

Bilan des études AQUAREF relatives aux risques de contamination lors des opérations d'échantillonnage en eaux souterraines

Pauline MOREAU
Jean Philippe GHESTEM

BRGM

*Journée technique échantillonnage « risques de contamination lors des opérations
d'échantillonnage »*

Introduction

- Objectif : évaluer les risques de contamination lors des opérations d'échantillonnage en eau souterraine
- Substances « à risque »
 - Citées dans Arrêté surveillance – Eau souterraine (07/08/15)

Nom molécule	Code SANDRE	LQ avis agrément (ng/L)
n-Butyl Phtalate (DBP)	1462	400 (ac) / 50 (31/12/18)
Butyl benzyl phtalate (BBP)	1924	400 (ac) / 50 (31/12/18)
DEHP (Di(2-ethylhexyl)phtalate)	6616	400
Bisphenol A	2766	50 (ac) / 20 (31/12/18)
Bisphenol S	7594	20 (31/12/2018)
4-nonylphenols ramifiés	1958	100
4-tert-Octylphenol	1959	30
Acide perfluoro-octanoïque (PFOA)	5347	10 (ac) / 2 (31/12/18)
Perfluorooctane sulfonate (PFOS)	6561	10 (ac) / 2 (31/12/18)
Acide perfluoro-n-heptanoïque (PFHpA)	5977	2 (31/12/2018)
Acide perfluoro-n-hexanoïque (PFHxA)	5978	10 (ac) / 2 (31/12/18)
Acide perfluorodecane sulfonique (PFDS)	6550	2 (31/12/2018)
Perfluorohexanesulfonic acid (PFHS)	6830	10 (ac) / 2 (31/12/18)
N-Butylbenzenesulfonamide	5299	100 (31/12/2018)

Introduction

- Spécificité contexte « Eaux souterraines »
 - Piézomètre, puits :
 - Matériel : pompes, tuyaux de plusieurs mètres
 - Réalisation de blancs plus délicate que pour d'autres contextes
 - AEP : renvoi au problème flaconnage (laboratoire) ou risques opérateur (cf étude INERIS parabène)
- Questions ?
 - Quel matériel contamine : pompes, tuyaux, ?
 - Quelle (s) méthode (s) appliquer ?
 - Essais sur site ? en laboratoire : représentativité ?
 - Manipulation de grandes quantités d'eau ? Exempte d'analytes ? Contenant ?
 - Étude statique: quel est le relargage d'un matériel dans l'eau?
 - Étude dynamique: quel est le comportement du tuyau en situation réelle d'échantillonnage y compris prenant en compte la purge ? ...
- Présentation des différentes études / méthodologies (avantages / inconvénients)
- Résultats concernant les substances retrouvées



Etudes réalisées

Etude	Objectif	Type d'étude	Site	Protocole	Substances
1		Différentes natures de tuyaux	Piézomètre	1	Phtalates, PFC, alkylphénols, Bisphénol A
2	Blanc matériel	Différentes natures de tuyaux et de pompes	Laboratoire	1	Chlordécone
3		Différentes natures de tuyaux et de pompes	Laboratoire	1	Phtalates, PFC, alkylphénols, Bisphénol A, NBBS
4	Comparaison de protocoles	Pompe /Seau	Source	2	Phtalates, alkylphénols, Bisphénol A, métaux
5	Essai collaboratif	Matériels et pratiques de plusieurs opérateurs	Piézomètre	plusieurs	Métaux, pesticides, composés organiques volatils

