

Evaluation des performances des échantillonneurs automatiques en conditions maîtrisées et sur le terrain

Céline FERRET / Sylvie NGO
INERIS - Aquaref

Introduction

FD T 90-523-2 (2008) :
Qualité de l'eau - Guide de prélèvement
pour le suivi qualité des eaux dans
l'environnement - Partie 2 : prélèvement
d'eau résiduaire

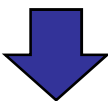


Fréquence d'échantillonnage
recommandée : 6 cycles de
prélèvement par heure
effective de rejet

Soit 144 cycles de prélèvement pour 24 h
Besoin volume final collecté d'environ 15 L,
=> **volumes unitaires** d'environ **100 mL**

Introduction

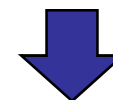
FD T 90-523-2 (2008) :
Qualité de l'eau - Guide de prélèvement
pour le suivi qualité des eaux dans
l'environnement - Partie 2 : prélèvement
d'eau résiduaire



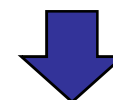
Fréquence d'échantillonnage
recommandée : 6 cycles de
prélèvement par heure
effective de rejet

Soit 144 cycles de prélèvement pour 24 h
Besoin volume final collecté d'environ 15 L,
=> **volumes unitaires** d'environ **100 mL**

NF EN 16479 (2014) :
Exigences de performances et modes
opératoires d'essai de conformité pour
les équipements de surveillance de l'eau
- Dispositifs d'échantillonnage
automatiques (échantillonneurs) pour
l'eau et les eaux usées



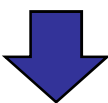
Définit notamment des critères pour
le biais et la fidélité uniquement pour
un volume unitaire de **250 mL ou**
Vmax



NF EN 16479 §5.1
**Le biais et la fidélité du volume
unitaire à la limite de confiance à
95%, ne doivent pas être chacun
supérieurs à 5% du volume défini
(250 ml ou Vmax)**

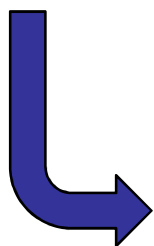
Introduction

FD T 90-523-2 (2008) :
Qualité de l'eau - Guide de prélèvement
pour le suivi qualité des eaux dans
l'environnement - Partie 2 : prélèvement
d'eau résiduaire



Fréquence d'échantillonnage
recommandée : 6 cycles de
prélèvement par heure
effective de rejet

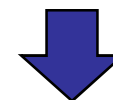
Soit 144 cycles de prélèvement pour 24 h
Besoin volume final collecté d'environ 15 L,
=> **volumes unitaires** d'environ **100 mL**



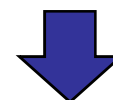
Ces critères sont-ils adaptés pour
des volumes
unitaires inférieurs
à 250 ml ?



NF EN 16479 (2014) :
Exigences de performances et modes
opératoires d'essai de conformité pour
les équipements de surveillance de l'eau
- Dispositifs d'échantillonnage
automatiques (échantillonneurs) pour
l'eau et les eaux usées



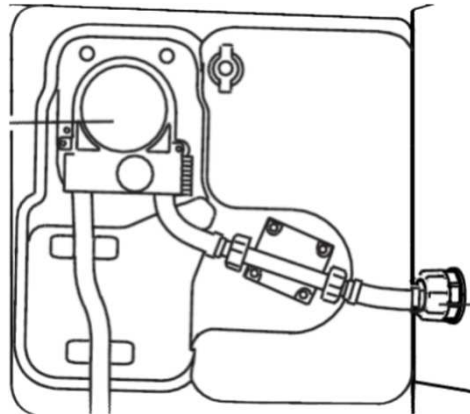
Définit notamment des critères pour
le biais et la fidélité uniquement pour
un volume unitaire de **250 mL ou**
Vmax



NF EN 16479 §5.1
Le biais et la fidélité du volume
unitaire à la limite de confiance à
95%, ne doivent pas être chacun
supérieurs à 5% du volume défini
(250 ml ou Vmax)

Echantillonneurs

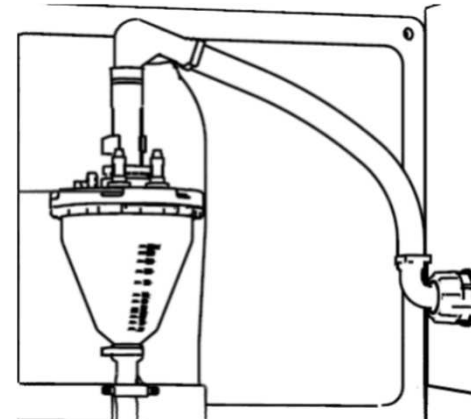
- 2 échantillonneurs équipés de pompe péristaltique PP1 - PP2
 - Mise en service en 2010
 - Même historique d'utilisation



- Secteur/Batterie
- Tuyau pompe péristaltique récent en silicone
- Tuyau échantillonnage en PVC
- Mono-flacon plastique
- Réfrigéré



- 1 échantillonneur équipé d'une pompe à vide – PAV
 - Pas d'informations sur l'historique d'utilisation

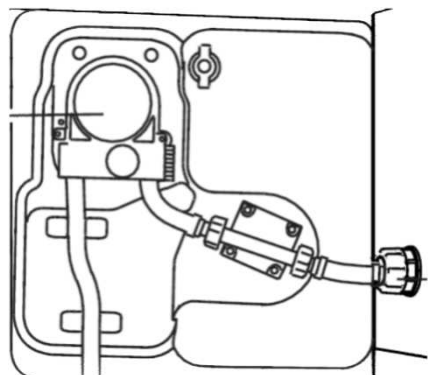


- Secteur/Batterie
- Tuyau en PVC
- Mono-flacon plastique
- Non réfrigéré

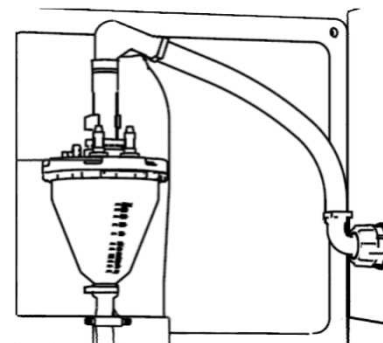
Recherche de macro polluants

Echantillonneurs

- 2 échantillonneurs équipés de pompe péristaltique PP1 - PP2



- 1 échantillonneur équipé d'une pompe à vide – PAV



Spécificités techniques constructeur	Préleveurs pompes péristaltiques	Préleveur pompe à vide
Température de fonctionnement	0°C à 50°C	-20°C à 60°C
Hauteur maximale d'aspiration	8 m	7 m
Volume unitaire de prélèvement	Entre 10 ml et 10 litres	Entre 25 ml et 160 ml

Essais en conditions maîtrisées (au laboratoire)

Objectif

Tester la performance de 3 échantillonneurs en se basant sur la norme NF EN 16479

