

SGT 1 : Homogénéisation lors du conditionnement

B. LEHOT
INERIS



OBJECTIF



Définir une méthodologie d'homogénéisation et de distribution de l'effluent collecté en vue de réaliser un échantillonnage représentatif de l'effluent en limitant le risque de contamination et/ou adsorption et d'assurer la qualité des données de concentrations obtenues

C'est-à-dire : Constituer des sous-échantillons provenant d'un même échantillon **de nature équivalente**

Mais attention : Ne pas contaminer l'échantillon

POURQUOI?



Pas de protocole de référence

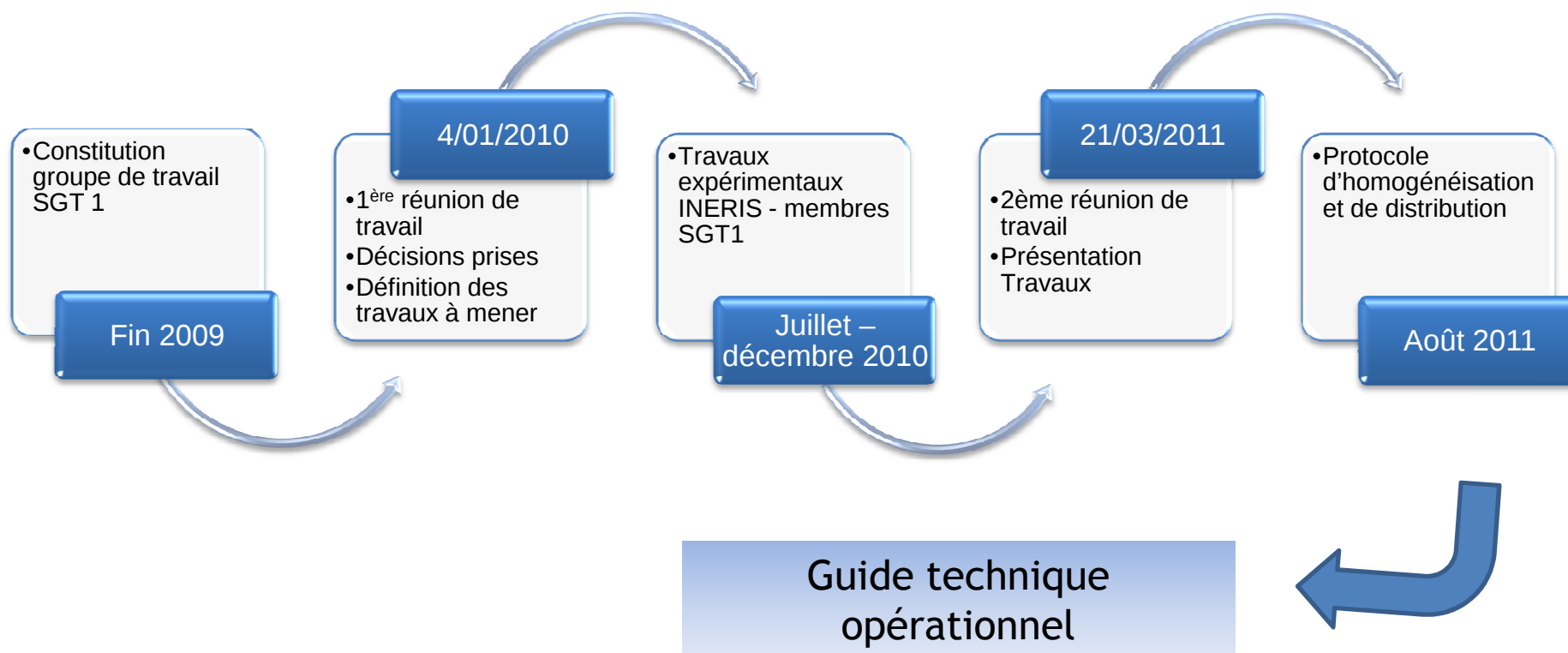
Chaque organisme préleveur utilise sa propre méthode : agitation manuelle ou mécanique, continue ou séquencée.

Méthodologie : sources d'erreurs ± importantes - eaux de rejets dont [MES] est élevée.

Bilan actuel		
RSDE	7% des rejets analysés : [MES]> 250mg/L	abattoirs, blanchisseries, industrie agroalimentaire, industrie du traitement cuirs et peau, lavage des citernes
STEU	Eaux amont	

Une analyse biaisée aura des conséquences économiques pour l'exploitant ou des incidences sur le milieu.

COMMENT?



DECISIONS PRISES (réunion 4/01/2010)



1. Exclusion formelle homogénéisation manuelle du volume collecté (environ 15-20 litres nécessaire dans le cadre des actions RSDE ou STEU)

- ✓ Sécurité de l'opérateur
- ✓ Homogénéisation partielle et discontinue durant la distribution du volume collecté dans les différents flacons destinés à l'analyse.
- ✓ Non représentativité du particulaire réparti dans les différents flacons
- ✓ Contamination en cas d'utilisation d'un corps extérieur impropre (morceaux de bois, tige métallique, ...)