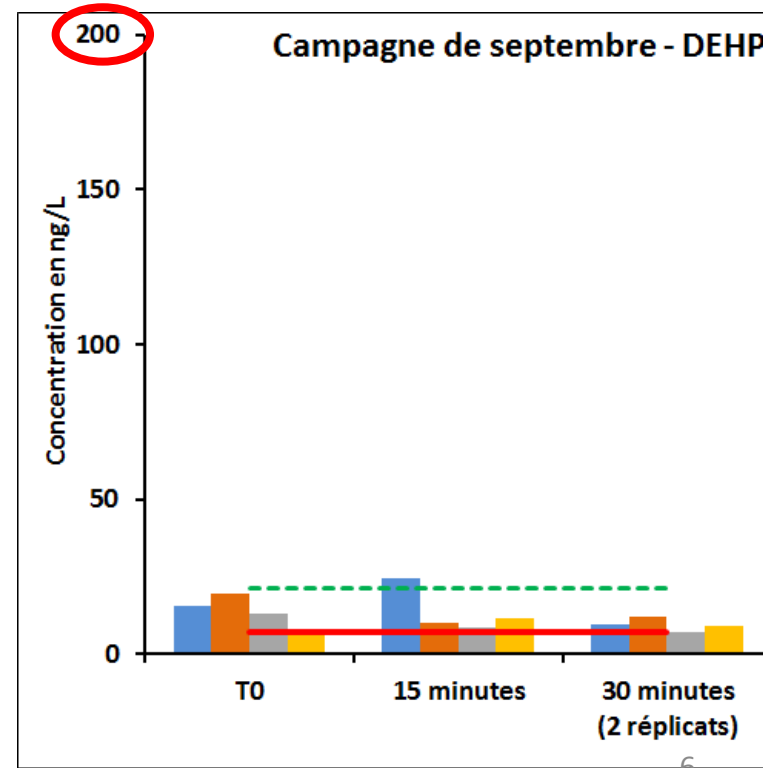
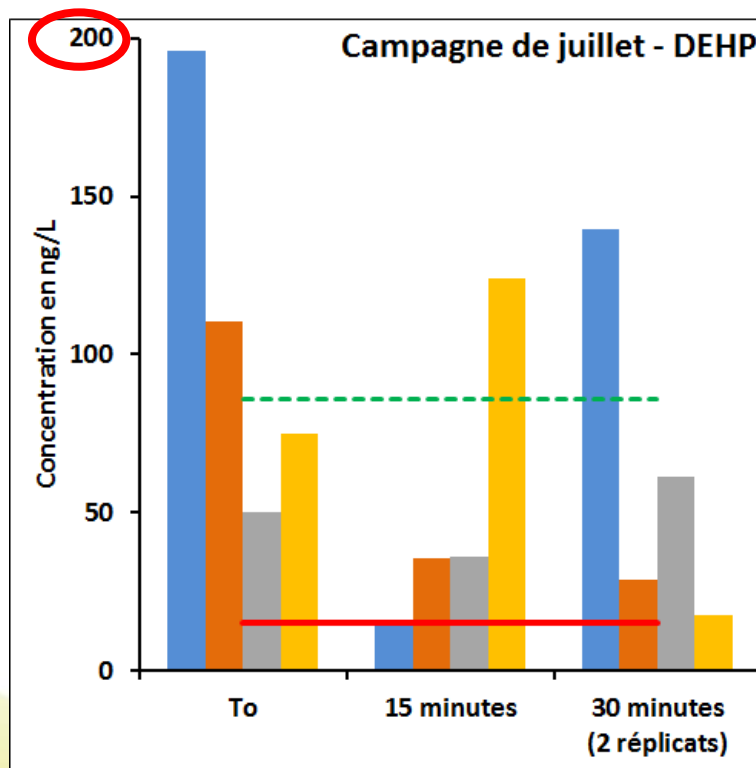
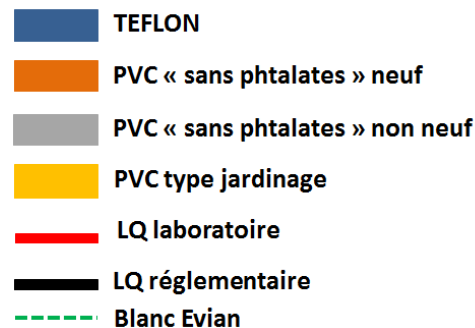
Etude 1: méthodologie