Performance

Biais

Fidélité

Echantillonneurs

PP1

PP2

PAV

Vérifier que les critères de performance sont respectés pour un volume unitaire de 250 ml et pour des volumes unitaires inférieurs

Déroulement des essais en laboratoire

NF EN
16479

brgm

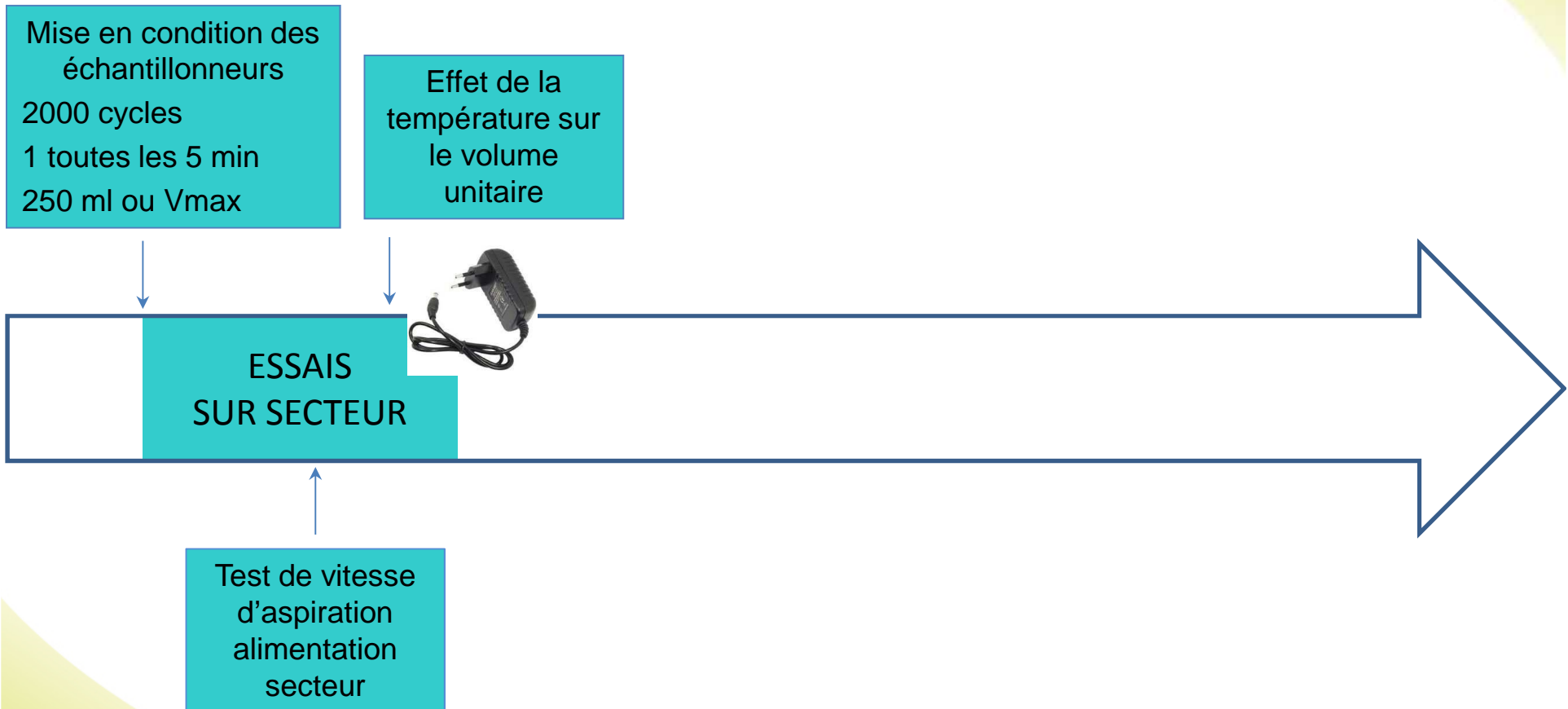
Ifremer

INERIS

AQUAREF
Centre National
de Recherche
et d'Innovation

Irstea

LNE



Déroulement des essais en laboratoire

NF EN
16479

brgm

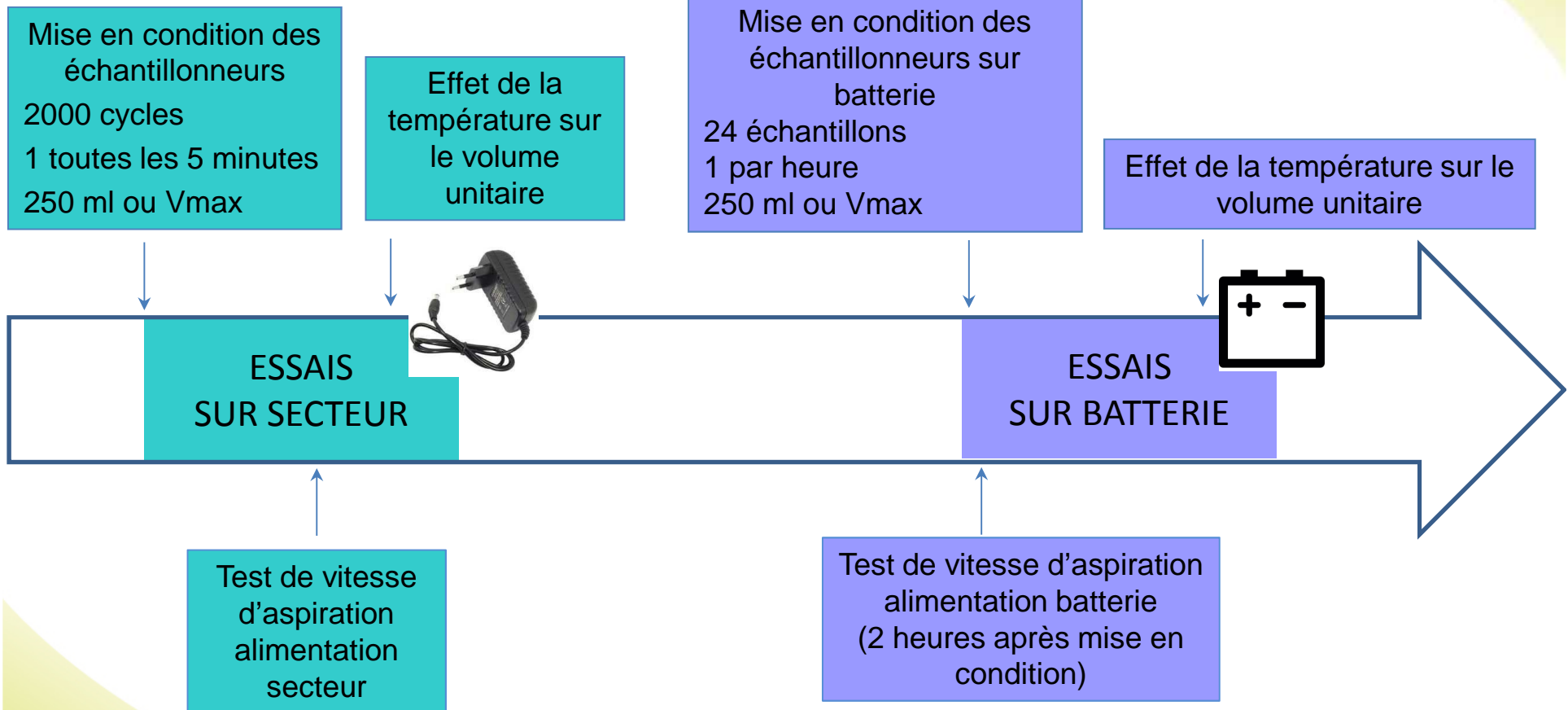
Ifremer

INERIS

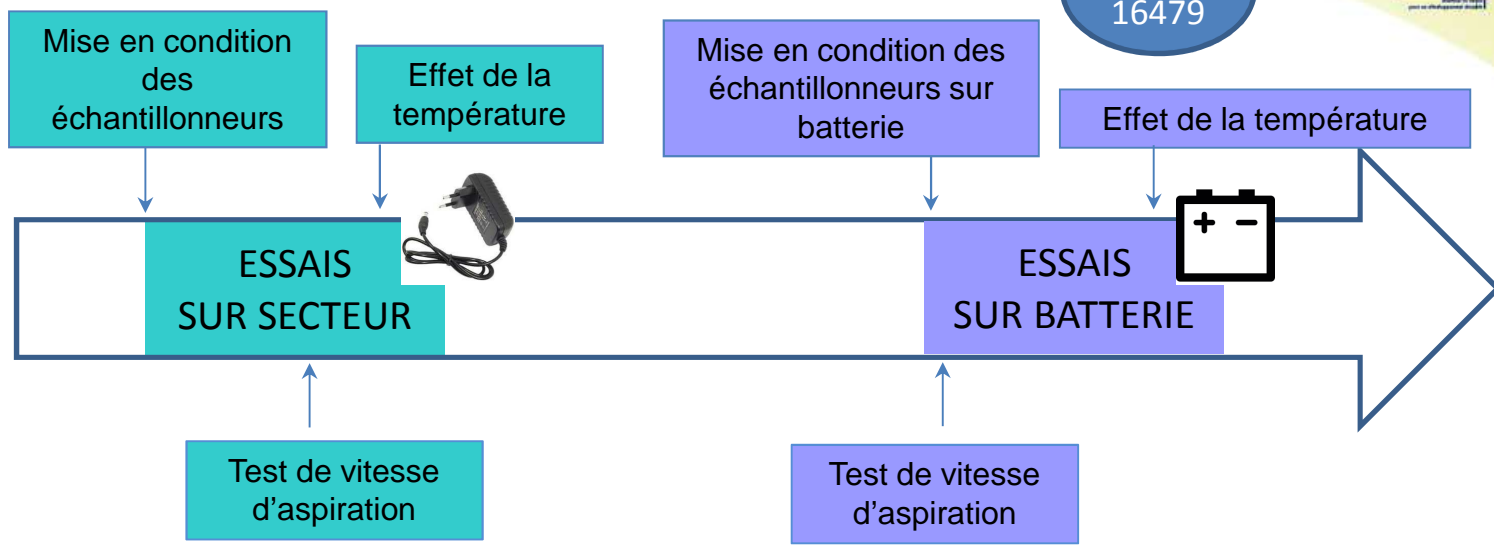
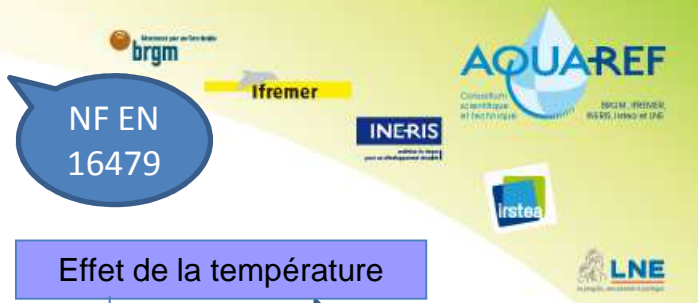
AQUAREF

Irstea

LNE




Déroulement des essais en laboratoire



Enceinte climatique

Balance

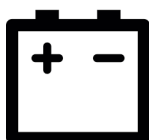
Alimentation	Hauteur	Températures ambiantes	Volumes unitaires	Programmation
	2,4 m	0°C	160 ml	24 échantillonnages 1 toutes les 10 min
			80 ml	
		20°C	250 ml	
			160 ml	
