

N. Guigues, J. Cabillic, S. Raveau (LNE) B. Lepot, C. Ferret, N. Marescaux (INERIS)







Etude réalisée par







dans le cadre du programme



soutenue par



Avec la participation matérielle de

OTT France
S::can France
SWAN instruments d'analyse France
METROHM France
DATALINK
SERES Environnement
PROANATEC
SHIMADZU France
ENDRESS+ HAUSER SAS











Programme

- Contexte de l'étude
- Conception des essais
- Protocoles mis en œuvre en conditions maîtrisées et en conditions réelles
- Résultats
- Conclusion et perspectives









CONTEXTE DE L'ETUDE

N. Guigues, J. Cabillic, S. Raveau (LNE) B. Lepot, C. Ferret, N. Marescaux (INERIS)







Depuis plusieurs années :

- Large développement des instruments de mesure en continu et implantation sur site
- Environnement/eau
 - Stations d'alerte de la ressource en eau potable
- Stations de surveillance / connaissance du fonctionnement des milieux

Buts recherchés:

Disposer d'informations sur :

- l'évolution en temps réel des mesures
- les tendances à court et long terme







Bénéfices de l'utilisation de la mesure en continu :





Etude E&Y sur les « Intérêts technico – économiques de l'analyse en continu de la qualité de l'eau et des milieux au regard des pratiques actuelles » - Exemple de la qualité des eaux de surfaces

- Responsabilisation des acteurs, traçabilité du pollueur en cas de pollution,
- Meilleure réactivité et anticipation de pollutions,
- Meilleure connaissance de la ressource : fonctionnement, mesure des impacts, détection de phénomènes non visibles avec une mesure ponctuelle
- Priorisation et optimisation des actions lors de la remise en bon état des cours d'eau
- Motivation d'actions correctives et incitation à la performance









Freins identifiés pour l'utilisation de la mesure en continu :

- Projet Européen SWIFT-WFD (2003 2006): méthodes alternatives pour la surveillance des masses d'eau
 - ➤ Absence de validation, de certification, de normes et d'outils de contrôle qualité
 - ➤ Niveau de fiabilité perçu comme a priori moins bon que les méthodes traditionnelles
 - > Absence de réglementation incitant leur utilisation
 - ➤ Niveau d'information sur les conditions et protocoles d'utilisation jugé insuffisant
 - Difficultés d'interprétation des résultats (nouvelle expertise)





LNE

INERIS

- Etude E&Y sur les « Intérêts technico économiques de l'analyse en continu de la qualité de l'eau et des milieux au regard des pratiques actuelles » (2013)
 - La capacité d'analyse des polluants et le niveau d'incertitude de la mesure (facteurs non discriminants dans le cadre d'une application pour l'alerte ou de contrôle in situ).
 - ➤ L'adaptation des technologies au milieu, avec notamment de forts besoins de maintenance simplifiée, d'autonomie énergétique, et d'infrastructures de fonctionnement.
 - ➤ L'absence de réglementation et de normes ad hoc qui n'incite pas les industriels à investir dans des solutions technologiques pourtant reconnues.







Avantages et inconvénients de la mesure en continu :



- Bonne représentativité du fait de la haute fréquence des mesures
- Réactivité importante pour le suivi de process : mesure en temps réel
- Pas d'échantillon à gérer
- Une offre sur le marché satisfaisante d'instruments de mesure pour les paramètres physico-chimiques tels que nutriments, turbidité, matière organique, pH, conductivité, oxygène dissous
- Pas ou peu d'instruments disponibles pour les micropolluants (hormis les métaux)
- Nécessité d'évaluer les performances en conditions réelles

Contexte DCE









Surveillance du milieu aquatique DCE, guide européen CIS n°19

Méthodes « classiques »

Méthodes alternatives dont la mesure en continu

Méthode validée Normes existantes Contrôle qualité

Absence de validation Absence de normes Absence d'outils de contrôle qualité

Niveau d'information sur conditions et protocoles Restitution de l'éta le des performances on = insuffisant







}





Travaux Aquaref 2012-2013

- Panorama de l'existant et retour d'expérience sur les capteurs et analyseurs en ligne pour la mesure des paramètres physico-chimiques dans l'eau
- Note de synthèse sur la méthode de sélection d'un capteur
- Synthèse sur les protocoles d'évaluation des performances des capteurs et analyseurs pour la mesure en continu ou la mesure ponctuelle sur site des paramètres physicochimiques dans l'eau