- Plusieurs matériels testés (pompe identique MP1)
 - Tuyau téflon
 - Tuyau PVC « sans phtalates »
 - Tuyau PVC type jardinage
 - Matériel neuf ou déjà utilisé
- Prélèvement d'un échantillon pour analyse au début / après 15 min / après 30 min (réplicat) : quelle influence de la purge?
- Plusieurs campagnes, 1 ou 2 journées chacune
- Molécules ciblées: phtalates, PFC, alkylphénols, bisphénol A
- Flaconnage fourni par le laboratoire d'analyse
- LQ analytiques basses (ex: phtalates < 50 ng/L)
- Blanc flaconnage sur le terrain (éviair bouteille verre)

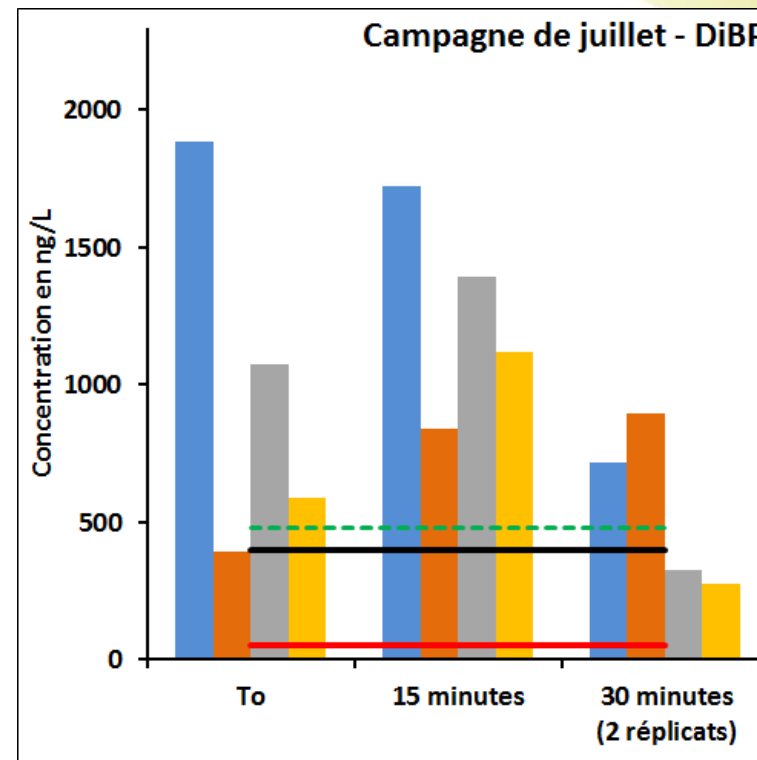
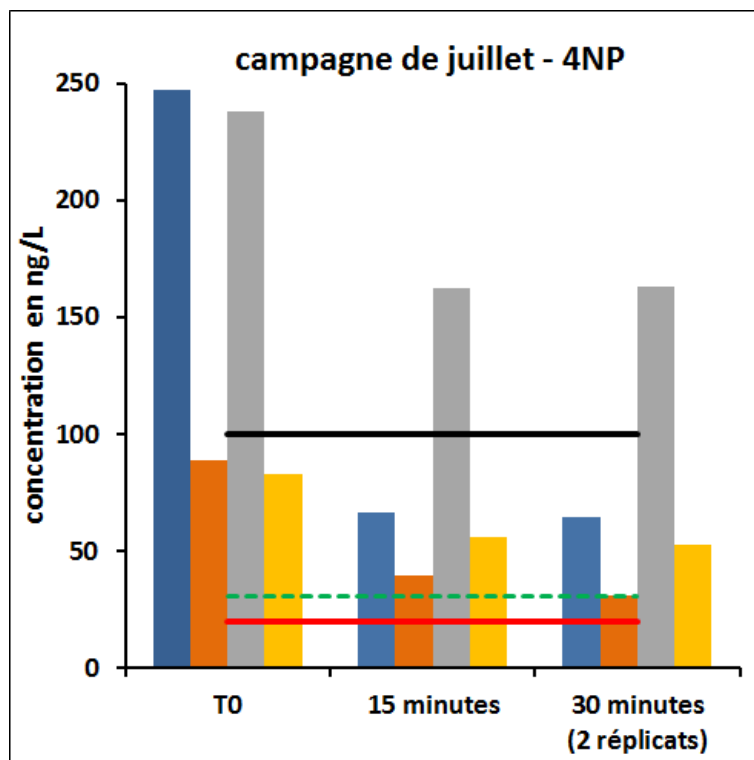