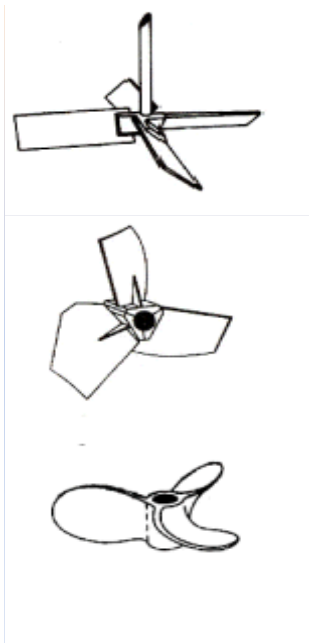
2. Définition travaux expérimentaux

- ✓ Rechercher :
 - o Système homogénéisation facilement transportable
 - o Flacon collecte large ouverture et de grand volume
- ✓ Tester plusieurs pales (positionnement, vitesse, forme,...)
 - o Matrice artificielle / Matrices réelles
- ✓ Tester plusieurs méthodologies de distribution
- ✓ Paramètres contrôlés : MES, COT

1. Recherche bibliographique

✓Etat des lieux hélices

✓sélectionner 2 ou 3 en fonction des caractéristiques des eaux de rejets (viscosité, densités des particules)



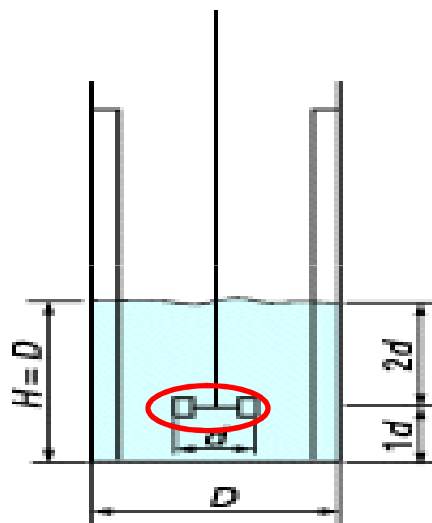
Quadripale rectangulaire ou hélice à 4 pales :
refoule la substance à mélanger du haut du récipient vers le bas. Forces de cisaillement locales.
Pour une plage de vitesse moyenne à élevée
Pour l'agitation de liquides de faible à moyenne viscosité
Diamètre 100 mm

Hélice tripale profilée :
agitation de fluide à forte viscosité (jusqu'à 4000 cp pour notre volume considéré)
Diamètre 100 mm

Hélice marine :
refoule la substance à mélanger du haut du récipient vers le bas. Forces de cisaillement minimales. Agitation de liquides de moyenne à haute viscosité
Diamètre 79 mm
Hélice sélectionnée suite aux retours d'expériences de Total (membre du SGT 1)

1. Recherche bibliographique

✓ Positionnement pâle



1/3 de la
largeur de la
cuve

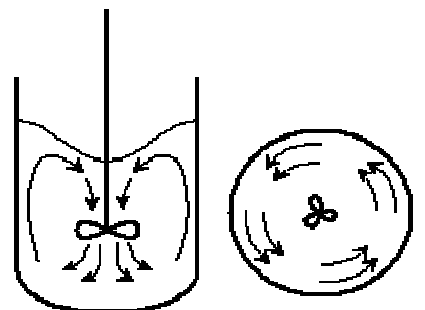
Pour une cuve standard (Rushton) :

- diamètre de la cuve = hauteur du liquide, soit $D = H$;
- diamètre du mobile d'agitation $d = D / 3$;
- hauteur du mobile par rapport au fond de la cuve $Y = d = D/3$;
- chicanes de largeur $b = 10^{-1} D$ collées ou décollées de la paroi avec $b' = 2 \times 10^{-2} D$.

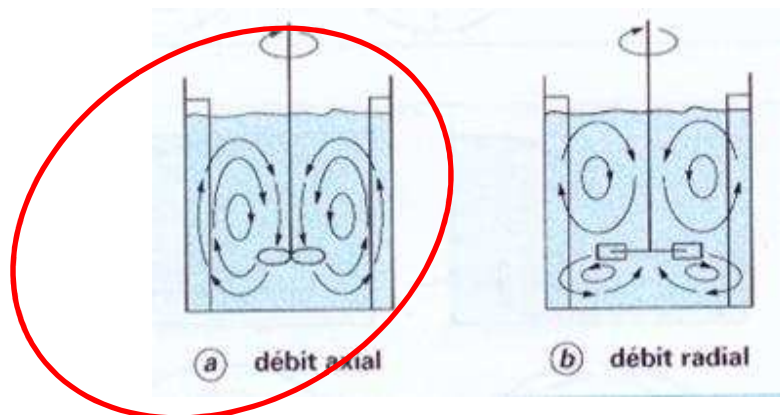
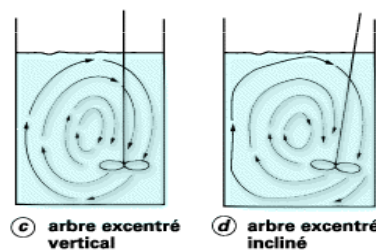
TRAVAUX EXPERIMENTAUX (juillet-décembre 2010)