			120 ml	
		30°C	80 ml	
160 ml				
80 ml				

Vitesse d'aspiration

Conforme si vitesse moyenne d'aspiration $\geq 0,5$ m/s



Cycle	PP1			PP2			PAV		
	Temps mesuré (s)	Vitesse (m/s)	Vitesse moyenne d'aspiration (m/s)	Temps mesuré (s)	Vitesse (m/s)	Vitesse moyenne d'aspiration (m/s)	Temps mesuré (s)	Vitesse (m/s)	Vitesse moyenne d'aspiration (m/s)
a	0,97	1,03	1,17	0,88	1,14	1,02	0,75	1,33	1,27
b	0,72	1,39		0,94	1,06		0,82	1,22	
c	0,85	1,18		1,12	0,89		0,72	1,39	
d	0,93	1,08		1,03	0,97		0,88	1,14	



Cycle	PP1			PP2			PAV		
	Temps mesuré (s)	Vitesse (m/s)	Vitesse moyenne d'aspiration (m/s)	Temps mesuré (s)	Vitesse (m/s)	Vitesse moyenne d'aspiration (m/s)	Temps mesuré (s)	Vitesse (m/s)	Vitesse moyenne d'aspiration (m/s)
a	1,5	0,67	0,87	1,54	0,65	0,65	1,62	0,62	0,62
b	0,9	1,11		1,53	0,65		1,59	0,63	
c	1,22	0,82		1,56	0,64		1,65	0,61	
d	1,19	0,84		1,5	0,67		1,56	0,64	