Etude 1: Résultats (1)

LQ avis agrément: 400ng/L



Etude 1: Résultats (2)



- TEFLON**
- PVC « sans phtalates » neuf**
- PVC « sans phtalates » non neuf**
- PVC type jardinage**
- LQ laboratoire**
- LQ réglementaire**
- Blanc Evian**

Etude 1: Conclusions

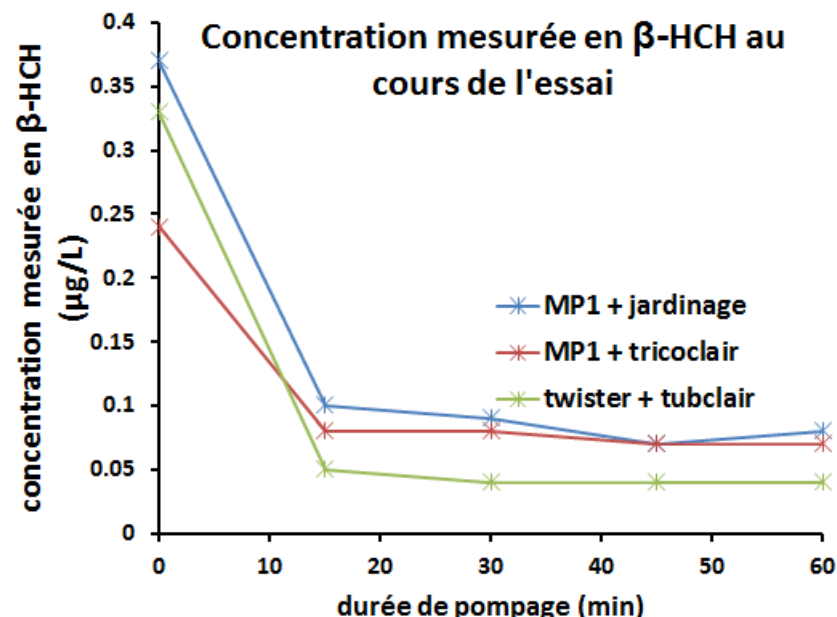
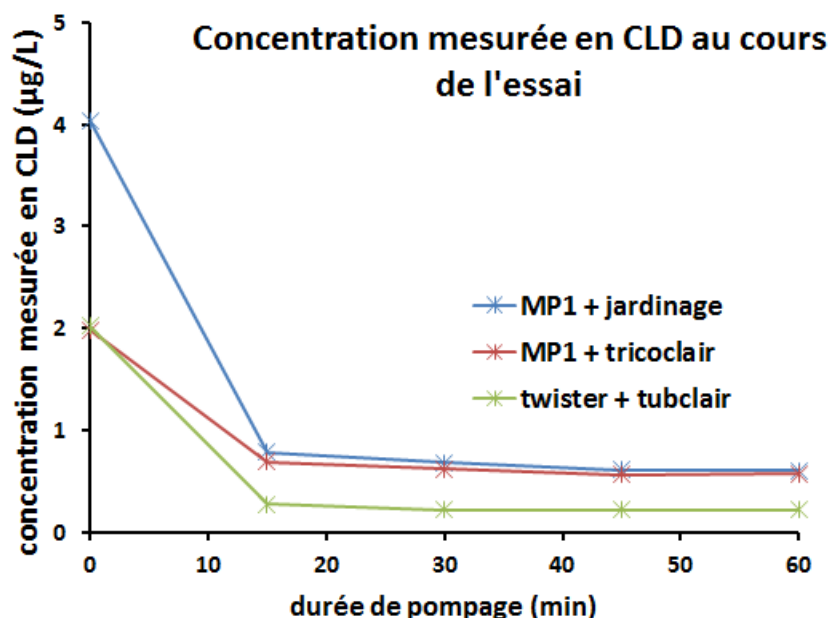
- Retour d'expérience:
 - Difficultés:
 - analytiques pour certaines molécules (DEP, DiBP, DBP)
 - liées au milieu: certaines substances sont présentes dans le milieu?
 - Avantages :
 - Échantillonnage représentatif, en situation réelle
 - Possibilité de tester plusieurs matériels dans un temps raisonnable
- Bilan opérationnel
 - Doutes sur la fiabilité de la surveillance aux LQ réglementaires pour **DiBP** (400ng/L), **DEP** (50ng/L au 31/12/18), **DBP** (400ng/L => 50ng/L)
 - Ces essais n'identifient pas de matériel « à proscrire »
 - Cette étude ne constitue pas un cas général pour s'affranchir de la réalisation de blancs, y compris pour les substances non quantifiées

