

Résultats de l'essai collaboratif sur l'échantillonnage en rejets

Bénédicte Lepot (INERIS)

En collaboration avec :

J. Lachenal (LNE), J-M. Choubert et M. Coquery (Irtstea-Lyon)

" Amélioration de la qualité des données de surveillance en chimie et hydrobiologie "

Contexte AQUAREF

2008 : Etat des lieux sur les opérations de prélèvement d'eaux de rejets

- **Séminaire 2008** « *Pratiques d'échantillonnage et conditionnement en vue de la recherche de micropolluants émergents et prioritaires dans les eaux de rejets* » (AMPERES, RSDE)

➤ préciser conditions de réalisation de certaines méthodologies

- **Guides ISO 5667-10 , ISO 5667-3 et FD T 90-523-2**

➤ manques identifiés

- **Circulaires RSDE et STEU**

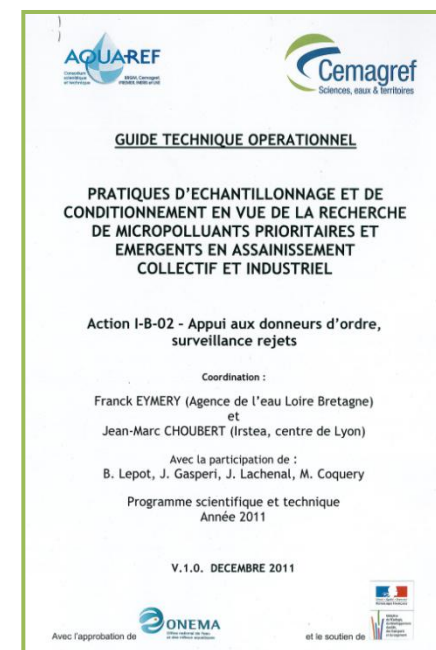
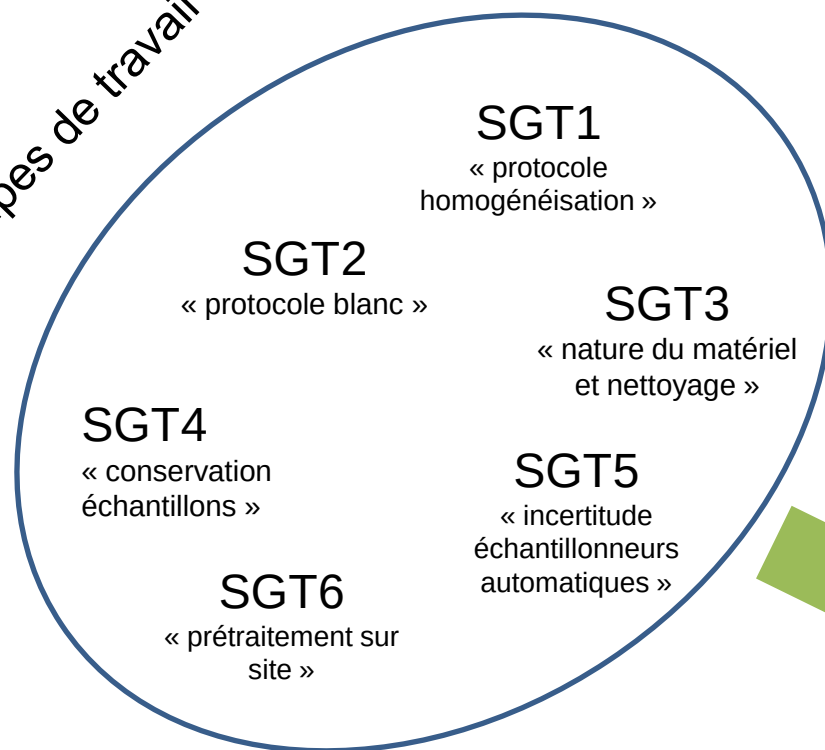
prescriptions pas assez explicites pour les préleveurs
➤ (homogénéisation, choix du flaconnage de collecte pour une recherche simultanée de différentes substances, protocole blanc)

2009 : Création de groupes de travail au niveau national

- Constitués de représentants d'organismes de prélèvement, de laboratoires d'analyses, membres AQUAREF, exploitants ou d'industriels