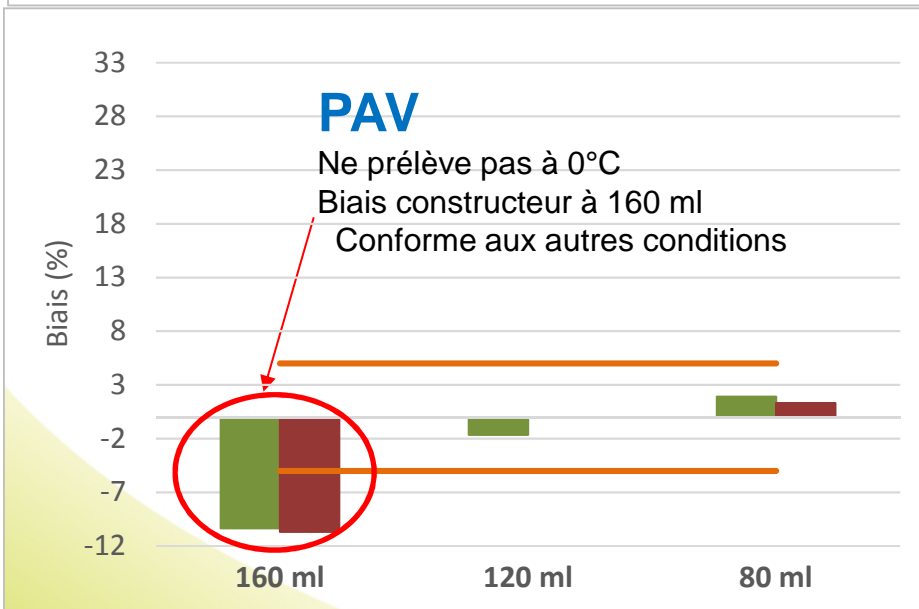
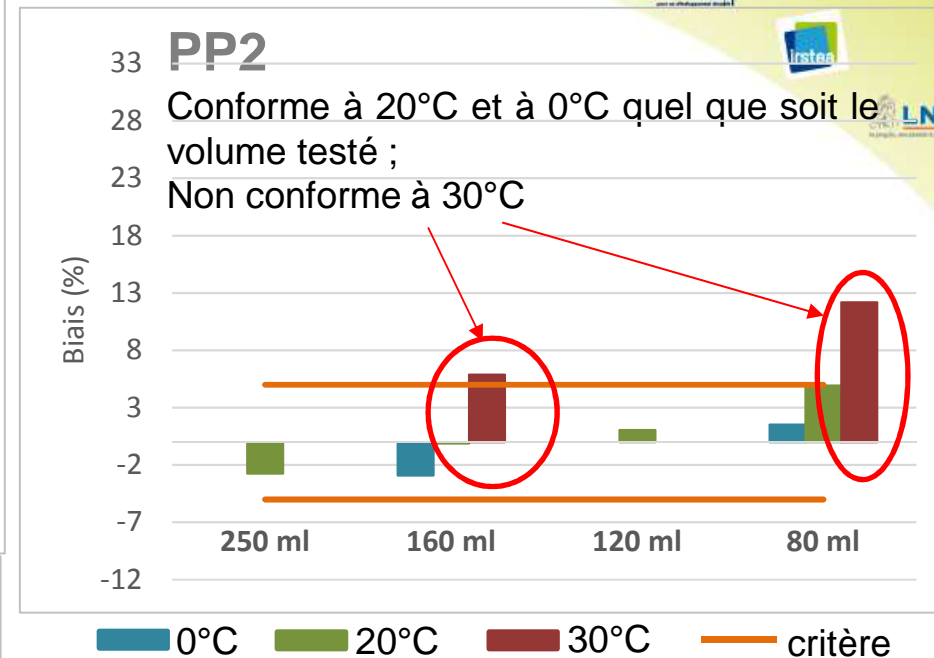
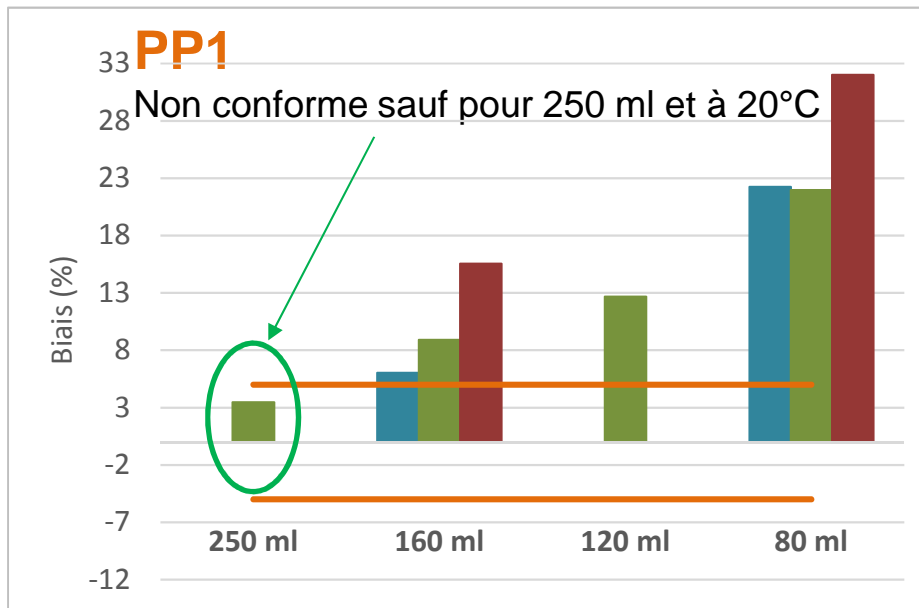
Essais en conditions maîtrisées