Etudes réalisées

Etude	Objectif	Type d'étude	Site	Protocole	Substances
1		Différentes natures de tuyaux	Piézomètre	1	Phtalates, PFC, alkylphénols, Bisphénol A
2	Blanc matériel	Différentes natures de tuyaux et de pompe	Laboratoire	1	Chlordécone
3		Différentes natures de tuyaux et de pompe	Laboratoire	1	Phtalates, PFC, alkylphénols, Bisphénol A, NBBS
4	Comparaison de protocoles	Pompe /Seau	Source	2	Phtalates, alkylphénols, Bisphénol A, métaux
5	Essai collaboratif	Matériels et pratiques de plusieurs opérateurs	Piézomètre	plusieurs	Métaux, pesticides, composés organiques volatils

-

Etude 2: résultats et conclusions



- Retour d'expérience:
 - Si maîtrise aisée de la qualité de l'eau de départ: méthode simple et opérationnelle
- Bilan opérationnel:
 - Pour certaines substances rinçage très difficile d'un tuyau contaminé
 - Rincer le matériel le plus rapidement possible après échantillonnage
 - Matériel dédié pour les sites les plus contaminés

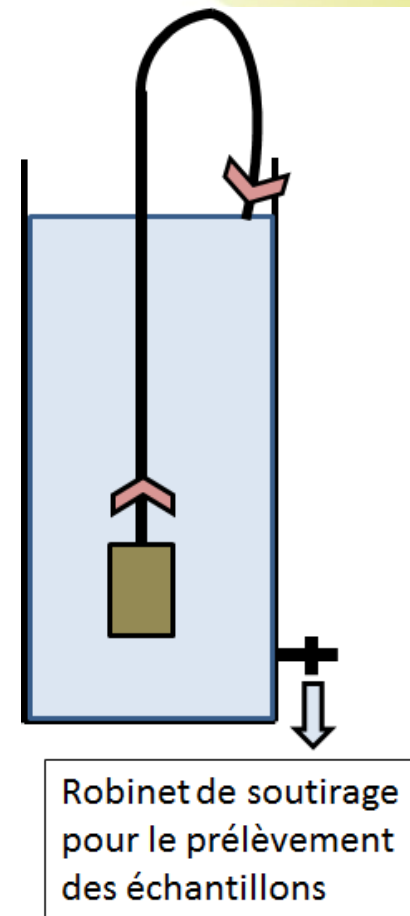
Etudes réalisées

Etude	Objectif	Type d'étude	Site	Protocole	Substances
1	Blanc matériel	Différentes natures de tuyaux	Piézomètre	1	Phtalates, PFC, alkylphénols, Bisphénol A
2		Différentes natures de tuyaux et de pompe	Laboratoire	1	Chlordécone
3		Différentes natures de tuyaux et de pompe	Laboratoire	1	Phtalates, PFC, alkylphénols, Bisphénol A, NBBS
4	Comparaison de protocoles	Pompe /Seau	Source	2	Phtalates, alkylphénols, Bisphénol A, métaux
5	Essai collaboratif	Matériels et pratiques de plusieurs opérateurs	Piézomètre	plusieurs	Métaux, pesticides, composés organiques volatils