Livrables publics accessibles sur www.aquaref.fr











Etude Aquaref 2013-2015

Objectifs

Normalisation : vérifier l'applicabilité des protocoles de performances du prEN16479-2

Bancariser des données de performances en vue de fiabiliser les méthodes

Déroulement

- 2013 : Définition de protocoles d'évaluation des performances
- 2014 : Choix du site et des instruments
- 2015 : Evaluation des performances en conditions laboratoire et sur site











- Paramètres sélectionnés :
 - D'intérêt pour la DCE : paramètres supportant la biologie
 - Pour lesquels il y a un manque de données sur les performances

Nutriments: ammonium, nitrates, nitrites, orthophosphates, azote total, phosphore total

Matière organique : COT, CDOM

Gammes de concentration ciblées :

En accord avec la réglementation (potabilisation, surveillance cours d'eau, rejets)







Intérêt de réaliser ce type d'étude





POUR LES UTILISATEURS

- Choix des instruments de mesure : vérifier l'adéquation entre les objectifs de surveillance et les performances des instruments de mesure
- Répondre à la directive QA/QC
 U (k=2) : ≤ 50% à la NQE
- LQ : ≤ 30% de la NQE

POUR LES FABRICANTS D'INSTRUMENTS

- Organisation des essais en conditions réelles pris en charge
- Promotion des instruments au regard de leurs performances pour une application visée









CONCEPTION DES ESSAIS

N. Guigues, J. Cabillic, S. Raveau (LNE) B. Lepot, C. Ferret, N. Marescaux (INERIS)











Quelles performances à évaluer ? Quels protocoles utiliser ? Quels instruments de mesure ? Quel site ?



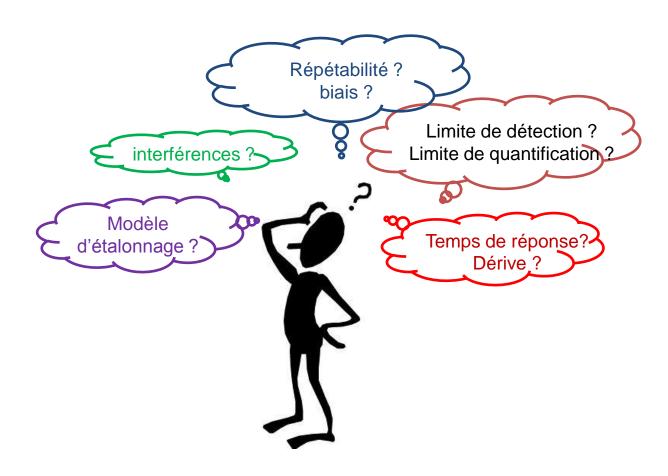








Quelles performances à évaluer ?











1. Evaluation des performances en conditions maîtrisées (au laboratoire)



2. Validation des performances évaluées en conditions maîtrisées par un essai sur site en conditions réelles











Performances retenues

Au laboratoire	Sur site (3 mois en continu)
Biais*	Biais
Répétabilité*	Erreur*
Linéarité*	Répétabilité
Sensibilité (si possible)	Fidélité intermédiaire
	Sensibilité (si possible)
	Dérive*
	Taux de fonctionnement*

^{*} Inclus et conforme au prEN16479-2











Quels protocoles d'évaluation de performances?

Différentes sources potentielles :

- ➤ Normalisation AFNOR, CEN, ISO
- > MCERT UK
- >US EPA ETV et autres programmes ETV
- >ACT US (Alliance for Coastal Technologies)

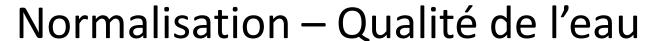














International - ISO TC147

ISO 15839:2005

Matériels d'analyse/capteurs directs pour l'eau – spécifications et essais de performance



Européen - CEN TC230

prEN 16479-2

Exigence de performance et protocole d'essais de validation pour les matériels de surveillance de la qualité des eaux – Partie 2 : Analyseurs en ligne et analyseurs portables

National – T90L

T90-554

Matériels d'analyse/capteurs directs pour la mesure de faible turbidité spécifications et essais de performance Restitution de l'étude des performances











Quels instruments de mesure ?