Performances

Alimentation secteur



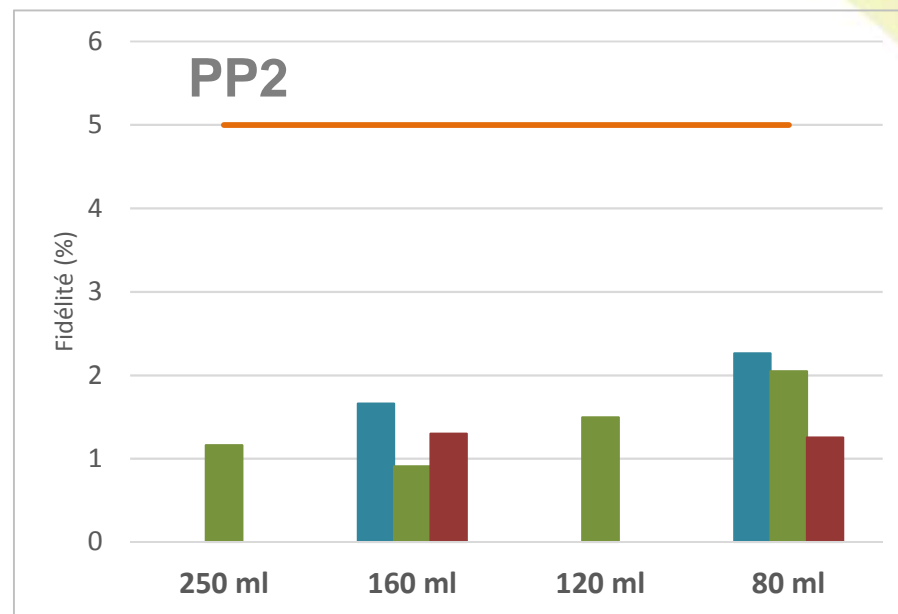
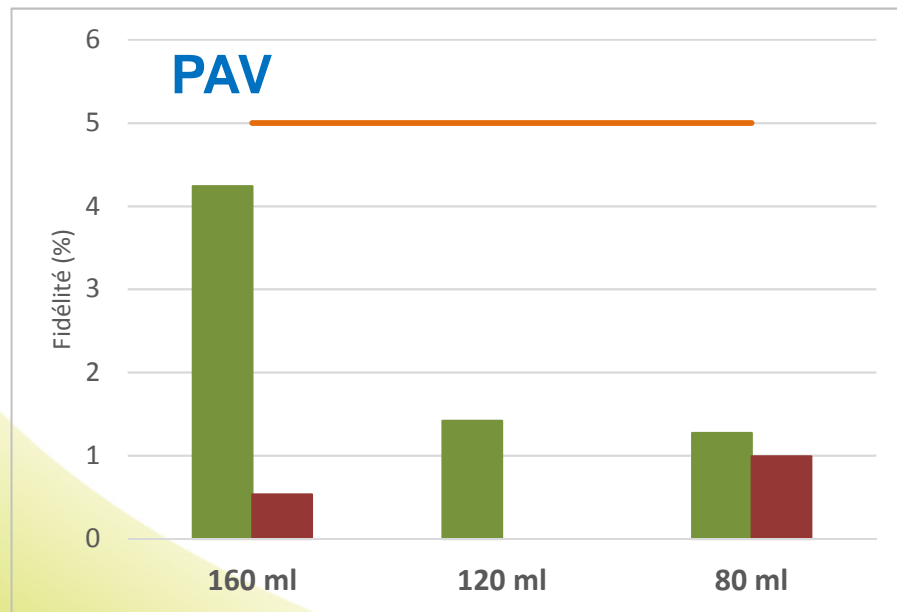
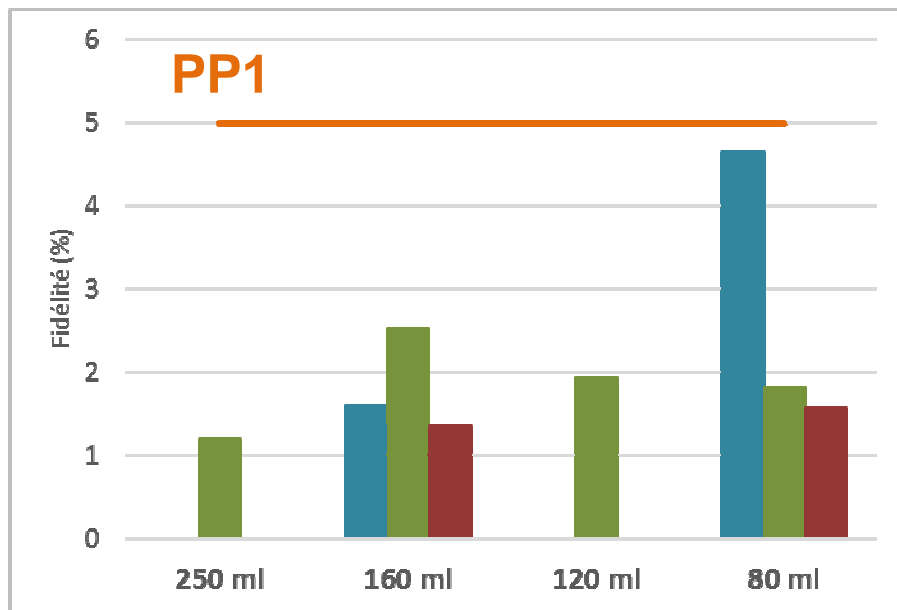
Essais sur secteur - Biais



PP : La température semble avoir un effet sur le volume prélevé ; les biais sont plus importants pour des faibles volumes unitaires

PAV : La température ne semble pas avoir d'effet sur le volume prélevé sauf à 0°C ; à 120 ml et 80 ml, les biais sont du même ordre de grandeur

Essais sur secteur - Fidélité



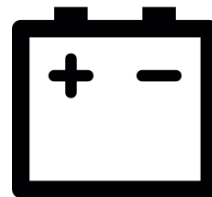
0°C 20°C 30°C critère

Le critère de fidélité est respecté quels que soient le type d'échantillonneur, la température ou le volume testé