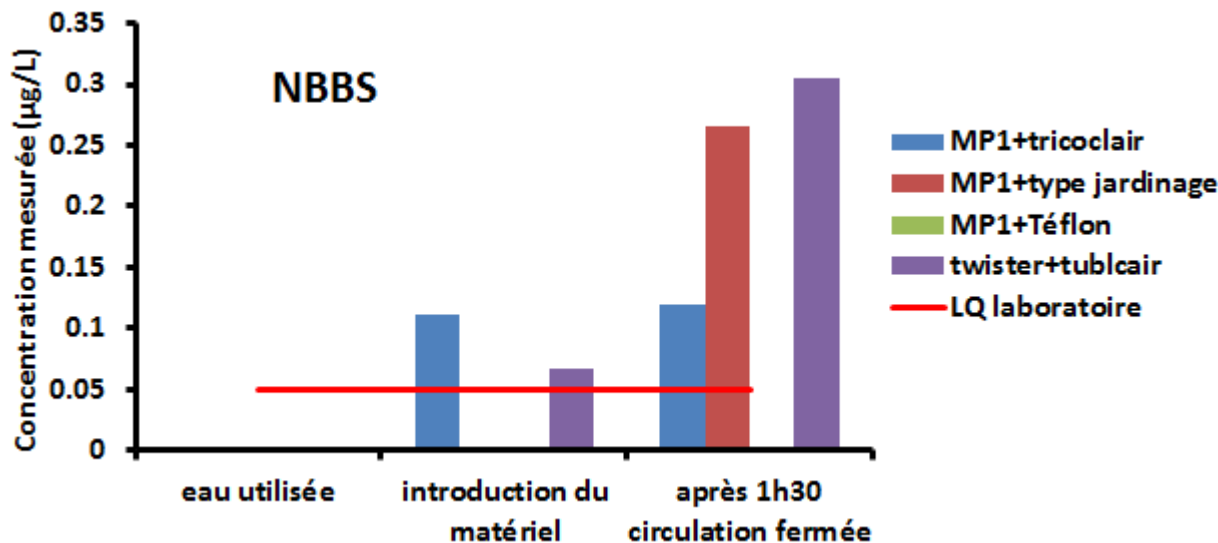
Etude 3: méthodologie



- Molécules ciblées: phtalates, PFC, alkylphénols, bisphénol A et S, NBBS
- Circulation fermée
- Plusieurs matériels testés:
 - Pompe twister / tubclair
 - Pompe MP1 / tricocclair
 - Pompe MP1 / tuyau jardinage
 - Pompe MP1 / tuyau téflon
 - Vidange entre chaque configuration testée
- Flaconnage fourni par les laboratoires d'analyse
- 2 réplicats par prélèvement