1. Recherche bibliographique

✓ Amélioration à apporter au système d'agitation



Arbre incliné
: limite
l'effet vortex

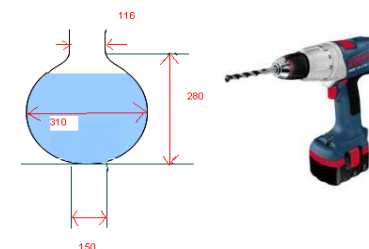


TRAVAUX EXPERIMENTAUX (juillet-décembre 2010)

2. Essais

✓ Matériel utilisé

Système d'homogénéisation	- Flacon collecteur en verre avec col large - Support ou pied accueillant la perceuse - Perceuse sans fil visseuse deviseuse [par exemple : caractéristiques : voltage 24V, Ampérage 1,7Ah, vitesse 0-360 tr/min, diamètre du mandarin 13mm] - Hélice de diamètre environ 100 mm
Système de distribution	- Tuyau de siphonage téflon $\varnothing_{\text{int}} = 13\text{mm}$ $\varnothing_{\text{ext}} = 15\text{mm}^*$ - Embout en silicone $\varnothing_{\text{int}} = 15\text{mm}$ $\varnothing_{\text{ext}} = 17\text{mm}^*$ - Système d'amorçage pour le siphonage (poire) - Pinces crocodiles pour fixer le tuyau de siphonage - X flacons destinés à l'analyse



✓ Méthodologie



TRAVAUX EXPERIMENTAUX (juillet-décembre 2010)



✓ Méthodologie

Méthodologie

- Sortir flacon collecteur du préleveur ou ouvrir le préleveur
- Installer support accueillant perceuse
- Fixer perceuse sur support
- Installer hélice nettoyée sur perceuse
- Régler hauteur de tige de l'hélice
- Incliner l'hélice pour homogénéisation optimale
- Plonger tuyau de siphonage en téflon, équipé du système d'amorçage au niveau de l'hélice, le fixer à l'aide des pinces crocodiles
- Mettre l'hélice sous agitation jusqu'à la naissance du vortex tout en veillant à ne pas en créer
- S'assurer que le tuyau de siphonage ne gêne en rien l'homogénéisation
- Laisser l'ensemble pour stabilisation durant plusieurs minutes
- Purger le tuyau de siphonage en soutirant 3 fois 500 mL
- Distribuer dans les flacons destinés à l'analyse tout en maintenant l'agitation du flacon collecteur

TRAVAUX EXPERIMENTAUX (juillet-décembre 2010)

2. Essais

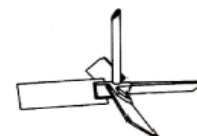
✓ Sur une **matrice artificielle**

- o Cellulose de microcristalline (NF EN 872)