Contexte AQUAREF

Groupes de travail



Accessible sous <http://www.aquaref.fr/>

Essai collaboratif : Echantillonnage en rejet canalisé

Essai national

Organisation

- INERIS/LNE
- Groupes de travail « SGT »
 - Élaboration du Guide technique opérationnel : en amont de l'essai pour évaluation des protocoles (blanc, homogénéisation, matériel, etc)

Financement

- **Programme d'appui aux pouvoirs publics** « Assistance technique au programme national d'action de réduction de la pollution des eaux par certaines substances dangereuses »
- **Programme d'activité AQUAREF 2012**

Réalisation

- 30 - 31 janvier et 1^{er} février 2012

Site

- **Communauté d'Agglomération Melun Val de Seine (CAMVS)**
- **Exploitant VEOLIA**

Objectifs



Finalité

Observation et évaluation des pratiques d'échantillonnage de l'essai

- Enquête préalable auprès des préleveurs (reconnaissance des organismes, procédure échantillonnage mise en place etc)
- Présence d'observateurs pendant l'essai (membres AQUAREF, SGT) : recensement des difficultés liées aux protocoles imposés, aide à l'exploitation des données

Impact des opérations d'échantillonnage sur la variabilité des résultats

- Quantitatif

Evaluation des échantillonneurs

- Blanc
- Contrôle métrologique

Etude de l'exactitude des analyses effectuées sur le terrain

- pH, conductivité, température

REX suite application des protocoles

Evolution du guide technique

Révision de la norme FD T 90-523-2

- intégration des protocoles

Formation interne/externe :

- élaboration d'un support de cours + fiches synthétiques

Premières estimations d'incertitude

Pas un essai d'aptitude !

Echantillonneurs

- Premières estimations d'incertitude échantillonneurs

Mise en évidence des problèmes liés à l'étalonnage ou à la vérification des appareillages de mesures

- lien formation, normalisation

Essai collaboratif : Echantillonnage en rejet canalisé

- **Station d'épuration de Boissettes (77)** (77 000 EH)
- **9 équipes de préleveurs sélectionnés + INERIS**
- **Enquête préalable – Observateurs sur le site**
- **Protocoles imposés**
 - Matériel - Guide technique opérationnel
 - Programme d'échantillonnage imposé
 - Ordre de remplissage, type de remplissage
- **Un seul prélèvement / équipe, fourniture d'un double flacon / famille de paramètres**
- **Une analyse sur chaque flacon**
- **Suivi du site : INERIS**
- **Un unique laboratoire : INERIS**
- **Paramètres :**
 - COT, Azote ammoniacal, nitrates, nitrites, MES, phosphore
 - Métaux
 - COHV, BTEX
- **Contrôles qualité des échantillonneurs**
 - blanc du système de prélèvement (métaux),
 - matériaux mis en œuvre
- **Contrôles métrologiques des échantillonneurs avant et après échantillonnage**
 - diamètre, justesse et fidélité du volume, vitesse d'aspiration
- **Essais sur les paramètres physico chimiques**
 - pH, conductivité, température



Essai collaboratif : Echantillonnage en rejet canalisé

Observations sur site

- **Observations sont très riches d'informations et aussi importantes que les données quantitatives**
- **Observations faites durant l'essai**
 - **Echantillonneurs réfrigérés pompes péristaltiques**
 - nature des tuyaux (PVC, Tricocclair®) pas toujours appropriée à la recherche des micropolluants.
 - **Diversité des systèmes d'homogénéisation**
 - diamètre du mobile trop faible, absence d'inclinaison, absence de support d'agitation.
 - **Risques de contamination de l'échantillon**
 - gants inadaptés (tel que gants en latex et gants vinyle/ nitrile poudrés).
 - cigarettes, bidon d'essence, groupe électrogène.

