **mais limité** sur le particulaire

Exploitation statistique des données:

☞ pour repérer d'éventuels effets de facteurs liés à la méthode de prélèvement

Trois effets ont été détectés sur eau brute:

- ☞ lien entre la température de l'enceinte du préleveur et la teneur en N-NH_4^+
- ☞ lien entre la température de l'enceinte du préleveur et la ST-DCO
- ☞ lien entre le type de pompe de prélèvement et la ST-DCO

Exploitation statistique des données:

☞ pour repérer d'éventuels effets de facteurs liés à la méthode de prélèvement

Trois effets ont été détectés sur eau brute:

- ☞ lien entre la **température** de l'enceinte du préleveur et la teneur en **N-NH₄⁺**
- ☞ lien entre la **température** de l'enceinte du préleveur et la **ST-DCO**
- ☞ lien entre le type de pompe de prélèvement et la ST-DCO

température / N-NH₄⁺

- dans la tolérance 5°C ± 3
- chute significative de 2,4 mg.L⁻¹ quand la température augmente de 1°C
- hypothèse: cinétique de nitrification bactérienne de NH₄⁺

température / ST-DCO

- dans la tolérance 5°C ± 3
- augmentation significative de 41 mg d'O₂.L⁻¹ quand la température augmente de 1°C
- hypothèse: cinétique de réduction bactérienne des sulfates en sulfures

Exploitation statistique des données:

☞ pour repérer d'éventuels effets de facteurs liés à la méthode de prélèvement

Trois effets ont été détectés sur eau brute:

- ☞ lien entre la température de l'enceinte du préleveur et la teneur en N-NH_4^+
- ☞ lien entre la température de l'enceinte du préleveur et la ST-DCO
- ☞ lien entre le **type de pompe** de prélèvement et la **ST-DCO**

type de pompe / ST-DCO

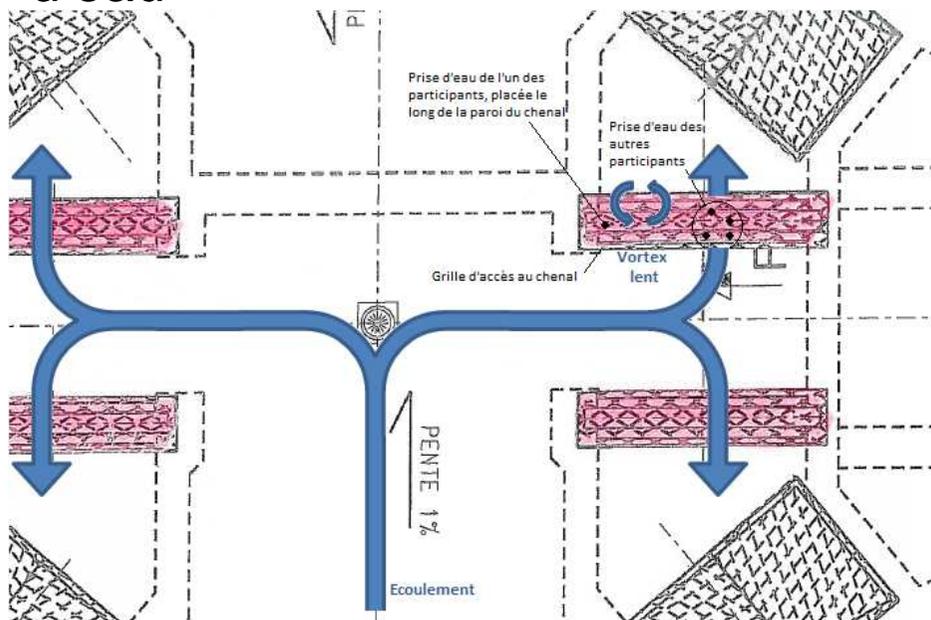
- 100 mg d' $\text{O}_2 \cdot \text{L}^{-1}$ de différence entre les utilisateurs de pompes péristaltiques et les utilisateurs de pompes à vide
- pompes péristaltiques > pompes à vide
- hypothèses: perte de COV avec les pompes à vide + disparité d'aspiration des MES

Exploitation statistique des données:

☞ pour repérer d'éventuels effets de facteurs liés à la méthode de prélèvement

A noter également:

☞ observation intéressante sur le positionnement de la crépine dans la masse d'eau

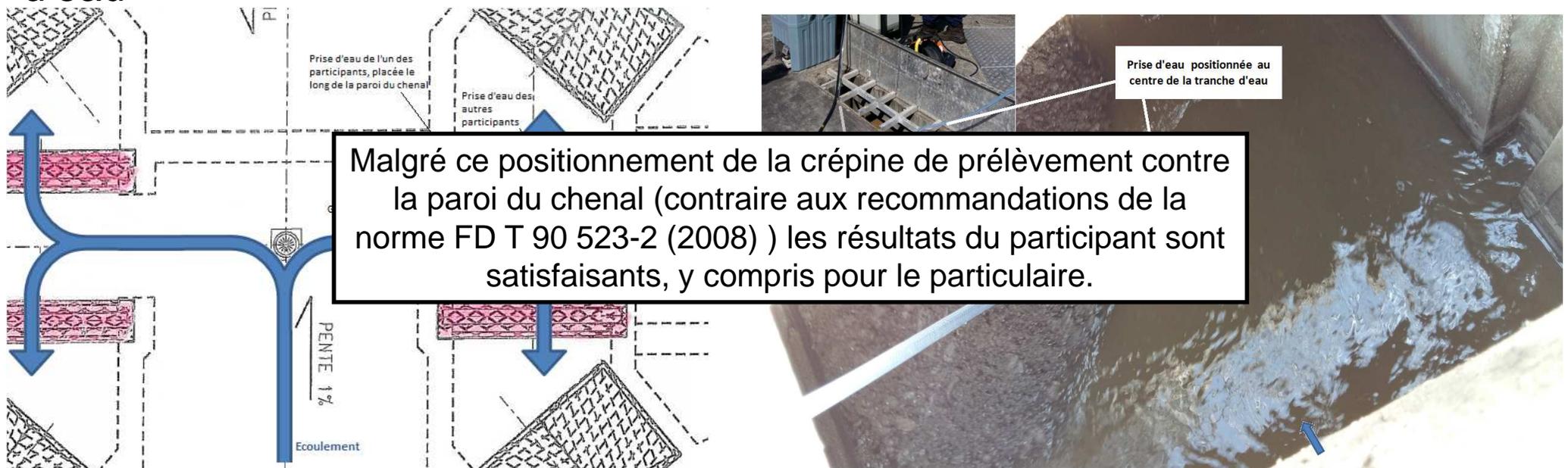


Exploitation statistique des données:

☞ pour repérer d'éventuels effets de facteurs liés à la méthode de prélèvement

A noter également:

☞ observation intéressante sur le positionnement de la crépine dans la masse d'eau



Conclusion

La portée de cet essai est modeste (nombre restreint de participants) ...

... mais cet essai permet de démontrer que l'incertitude associée aux prélèvements en eaux résiduaires canalisées n'est pas aussi importante qu'on pourrait le supposer.

A l'évidence, la variabilité des pratiques (notamment pour le sous-échantillonnage) n'engendre pas de disparités importantes des résultats.

Cet essai a permis de mettre le doigt sur:

- un effet (à confirmer) de la température des enceintes réfrigérées des préleveurs pour deux paramètres
- un effet possible du type de pompe pour un paramètre

Le SIAAP a la volonté de réitérer cet essai interlaboratoires « prélèvement ».

Merci pour votre attention