- o 3 niveaux de concentration visés :
20 mg/L, 220 mg/L et 650 mg/L

- o 3 prélèvements (un par zone) et pour
chaque concentration

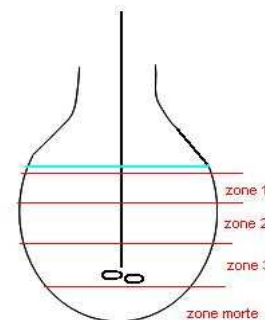
- o Mesures : MES



Flux radial



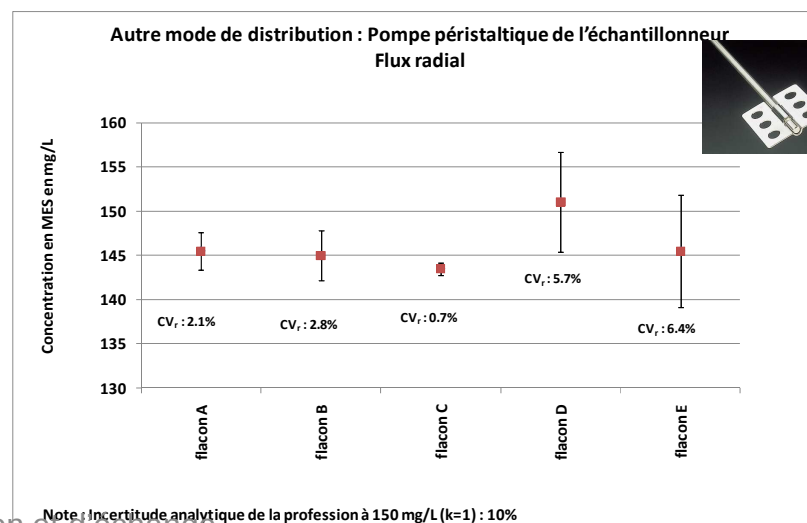
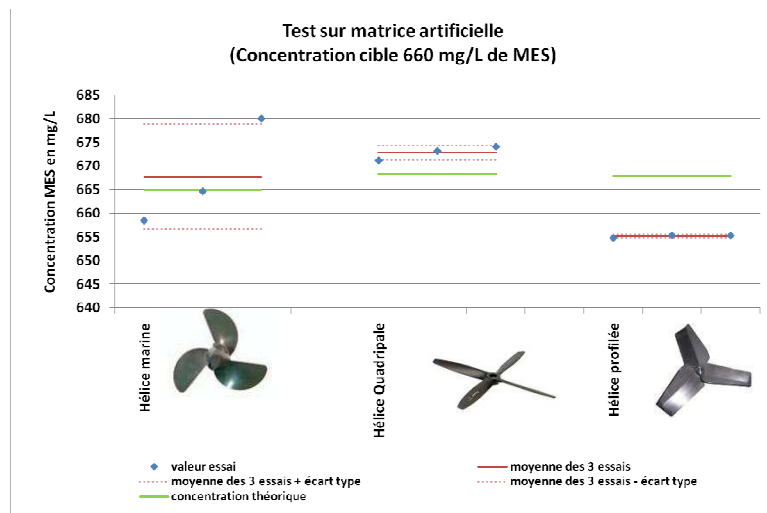
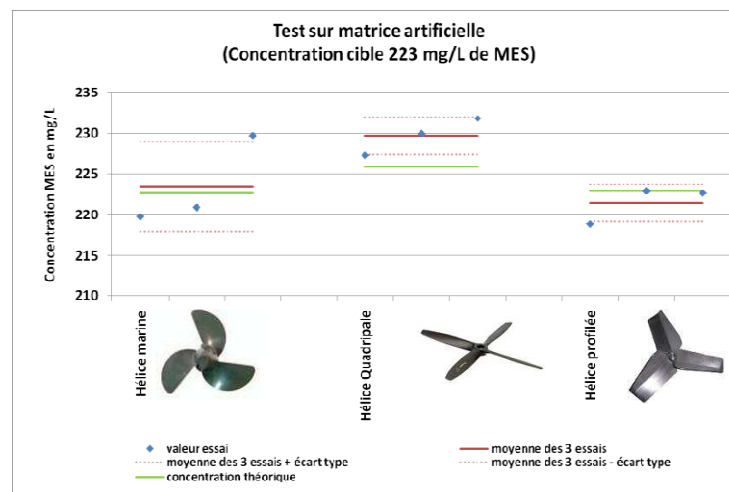
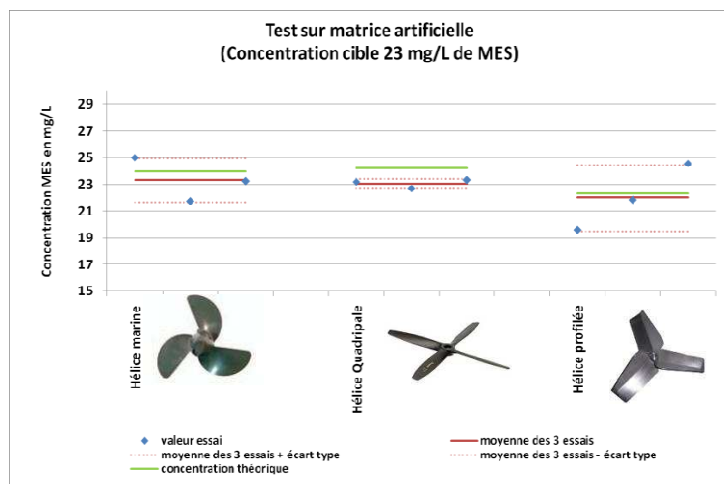
Flux axial



TRAVAUX EXPERIMENTAUX (juillet-décembre 2010)

2. Essais

✓ Sur une matrice artificielle : Sélectionner une hélice



Note : Incertitude analytique de la profession à 150 mg/L (k=1) : 10%

TRAVAUX EXPERIMENTAUX (juillet-décembre 2010)

✓ Sur une matrice artificielle : Sélectionner une hélice



GM, Cemagref,
ER, INERIS et LNE

Essais répétables



- CV_{rep} entre 0.05% et 2.44% (hors CV_{rep} [MES]= 23 mg/L pour hélice marine et profilée)
- Ecart inférieurs à 10%, conformes norme NF EN 872 (le rendement doit être compris entre 90% et 110%)
- Incertitude analytique élargie (approche contrôle interne selon XP T 90-220) : 10%
- CV_{rep} moyen obtenu (2,4% ) semble un peu plus élevé que ceux observés avec les hélices à flux axial : CV_{rep} : 1% () et CV_{rep} : 1% ()

hélice quadripale rectangulaire



TRAVAUX EXPERIMENTAUX (juillet-décembre 2010)