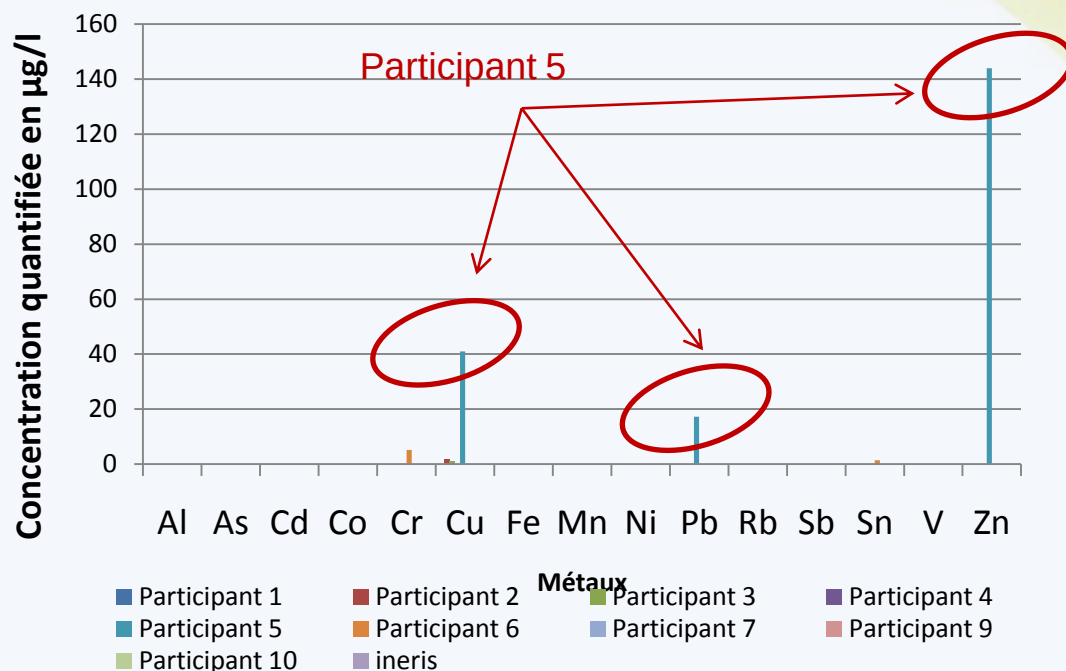


Essai collaboratif : Echantillonnage en rejet canalisé Résultats

Blanc système de prélèvement (métaux)

1. Vérifier la performance du nettoyage, l'absence de relargage du matériel
2. Tester la capacité à réaliser «en routine» ce type de contrôle qualité.

Blanc de système de prélèvement - Métaux



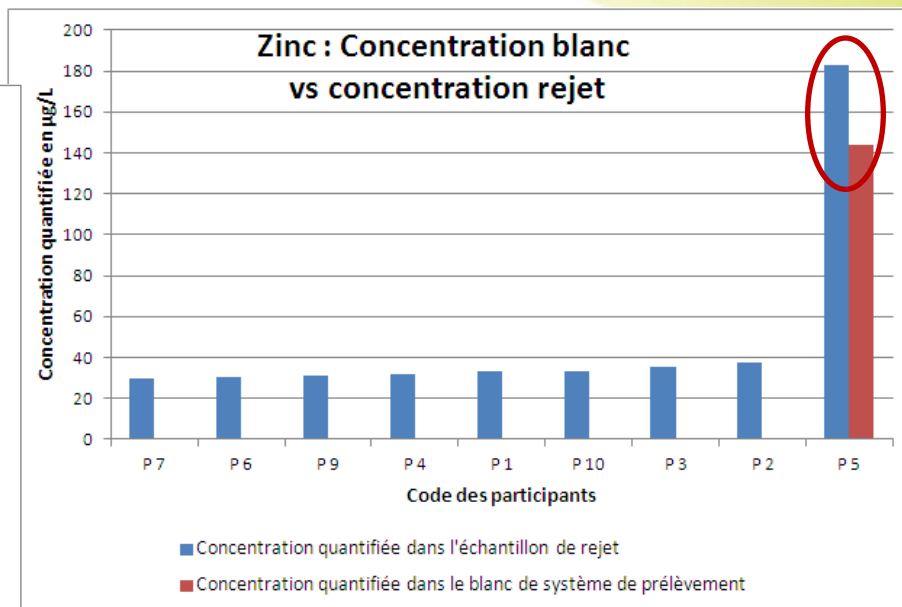
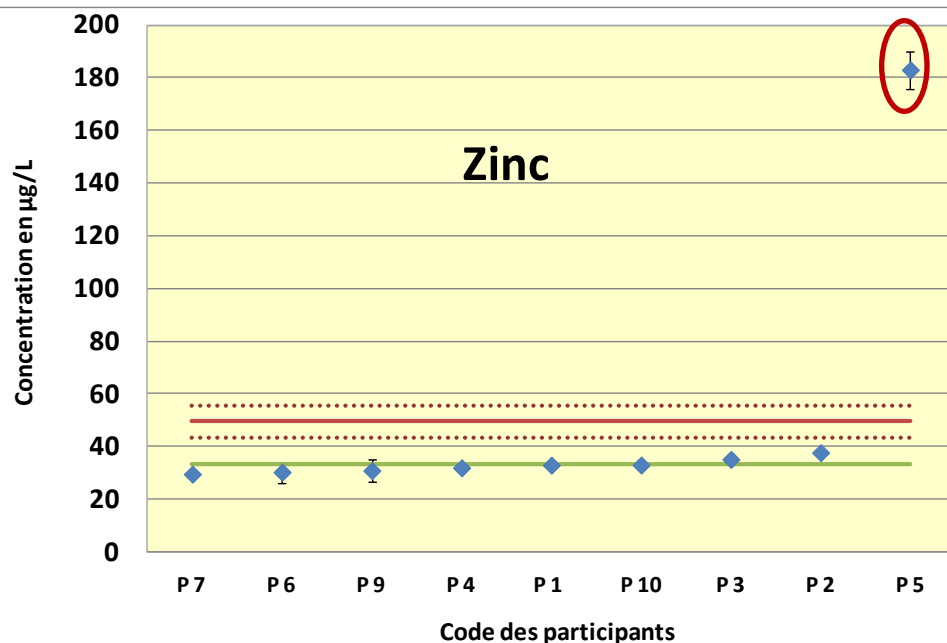
Observations :