Essais en conditions maîtrisées

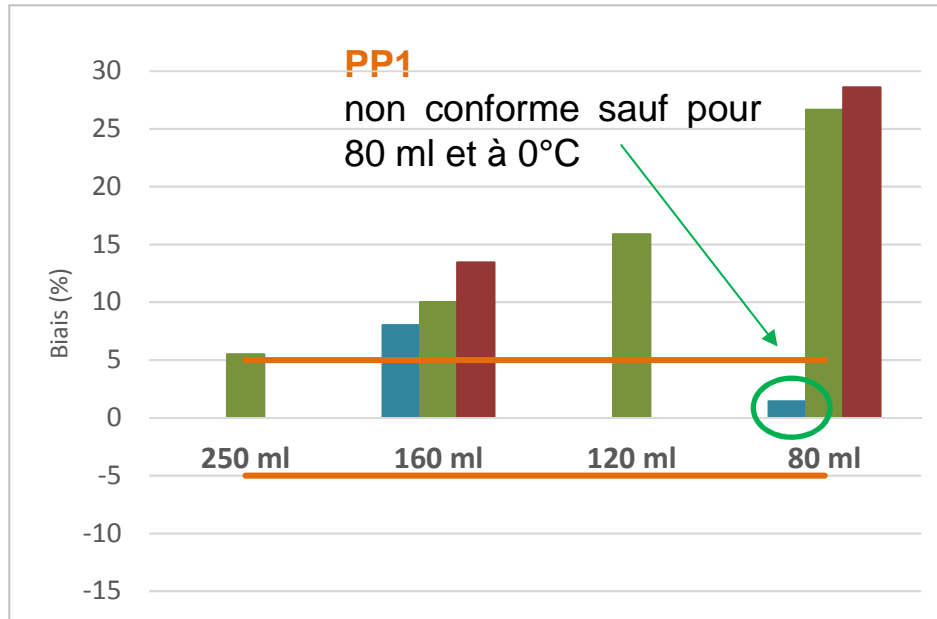
Performances

Alimentation batterie



Essais sur batterie - Biais

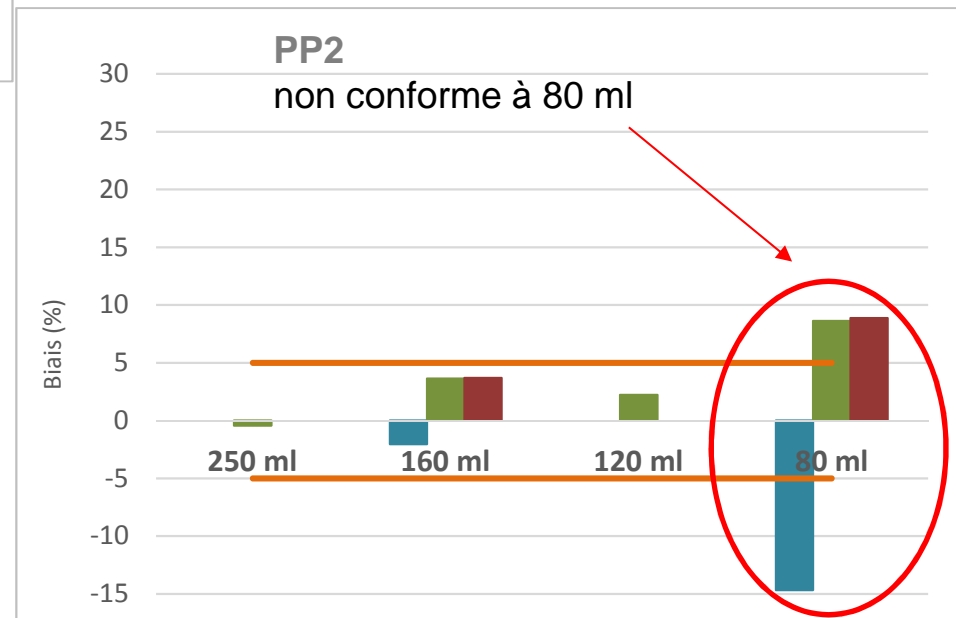
Indisponibilité du PAV pour les essais



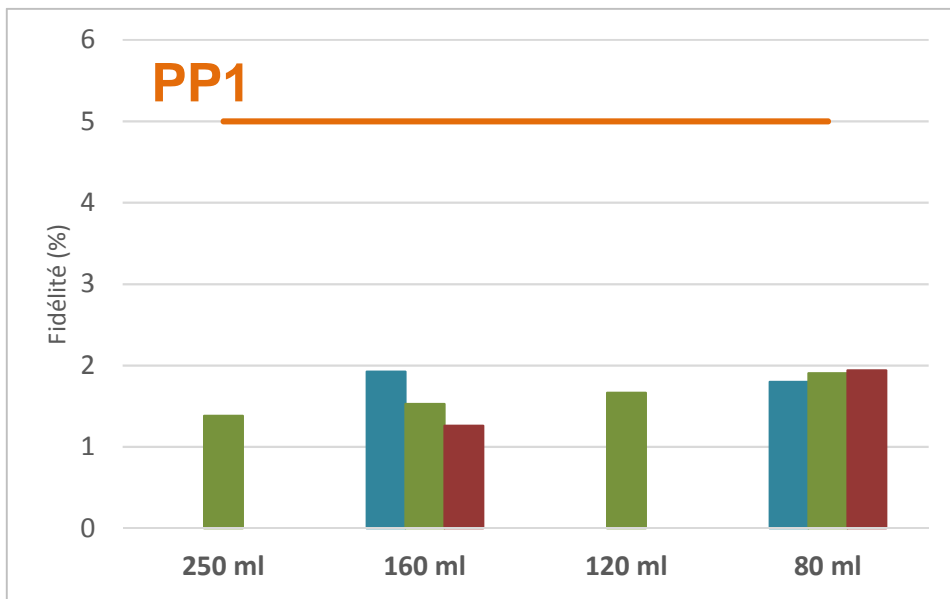
0°C 20°C 30°C critère

En fonction du volume unitaire programmé, le biais obtenu est différent

La température semble avoir un effet sur le volume prélevé

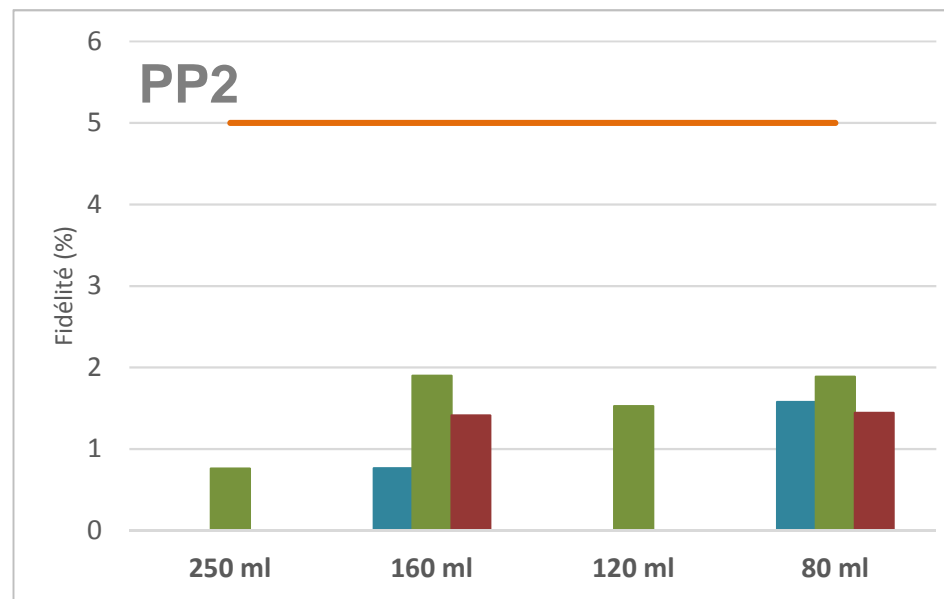


Essais sur batterie - Fidélité



■ 0°C
 ■ 20°C
 ■ 30°C
 — critère

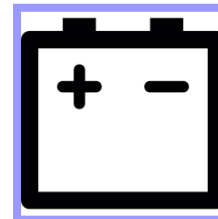
Le critère de fidélité est respecté quels que soient l'échantillonneur, la température ou le volume testé



Essais en conditions maîtrisées


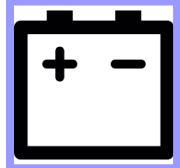




Bilan des Performances

Comparatif secteur/batterie



Comparatif Secteur/Batterie

Conformité des essais de performance : biais conforme ET fidélité conforme

		PP1		PP2		PAV	
							
0°C	160 ml	NC	NC	C	C	Défaut prélèvement	/
	80 ml	NC	C	C	NC	Défaut prélèvement	/
20°C	250 ml	C	NC	C	C	Hors gamme	/
	160 ml	NC	NC	C	C	NC	/
	120 ml	NC	NC	C	C	C	/
	80 ml	NC	NC	C	NC	C	/
30°C	160 ml	NC	NC	NC	C	NC	/
	80 ml	NC	NC	NC	NC	C	/

Essais en conditions maîtrisées

Conclusion

Bilan

Ces critères sont-ils adaptés pour des volumes unitaires inférieurs à 250 ml ?

- Dans un premier temps les PP (même modèle, même série, même historique d'utilisation) sont-ils conformes (biais ET fidélité) à 250 ml ?

PP1 conforme pour 1 essai sur 2
PP2 conforme

- Qu'en est-il pour les volumes unitaires inférieurs ?