2. Essais

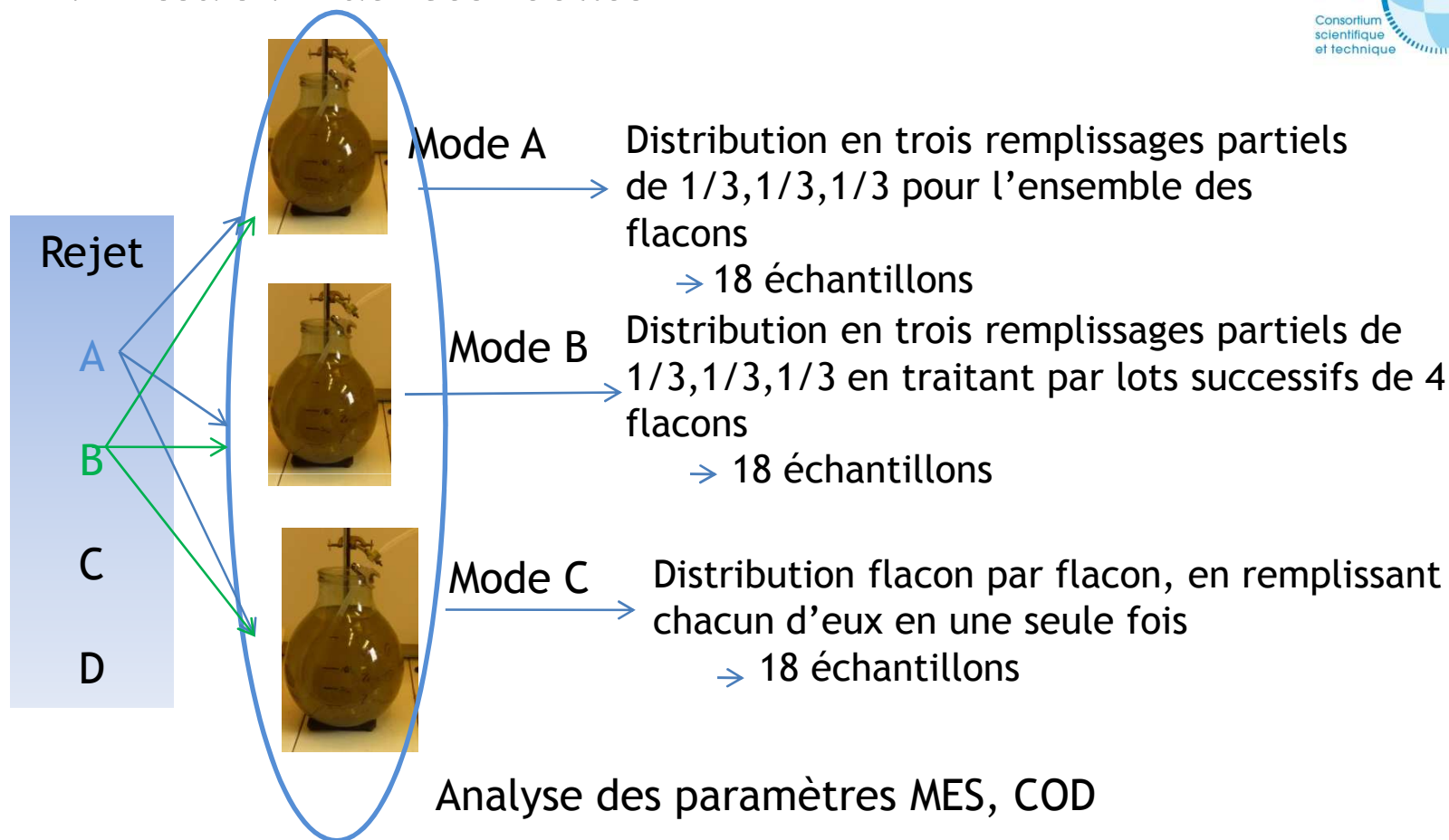
✓ Sur **matrices réelles**



Rejet	Secteur activité	Lieu de prélèvement du rejet	Analyses réalisées le jour du prélèvement	Commentaires
A	Agroalimentaire	Sortie station industrielle, prélèvement réalisé par prestataire retenu AELB et envoyé par transporteur à INERIS	Fournies par AELB : pH : 7,85 MES : 460 mg/L ST DCO : 1010 mg/L DBO5 : 380 mg/L Azote Kjeldahl : 32 mgN/L Phosphore total : 5 mgP/L Graisses : 150 mg/L	Fabrication beurre et fromage Station d'épuration industrielle équipée : dégraisseur, aération et ajustement du pH
B	Agroalimentaire 	Après étape de tamisage et dégrillage, avant bassin tampon, prélèvement réalisé par prestataire retenu AELB et envoyé par transporteur à INERIS	Fournies par AELB : pH : 4,65 MES : 1700 mg/L ST DCO : 2540 mg/L DBO5 : 2150 mg/L Azote Kjeldahl : 100 mgN/L Phosphore total : 28,6 mgP/L Graisses : 368 mg/L	Fabrication de sauces ou mayonnaise Traitement des eaux de rejets : tamisage, bassin tampon, dégraisseur, bassin d'oxydation