P5 : Echantillonneur respectant les préconisations AQUAREF (flacon collecteur en verre, tuyau d'aspiration en téflon, mobile en inox)

Origines :

- Présence d'une vis en laiton (Pb, Cu, Zn constituant du laiton)

Résultats métaux

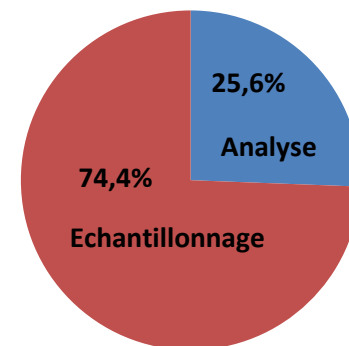


P5 : valeurs aberrantes par test Grubbs.

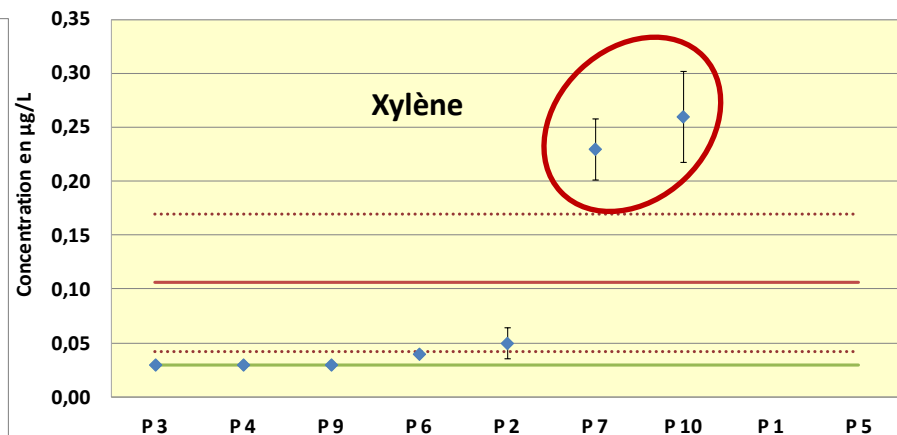
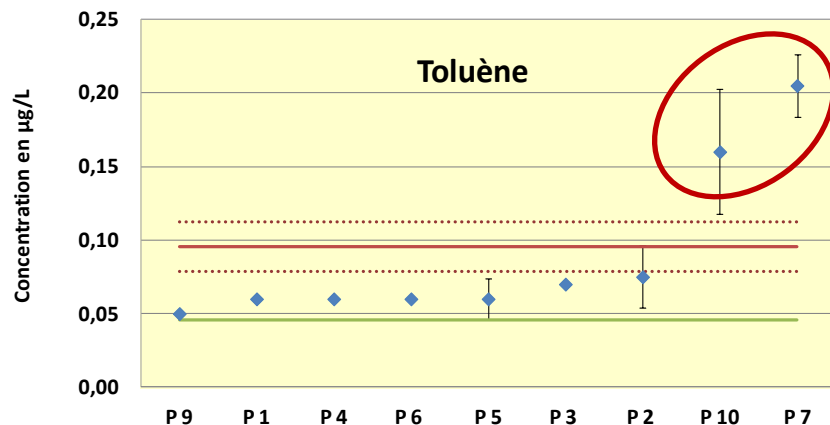
- ◆ Moyenne individuelle
- Moyenne des participants
- ... Moyenne des participants +/- variabilité analytique
- Moyenne suivi INERIS