A 160 ml

PP1 non conforme

**PP2 conforme pour 5
essais sur 6**

**PAV non conforme
(biais constructeur)**

A 120 ml

PP1 non conforme

PP2 conforme

PAV conforme

A 80 ml

**PP1 conforme pour 1
essai sur 6**

**PP2 conforme pour 2
essais sur 6**

**PAV conforme pour 2
essais sur 3**

PAV

Adapté petits volumes
Biais faibles et constants

PP

Conforme à partir de 120 ml
Performances PP1 ≠ Performances PP2

Campagnes d'échantillonnage (sur le terrain)

Objectif

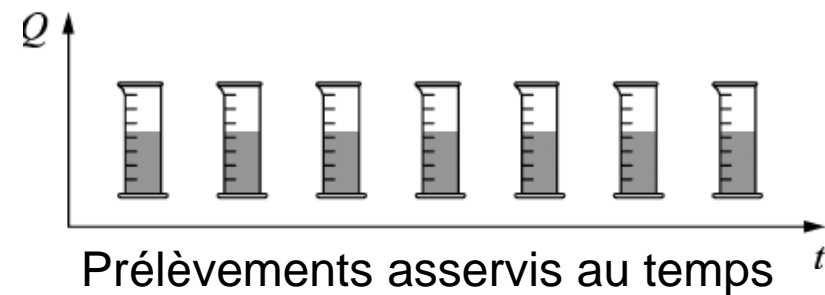
Tester l'impact du volume unitaire sur la représentativité de l'échantillon prélevé

3 volumes unitaires

80 ml

120 ml

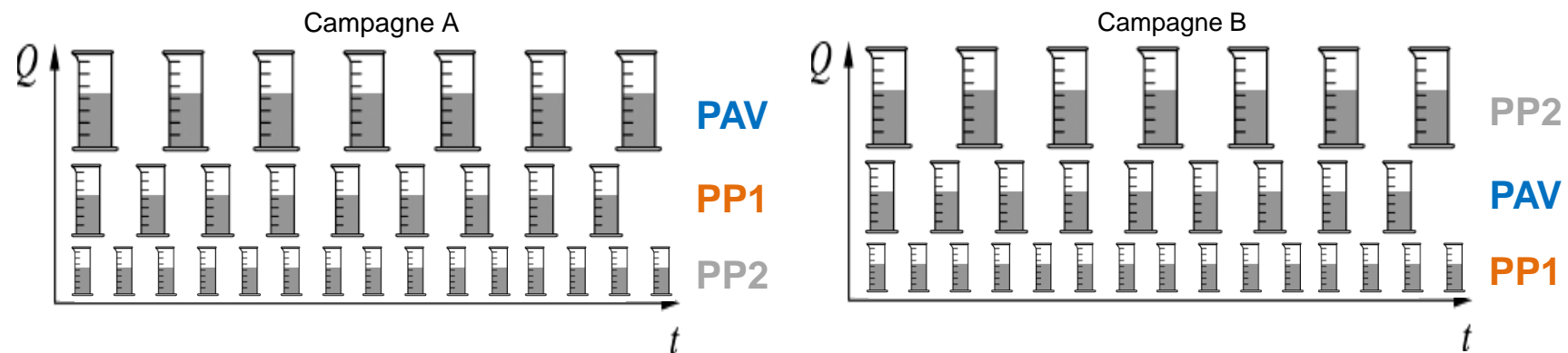
160 ml



Composition chimique
Macro-polluants
uniquement

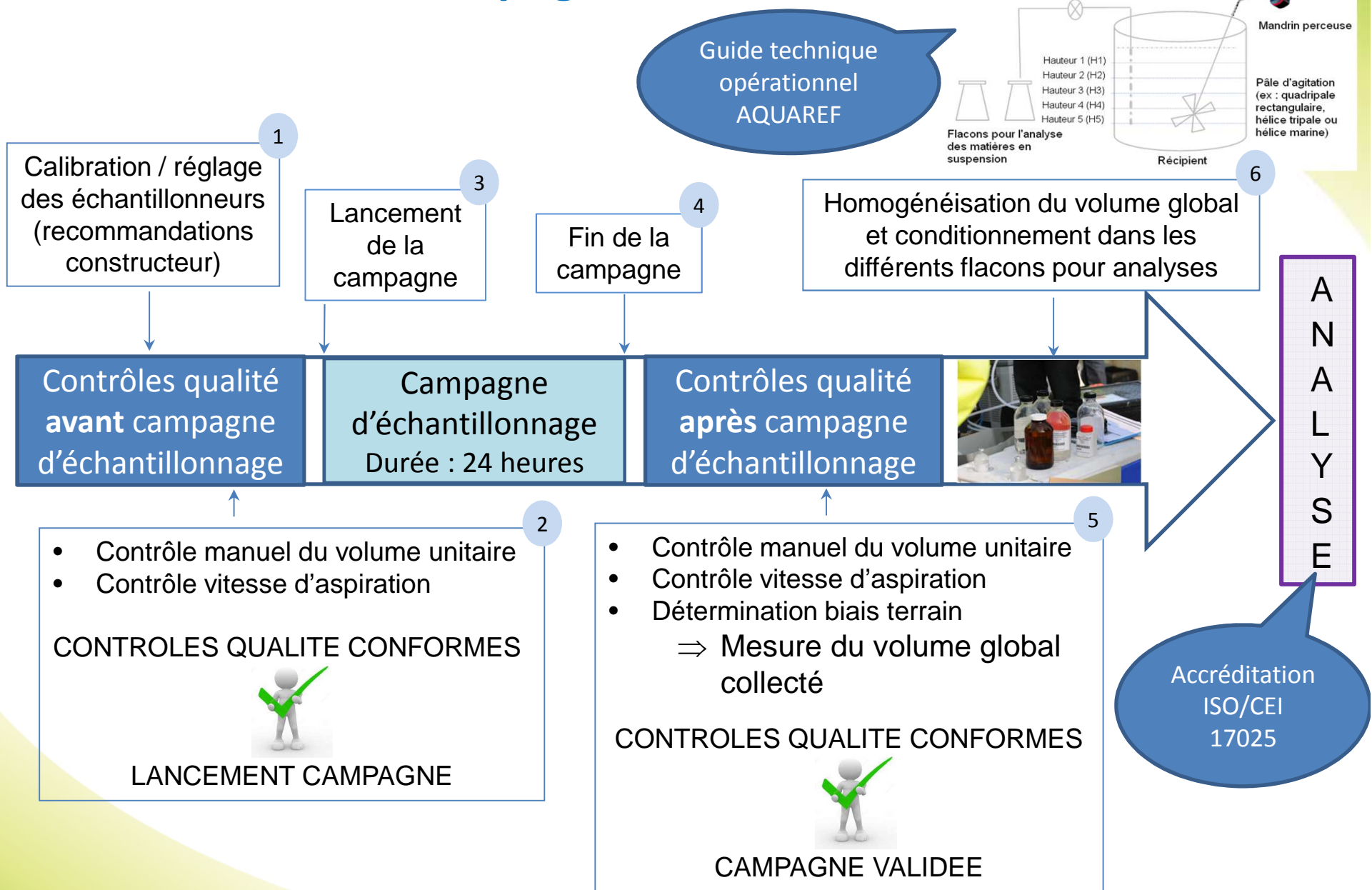
Mise en œuvre

- 2 campagnes d'échantillonnage en avril, sur station d'eau de rejet
- Hauteur d'aspiration : 3,6 m
- Volume global à collecter = 15 L
- Durée d'une campagne = 24 h
- 3 échantillonneurs en parallèle, 3 programmes différents :