C	Agroalimentaire 	En sortie de la station de prétraitement, prélèvement réalisé par prestataire retenu AELB et envoyé par transporteur à INERIS	Fournies par AELB : pH : 7,74 MES : 970 mg/L DCO : 1570 mg/L DBO5 : 530 mg/L Azote Kjeldahl : 99 mgN/L Phosphore total : 18,4 mgP/L Graisses : 140mg/L	Fabrication de produits laitiers (yaourt, crème) Station de prétraitement des eaux de rejets (tamisage, bassin tampon aéré, flottateur lamellaire Rejet des effluents vers une station d'épuration communale
D	Station d'épuration mixte	Après décantation primaire (en amont du traitement secondaire par voie biologique), prélèvement réalisé par INERIS	MES : 108 mg/l COD : 110 mg/L	Station d'épuration mixte de 110 000 EH Eau urbaine et eau industrielle

TRAVAUX EXPERIMENTAUX (juillet-décembre 2010)

2. Essais : matrices réelles

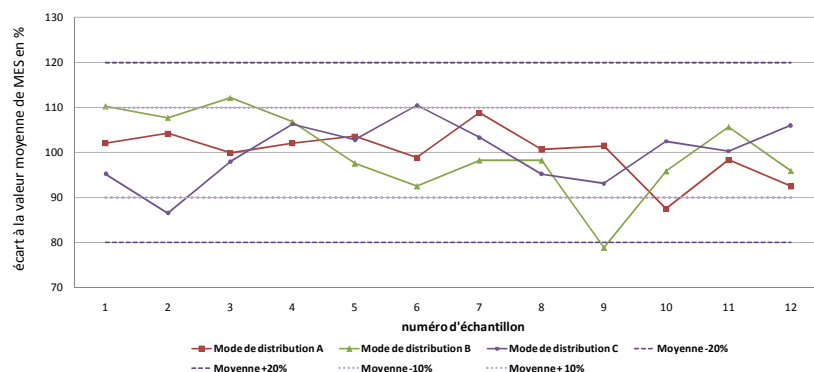


Mode A : $[4.5\% < CV_{rep} < 6.8\%]$
Mode B : $[1.4\% < CV_{rep} < 13.2\%]$
Mode C : $[6.4\% < CV_{rep} < 12.7\%]$

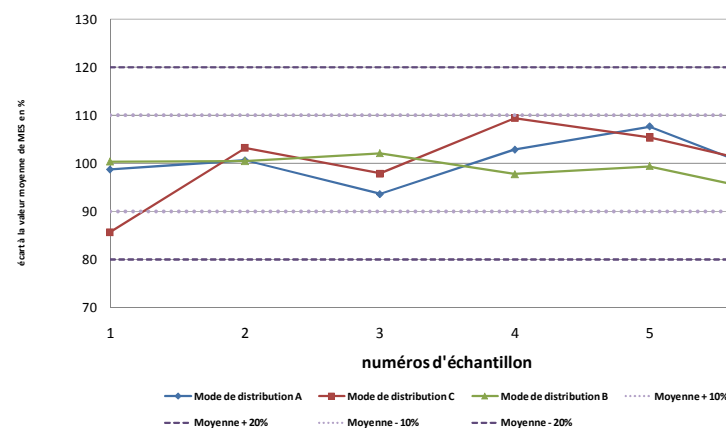
TRAVAUX EXPERIMENTAUX (juillet-décembre 2010)



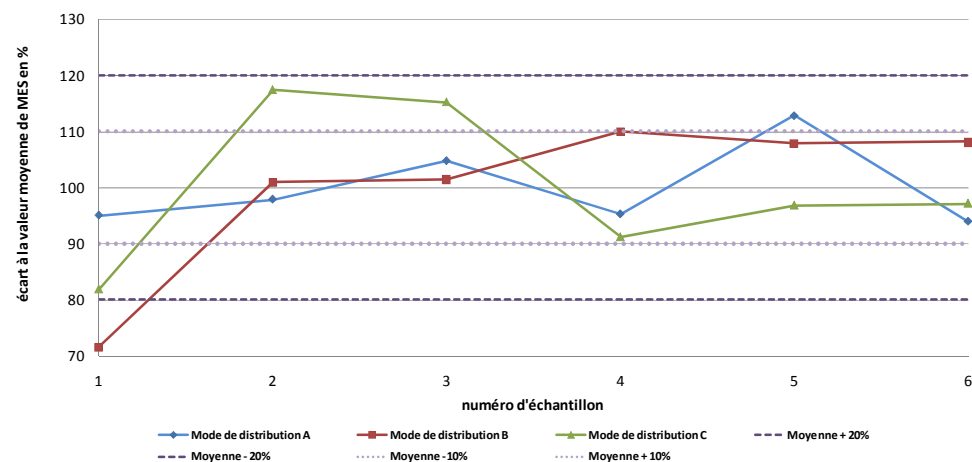
Comparaison des modes de distribution
Paramètre MES
Rejet A : Fabrication beurre et fromage