Démarche suivie :

- Liste d'instruments de mesure
 - À partir du Panorama AQUAREF 2012
- Sélection des fabricants / distributeurs à contacter
 - Environ 20 fabricants contactés en novembre 2014

9 fabricants ont répondu positivement pour participer aux essais Aquaref





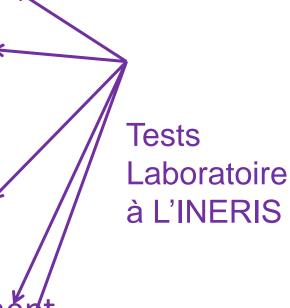






- DataLink
- Endress Hauser
- Metrohm
- OTT
- Proanatec
- S::can
- Seres Environnement
- Shimadzu
- SWAN



















YSI (LNE)









S::can

Restitution de l'étude des performances des capteurs 2013-2015



SWAN













stratt





























Seres Environnement

Restitution de l'étude des performances des capteurs 2013-2015

DataLink

12























INERIS

subtur la risque
pour se dévelopment direkte



Principe de mesure	NH4	NO3
Sonde in situ – ISE	3	3
Sonde In situ – UV	0	3
Analyseur – ISE	1	1
Analyseur – UV	2	2
Analyseur – colorimétrie	4	0
Analyseur - ionométrie	0	1
TOTAL	10	10











Principe de mesure	PO4 / Ptot	СОТ
Sonde in situ – ISE	0	0
Sonde In situ – UV	0	4
Analyseur – ISE	0	0
Analyseur – UV		2
Analyseur – colorimétrie	5	0
Analyseur - ionométrie	0	0
Analyseur – Combustion / oxydation	0	3
TOTAL	5	9







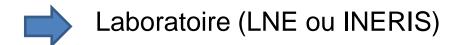
Assurance, transport et installation





- Assurance des dispositifs
 - Contrat de prêt fabricant /INERIS

- Transport et installation des dispositifs
 - À la charge des fabricants





Du laboratoire (LNE ou INERIS) vers le site











Choix du site

- Exigences techniques
 - Accès au site
 - Site privé afin de limiter le vandalisme,
 - Possibilité d'installer un bungalow équipé,
 - Accès proche du LNE et INERIS pour optimiser les temps de trajets lors des campagnes de mesure.
 - Déploiement des instruments
 - Possibilité d'installer plusieurs dispositifs de mesure en continu dans de bonnes conditions de déploiement.









Exigences techniques

- Caractéristiques du milieu
 - Données historiques sur les paramètres retenus ainsi que les métadonnées (débit, température, conductivité, oxygène),
 - Gammes de concentration attendue : composés phosphorés, composés azotés et matière organique.





LNE

Site retenu:



Station de pompage de l'INERIS à Verneuil en Halatte (60)



















Aménagement du site retenu









Données entre 2011 et 2014 à la station de Creil sur l'Oise

	рН	Conductivit é à 25°C en µS/cm	Oxygène dissous mg/l	Ammonium mg/l NH4	Nitrates mg/l NO3	Nitrites mg/l NO2	Phosphate mg/I PO4	COD mg/l
Moyenne	7.90	611	10.8	0.09	20.0	0.10	0.20	3.21
Ecart-type	0.21	62	1.74	0.05	2.1	0.03	0.08	0.88
CV	3%	10%	16%	49%	10%	31%	37%	28%
Minimum	7.53	455	7.67	0.01	16.5	0.06	0.05	2.1
Maximum	8.21	711	15.2	0.19	24.1	0.16	0.34	5.17











Gammes de concentrations ciblées

Paramètre	Gamme de concentration visée
Nitrate NO ₃	0 – 100 mg(NO3)/L
Nitrites NO ₂	0 – 2 mg(NO2)/L
Ammonium NH ₄	0 – 10 mg(NH4)/L 0 – 1 mg(NH4)/L
Azote total Ntot	0 – 3 mg(N)/L
Orthophosphates PO ₄	0 – 3 mg(PO4)/L
Phosphore total Ptot	0 – 3 mg(P)/L
Carbone organique COT	0 – 20 mg(C)/L

Adéquation avec la variabilité de l'eau de rivière

Adéquation avec les gammes des instruments sélectionnés

Adéquation avec la réglementation