Estimation de la variabilité (%)

Analyse	12.7
Echantillonnage	21.7
Total	25.1



Résultats BTEX

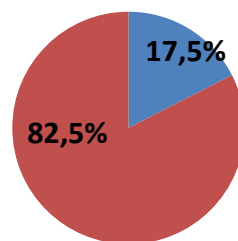


P10 et P7 : valeurs aberrantes par test Grubbs.

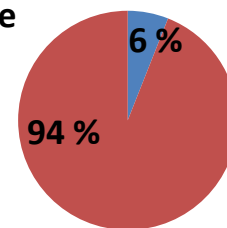
Estimation de la variabilité (%)

	Toluène	Xylène
Analyse	60 (LQ)	60 (LQ)
Echantillonnage	27,6	236
Total	66	244

Toluène



Xylène

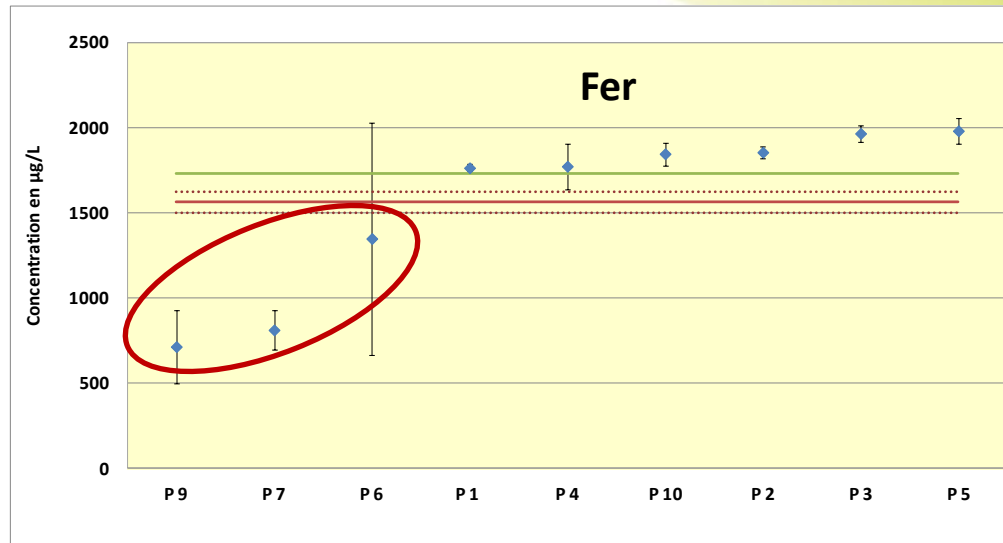
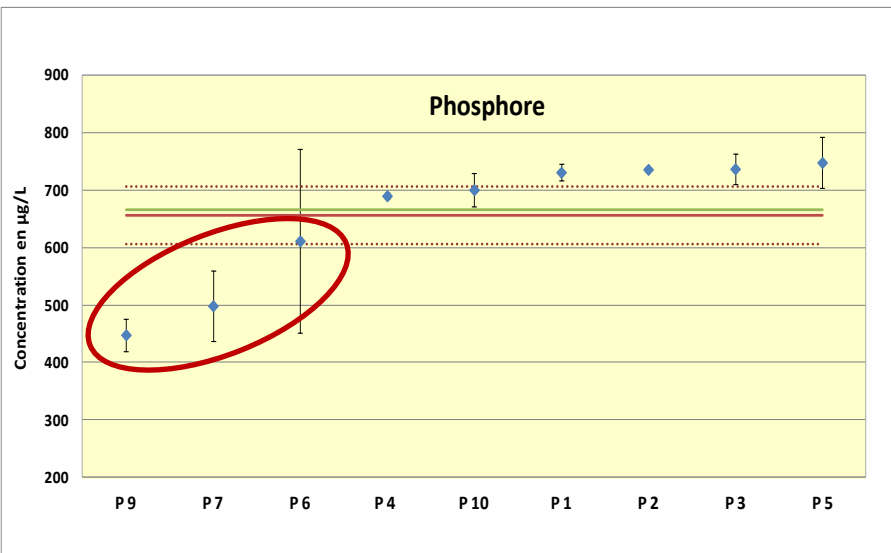


Hypothèses :

- stockage du matériel près d'une source d'essence (bidon d'essence dans voiture, groupe électrogène), xylène : composant du pétrole.
- fumée de tabac : source de BTEX : certaines personnes ont fumé puis ont repris leur manipulation.
- nature du tuyau d'aspiration (matériau non inerte), P7 et P10 les seuls à mettre en œuvre des tuyaux autres qu'en téflon.