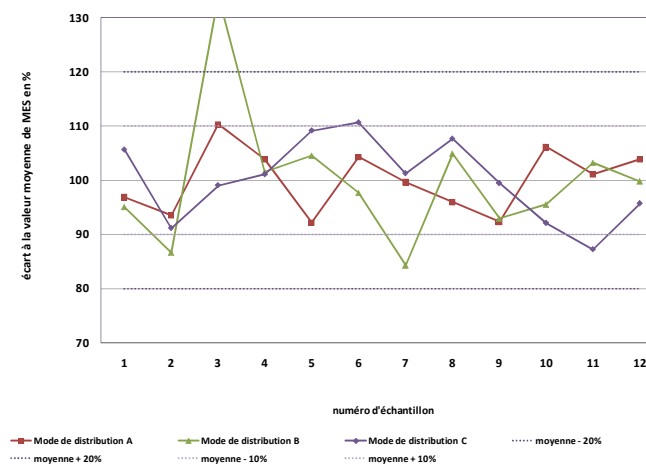
Comparaison des modes de distribution
Paramètre MES
Rejet B : Fabrication de sauces ou mayonnaise



Comparaison des modes de distribution
Paramètre MES
Rejet C : Fabrication de produits laitiers



Comparaison des modes de distribution
Paramètre MES
Rejet D : Station d'épuration mixte (sortie décanteur primaire)



TRAVAUX EXPERIMENTAUX (juillet-décembre 2010)



C'est l'approche « écart à la valeur moyenne » de chaque mode de distribution qui a été retenue, afin de les comparer. Il en ressort que :

- o quel que soit le mode de distribution mis en œuvre, les valeurs observées sur ces matrices réelles sont comprises entre 80% et 120% de la valeur moyenne pour le paramètre MES.

Les valeurs obtenues appartiennent à la zone d'acceptabilité (80%-120%) que les laboratoires d'analyses se fixent arbitrairement en absence de données statistiques sur le sujet (norme NFT90-210).

CONCLUSIONS / RECOMMANDATIONS SGT 1



Personnel

- o formé et sensibilisé aux risques de contamination et aux moyens de protection individuelle
- o concertation étroite entre le préleveur et le laboratoire afin d'assurer le bon déroulement des opérations d'échantillonnage et d'analyse et de minimiser le volume à collecter

Homogénéisation

- o manuelle : non autorisée
- o mécanique :
 - o hélices (flux axial) semblent fournir une meilleure homogénéisation.
 - o Diamètre hélice : brassage correct du volume collecté : 1/3 du diamètre ou de la largeur du flacon collecteur
 - o Nature de l'hélice : acier ou téflon



CONCLUSIONS / RECOMMANDATIONS SGT 1

Matériel et nature des matériaux

Système d'homogénéisation	- Flacon collecteur rond ou rectangulaire en verre avec col large* - Support ou pied accueillant la perceuse - Perceuse sans fil visseuse deviseuse [par exemple : caractéristiques : voltage 24V, Ampérage 1,7Ah, vitesse 0-360 tr/min, diamètre du mandrin 13mm] - Hélice* de flux axial et de diamètre environ 1/3 du diamètre ou de la largeur du flacon collecteur en acier inoxydable - Tige accueillant l'hélice* en acier inoxydable
Système de distribution Ou  	- Tuyau de siphonage téflon de diamètre suffisant pour éviter les risques de colmatage* [par exemple : $\varnothing_{int} = 13\text{mm}$ $\varnothing_{ext} = 15\text{mm}$] - Embout en silicone de diamètre légèrement supérieur au tuyau de siphonage * [par exemple : $\varnothing_{int} = 15\text{mm}$ $\varnothing_{ext} = 17\text{mm}$] - Système d'amorçage pour le siphonage (poire) - Pinces crocodiles pour fixer le tuyau de siphonage - X flacons destinés à l'analyse  - Pompe péristaltique fonctionnant en mode purge - Utilisation du tuyau téflon de la ligne d'aspiration - X flacons destinés à l'analyse

Validation du système d'homogénéisation (au laboratoire)

o Comment ?

Recommandation
A ne réaliser qu'une seule fois lors de la sélection du matériel

o Partir d'une quantité connue de cellulose microcristalline (100 g de la norme NF EN 842).

o Plusieurs prises essais prélevées à différentes hauteurs dans le flacon

o Système d'homogénéisation efficace s'il répond aux critères d'acceptabilité de la norme NF EN 872, $90\% < \text{rendement} < 110\%$ de la concentration testée.