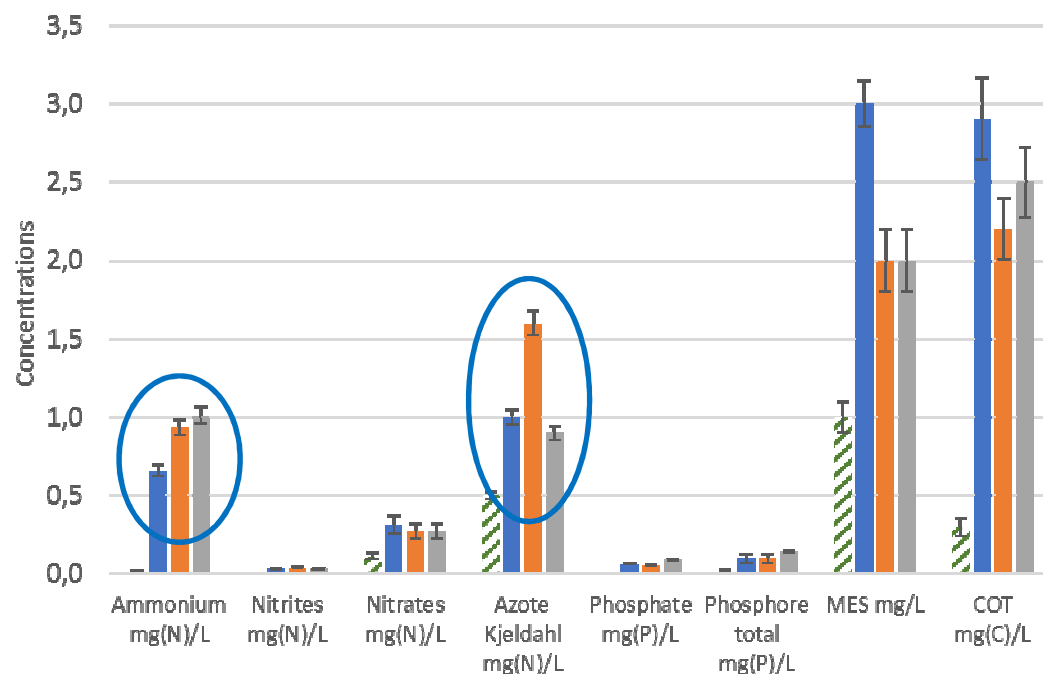


- Echantillonneurs alimentés par batterie
- Echantillonneurs équipés de tuyaux en plastique, flacons collecteurs en plastique
- Recherche des macro-polluants suivants : MES, COT, Azote Kjeldahl, Phosphore total, NH_4^+ , NO_3^- , NO_2^- , PO_4^{3-}

Déroulement des campagnes

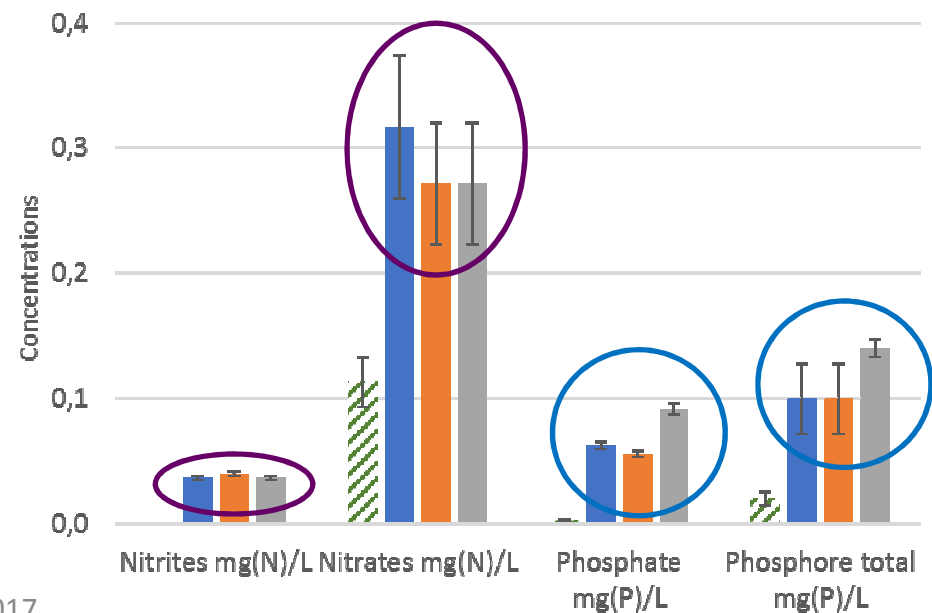


Analyses chimiques



Les concentrations des **Nitrates** et **Nitrites** sont du même ordre de grandeur quels que soient les échantillonneurs et les volumes testés

Les concentrations des **composés phosphorés**, de l'**ammonium** et de l'**azote kjeldahl** semblent être impactées par le choix du volume unitaire



Conclusions et perspectives

Essais laboratoire : Conclusion - Bilan

- Dans les conditions de l'étude, le respect ou non de la conformité repose uniquement sur le critère du biais
- La performance des préleveurs est impactée par
 - la température ambiante (notamment PP1) et
 - par le volume unitaire (80 ml PP ; 160 ml biais constructeur PAV)
- PP : même modèle, même série, même historique d'utilisation mais Performance PP1 \neq performance PP2

D'où l'importance d'évaluer individuellement ses échantillonneurs

- Essais à effectuer à 7 ou 8 m (hauteur maximale d'aspiration) => Nécessité d'avoir une enceinte climatique suffisamment grande
- Mise en œuvre des essais moins contraignante et moins coûteuse si :
 - Echantillonneurs configuration multi-flacons OU
 - Echantillonneurs configuration mono-flacon et utilisation d'une balance dynamique
- NF EN 16479 = Aide. Les protocoles ne sont pas à réaliser en intégralité et sont à adapter pour évaluer son matériel à un coût acceptable.

Essais terrain : Conclusion - Bilan

Ministère de l'Énergie et des Ressources
brgm

Ifremer

INERIS
Institut National de l'Environnement
Industriel et Chimique

AQUAREF
Centre National
de Recherche
et d'Innovation
DRCM - IFREMER
MERS, IRD et IFREMER

Irstea

LNE
Laboratoire National de
Environnement

- Ces campagnes sont une première évaluation des échantillonneurs sur le terrain :
 - Conclusions à confirmer avec de nouvelles campagnes
- Perspectives : Poursuivre les essais avec
 - Eaux de caractéristiques différentes (avec des teneurs en macro-polluants plus importantes)
 - Intégrer une mesure en continu des paramètres → point de comparaison
 - Lors d'autres saisons → autres températures et variations journalières
 - Nombre plus conséquent d'échantillonneurs

Merci pour votre attention

sylvie.ngo@ineris.fr
celine.ferret@ineris.fr