Etude 3: résultats et conclusions

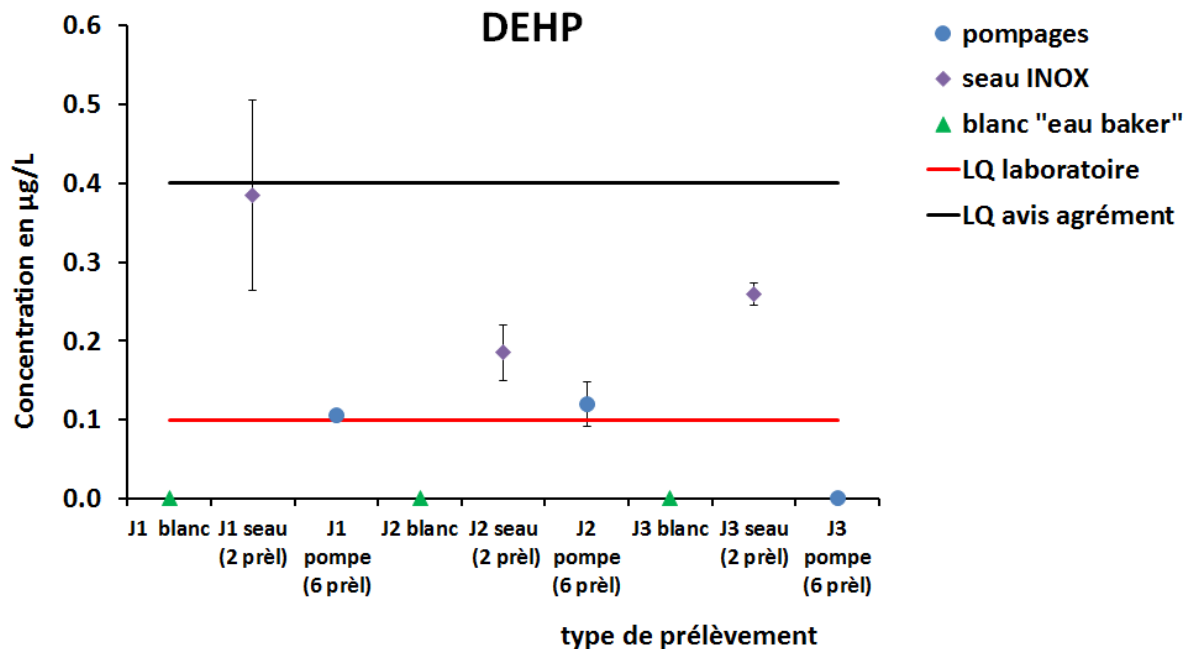


- Retour d'expérience:
 - Protocole simple, peu onéreux, adapté pour toutes les substances et tous les matériels de pompage
 - Difficile de faire un lien direct avec la concentration relarguée en condition réelle du fait de la recirculation d'eau (accumulation)
 - Pas de purge avec l'eau de pompage
- Bilan opérationnel:

Etudes réalisées

Etude	Objectif	Type d'étude	Site	Protocole	Substances
1	Blanc matériel	Différentes natures de tuyaux	Piézomètre	1	Phtalates, PFC, alkylphénols, Bisphénol A
2		Différentes natures de tuyaux et de pompe	Laboratoire	1	Chlordécone
3		Différentes natures de tuyaux et de pompe	Laboratoire	1	Phtalates, PFC, alkylphénols, Bisphénol A, NBBS
4	Comparaison de protocoles	Pompe /Seau	Source	2	Phtalates, alkylphénols, Bisphénol A, métaux
5	Essai collaboratif	Matériels et pratiques de plusieurs opérateurs	Piézomètre	plusieurs	Métaux, pesticides, composés organiques volatils

Etude 4



- Retour d'expérience:
 - Résultats indirects par rapport aux objectifs de l'étude (incertitude échantillonnage)
 - Essais en conditions réelles d'échantillonnage
- Bilan opérationnel:
 - Risque de contamination plus important en cas d'utilisation de seau plutôt qu'une pompe (DEHP et Zn essentiellement)

Sorption des molécules sur le tuyau?

Etudes réalisées

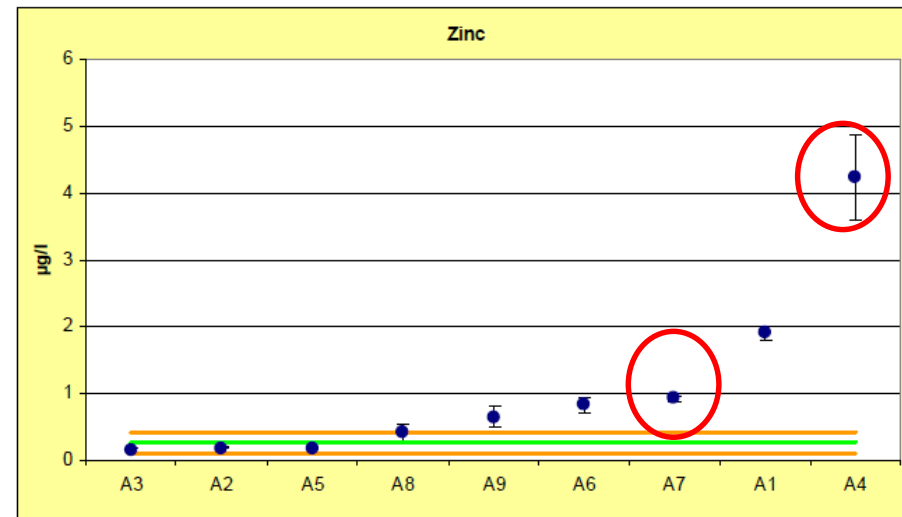
Etude	Objectif	Type d'étude	Site	Protocole	Substances
1	Blanc matériel	Différentes natures de tuyaux	Piézomètre	1	Phtalates, PFC, alkylphénols, Bisphénol A
2		Différentes natures de tuyaux et de pompe	Laboratoire	1	Chlordécone
3		Différentes natures de tuyaux et de pompe	Laboratoire	1	Phtalates, PFC, alkylphénols, Bisphénol A, NBBS
4	Comparaison de protocoles	Pompe /Seau	Source	2	Phtalates, alkylphénols, Bisphénol A, métaux
5	Essai collaboratif	Matériels et pratiques de plusieurs opérateurs	Piézomètre	plusieurs	Métaux, pesticides, composés organiques volatils