CONCLUSIONS / RECOMMANDATIONS SGT 1



Conditions de réalisation sur le terrain

- o Opération réalisée sur le site
- o Ne pas fumer à proximité du lieu de confection de l'échantillon.
- o Porter des gants 'nitrile' pour l'étape d'homogénéisation et de distribution de l'échantillon
- o Ne pas exposer le matériel aux gaz d'échappement (ex. stationnement de véhicules avec moteur non arrêté type dépotage, livraison de réactifs, manutention boue).
- o Prévoir une zone de travail propre
- o Eviter de poser les différents composants du préleveur, le flaconnage et les bouchons à même le sol
- o Ne pas réutiliser la pâle d'agitation ni le tuyau de siphonage sur un autre site de prélèvement sans nettoyage

CONCLUSIONS / RECOMMANDATIONS SGT 1

Méthodologie d'homogénéisation

- o Sortir le flacon collecteur de l'échantillonneur ;
- o Installer le support (ou pied) accueillant la perceuse ;
- o Fixer la perceuse (équipée de l'hélice à flux axial préalablement nettoyée) sur son support ;
- o Régler la hauteur de la tige de l'hélice de façon à ce qu'elle soit à environ 4/5 de la hauteur par rapport à l'interface eau/air
- o Incliner l'hélice pour une homogénéisation optimale et pour une limitation de l'effet vortex;
- o Plonger l'extrémité du tuyau de siphonage en téflon, équipé du système d'amorçage à hauteur de l'hélice, le fixer à l'aide des pinces crocodiles si besoin ou utiliser le tuyau téflon de la ligne d'aspiration ;
- o Mettre l'hélice sous agitation jusqu'à la naissance du vortex tout en veillant à ne pas en créer ;
- o S'assurer que le tuyau ne gêne en rien l'homogénéisation (enroulement au niveau de l'hélice) ;
- o Laisser l'ensemble fonctionner quelques minutes pour stabilisation du mélange ;
- o Purger le système (tuyau) tout en maintenant l'agitation dans le flacon collecteur, en soutirant 3 fois 500 mL à l'aide d'un récipient propre et inerte (verre ou en téflon), et rebasculer l'effluent dans le flacon collecteur ;



CONCLUSIONS / RECOMMANDATIONS SGT 1

Méthodologie de distribution

- o Distribuer dans les flacons destinés à l'analyse tout en maintenant l'agitation dans le flacon collecteur ;
- o Le mode de distribution sera à choisir en fonction des paramètres à analyser, de la teneur en MES de l'échantillon et du lieu où sera mis en œuvre la distribution.



Type de Distribution	Avantages	Inconvénients	Recommandations
Mode A : Distribution en 3X 1/3,1/3,1/3 ; (Distribution en 3 passages permettant de compléter à chaque fois de 1/3 le flacon)	Distribution optimale (très bonne répartition des particules dans les différents flacons destinés au laboratoire) Répétabilité très satisfaisante : $CV_r < 7\%$	Mise en œuvre lourde (nécessité d'une zone de travail importante) Risque important de contamination (gestion des bouchons, retombées atmosphériques) Déconseillé si analyse de COHV et BTEX Risque plus élevé de renverser des flacons et perdre une partie de l'échantillon	A mettre en œuvre pour les rejets fortement chargés en particules A privilégier si la distribution est réalisée au sein d'un « local labo » Le personnel doit être formé et très sensibilisé aux risques de contamination (organisation du travail sur le terrain, gestion des flacons et bouchons) L'opération nécessite d'avoir de la place dans un endroit approprié et calme
Mode B : Distribution en 3X 1/3,1/3,1/3 ; par lots de 4 flacons maximum	Répétabilité satisfaisante : $CV_r < 13\%$	Risque de contamination (retombées atmosphériques) Moins bonne répartition des MES dans les différents flacons Déconseillé si analyse de COHV et BTEX	Le personnel doit être formé et très sensibilisé aux risques de contamination (organisation du travail sur le terrain, gestion des flacons et bouchons)
Mode C : Distribution flacon par flacon, remplissage total en une seule fois	Simple à mettre en œuvre Zone de travail restreinte Faible risque de contamination Répétabilité satisfaisante : $CV_r < 13\%$	Moins bonne répartition des MES dans les différents flacons	A mettre en œuvre si une analyse sur les COHV et les BTEX est demandée Le personnel doit être formé et très sensibilisé aux risques de contamination (organisation du travail sur le terrain, gestion des flacons et bouchons)



GUIDE TECHNIQUE OPERATIONNEL

PRATIQUES D'ÉCHANTILLONNAGE ET DE CONDITIONNEMENT EN VUE DE LA RECHERCHE DE MICROPOLLUANTS ÉMERGENTS ET PRIORITAIRES EN ASSAINISSEMENT COLLECTIF ET INDUSTRIEL