Essai collaboratif : Echantillonnage en rejet canalisé

Résultats : Paramètres de caractérisation



P6 : valeurs aberrantes par test Cochran
P7, P9 : valeurs aberrantes par test Grubbs

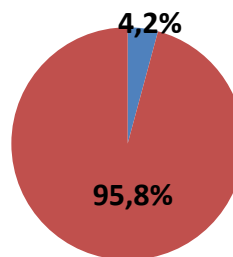
Hypothèses :

- Homogénéisation partielle de l'échantillon (P7 : agitateur magnétique, P9 : absence de support pour homogénéiser).
- Même constat sur le paramètre titane

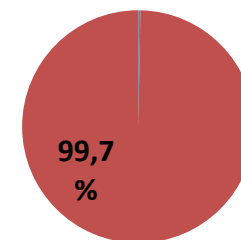
Estimation de la variabilité (%)

	Phosphore	Fer
Analyse	7,6	4,0
Echantillonnage	36,2	70,9
Total	37	71,1

Phosphore



Fer



Conclusion

- Une première en France pour les eaux de rejets
- Essai bien accueilli par participants et enrichissant pour tous (même sous des conditions météorologiques extrêmes)
- Absence d'intention de représentativité de tous les sites
- Essai destiné à vérifier la bonne applicabilité des recommandations émises dans le guide technique, à mettre en relief les bonnes pratiques de prélèvement et à renforcer le guide technique opérationnel, les consignes et/ou les documents normatifs.
- Essai permettant de réaliser les premières estimations de la variabilité d'échantillonnage mais surtout ne pas les généraliser à d'autres contextes
- Site/contexte relativement simple pour ce premier essai et pour obtenir des résultats interprétables

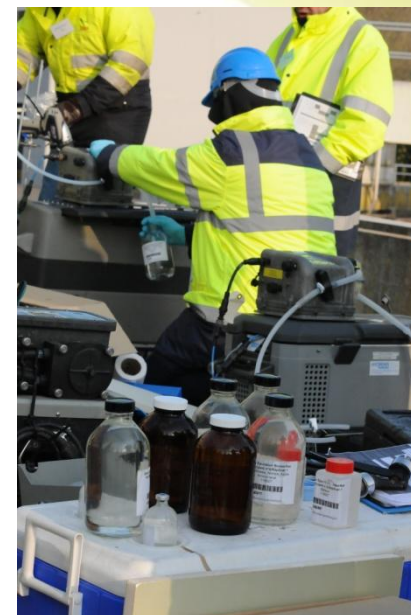
Essai collaboratif : Echantillonnage en rejet canalisé

Les suites

- Révision du guide technique opérationnel ne semble pas nécessaire
- Révision du FD T90-523-2 « Qualité de l'eau. Guide de prélèvement pour le suivi de la qualité des eaux dans l'environnement - Partie 2 : Prélèvement d'eau résiduaire » (2013/2014)
 - intégration des protocoles
- Présentation des résultats de l'essai collaboratif du 27/11/2012 accessible sous <http://www.aquaref.fr/restitution-cil-rejets>

Remerciements

- **À la Communauté d'Agglomération Melun Val de Seine (CAMVS) et VEOLIA** sans qui l'essai n'aurait pu être réalisé.
- **La DREAL Ile de France** pour sa participation à la recherche de stations de mesures.
- **Au MEDDE et à l'ONEMA** pour le financement d'une telle opération.
- **Aux participants pour leur professionnalisme** dans la préparation et la réalisation de l'essai ainsi que pour leur volonté de collaboration et d'échange.
- **À toutes les personnes** qui ont collaboré à **l'observation des pratiques** des préleveurs durant l'essai ainsi qu'à **toutes les personnes** ayant participé à **l'organisation de l'essai**.



**Merci de votre
 attention**