Etude 5

- Essai collaboratif échantillonnage 2009
- Chaque participant (9) a procédé avec son matériel
- Station: piézomètre



- Retour d'expérience:
 - Pour certains éléments (ex Zn) difficulté analytique combinée à un risque de contamination
 - Résultat indirect
- Bilan opérationnel:
 - Utilité de faire des contrôles qualité interne
 - Cf étude INERIS



Conclusions / perspectives

- Travaux qui ont porté sur de nombreuses substances (35) => pas de risque de contamination identifié dans ces essais pour l'échantillonnage de la plupart des substances
- **Exception:** doute sur la fiabilité des données de surveillance (échantillonnage + analyse)
 - Phtalates : DBP, DEP, DiBP
 - Alkylphénols: 4NP
 - NBBS (à confirmer en situation réelle d'échantillonnage)
- **ATTENTION: ces résultats ont été obtenus sur un nombre restreint de sites / de matériels**
- Adapter la conception de l'étude / le matériel ... aux objectifs
- Problématique d'adsorption de ces molécules sur les tuyaux? ...
- Nouveaux essais collaboratifs sur ces substances à risque ?

Recommandations opérationnelles

- Avec ces études, pas de type de tuyau à « proscrire »
- Néanmoins: recommandation de réaliser les échantillonnages avec un matériel de fabrication contrôlée (ex: tuyau de qualité alimentaire)
- En routine, les contrôles qualités peuvent être délicats à mettre en œuvre (quantité et qualité de l'eau à manipuler) mais sont indispensables

Merci pour votre attention, questions?

- Rapports AQUAREF des études présentées
 - GHESTEM JP. (2012) – Impact de la nature du matériel d'échantillonnage sur les données de surveillance des phtalates en eau souterraine. Rapport final. BRGM/RP-61777-FR, 30 p., 7 ill.
 - MOREAU (2014) – Impact de la nature du matériel d'échantillonnage sur les données de surveillance des phtalates, des alkylperfluorés et des alkylphénols en eau souterraine – BRGM/RP-64274-FR
 - GAL F., GHESTEM J.P., BRISTEAU S., TAILAME A.L., BRACH M. (2014) – Eaux souterraines et chlordécone : impact du matériel d'échantillonnage. Rapport final. BRGM/RP-63194-FR, 22 p.
 - MOREAU P., YARI A., GHESTEM J-P. (2015) – Impact du matériel d'échantillonnage sur les données de surveillance de substances organiques en eau souterraine: essais en laboratoire. Rapport final. BRGM/RP-65035-FR, 30p
 - MOREAU P., GHESTEM JP (2015) – Estimation des incertitudes liées à l'échantillonnage : étude de cas en eau souterraine. Rapport AQUAREF 2015 - BRGM/RP-65133-FR, 47 p.
 - GHESTEM J.P., FISICARO P., CHAMPION R. (2009) – Essai collaboratif sur l'échantillonnage en eau souterraine. BRGM/RP-57687-FR, 175 p. ; 20 tableaux. ; 63 figures. ; 10 annexes.