

MATRICES D'EAUX REPRÉSENTATIVES SYNTHÉTIQUES

ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DE CARACTÉRISATION

Outils pour tracer la qualité (Thème E)

Arnaud Papin
Octobre 2014

Programme scientifique et technique
Année 2013

Document final

Contexte de programmation et de réalisation

Ce rapport a été réalisé dans le cadre du programme d'activité AQUAREF pour l'année 2013 dans le cadre du partenariat ONEMA - INERIS 2013, au titre de l'action E1.

Auteur (s) :

Arnaud PAPIN
INERIS
arnaud.papin@ineris.fr

Vérification du document :

Béatrice Lalère
LNE
Beatrice.lalere@lne.fr

Les correspondants

Onema : I. BARTHE-FRANQUIN, isabelle.barthe-franquin@onema.fr

Etablissement : ONEMA

Référence du document : Arnaud PAPIN - Matrices d'eaux représentatives synthétiques - Etude expérimentale de caractérisation - Outils pour tracer la qualité - 27 p.

Droits d'usage :	<i>Accès libre</i>
Couverture géographique :	<i>International</i>
Niveau géographique :	<i>National</i>
Niveau de lecture :	<i>Professionnels, experts</i>
Nature de la ressource :	<i>Document</i>

1. CONTEXTE	7
2. PROTOCOLE	9
3. FABRICATION DES EAUX	11
3.1 Eau naturelle.....	11
3.2 Eaux résiduaires	11
4. CARACTÉRISATION DES EAUX	15
4.1 Caractéristiques mesurées par l'INERIS	16
4.2 Caractéristiques mesurées par Eurofins	17
5. SUIVI DANS LE TEMPS DES PARAMÈTRES D'INFLUENCE DANS LES EAUX RECONSTITUEES	19
5.1 paramètres globaux	19
5.2 Anions.....	22
5.3 Cations	24
6. CONCLUSION.....	27

PRÉAMBULE

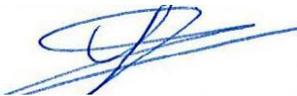
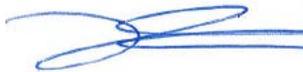
Le présent rapport a été établi sur la base des informations fournies à l'INERIS, des données (scientifiques ou techniques) disponibles et objectives et de la réglementation en vigueur.

La responsabilité de l'INERIS ne pourra être engagée si les informations qui lui ont été communiquées sont incomplètes ou erronées.

Les avis, recommandations, préconisations ou équivalent qui seraient portés par l'INERIS dans le cadre des prestations qui lui sont confiées, peuvent aider à la prise de décision. Etant donné la mission qui incombe à l'INERIS de par son décret de création, l'INERIS n'intervient pas dans la prise de décision proprement dite. La responsabilité de l'INERIS ne peut donc se substituer à celle du décideur.

Le destinataire utilisera les résultats inclus dans le présent rapport intégralement ou sinon de manière objective. Son utilisation sous forme d'extraits ou de notes de synthèse sera faite sous la seule et entière responsabilité du destinataire. Il en est de même pour toute modification qui y serait apportée.

L'INERIS dégage toute responsabilité pour chaque utilisation du rapport en dehors de la destination de la prestation.

	Rédaction	Vérification	Approbation
NOM	Arnaud Papin	Marie-Pierre STRUB	Nicolas ALSAC
Qualité	Ingénieur à l'Unité « Ressources Analytiques » Direction des Risques Chroniques	Ingénieur au Pôle « Caractérisation de l'Environnement » Direction des Risques Chroniques	Responsable du Pôle « Caractérisation de l'Environnement » Direction des Risques Chroniques
Visa			

1. CONTEXTE

La caractérisation des performances des méthodes analytiques appliquées aux eaux résiduaires conduit à des données qui sont fortement dépendantes de la matrice considérée. Cette constatation a pu être faite à de nombreuses reprises, dans le cadre de l'opération 3 RSDE, où elles sont utilisées par exemple par les exploitants pour sélectionner leur prestataire analytique. La faible robustesse de ces données, qui a conduit à de nombreux cas de non-conformité, reste cependant peu connue. Il résulte de l'absence de sa prise en compte à la fois une distorsion de concurrence entre prestataires utilisant des matrices de validation différentes, et une insatisfaction du commanditaire qui réceptionne des résultats sur des performances modifiées en cours de contrat, dérogations 3 RSDE par exemple. Il est donc nécessaire de disposer de matrices vierges pour pouvoir évaluer certaines caractéristiques telles que la LQ, car il est impossible de trouver des matrices types sans analyte.

La communauté des laboratoires prestataires portant un intérêt à la métrologie a demandé à AQUAREF, dans le cadre de la commission de normalisation T90Q, de préparer un texte normatif proposant un nombre restreint de matrices utilisables pour la caractérisation des performances des méthodes de mesure sur les eaux naturelles et résiduaires. Ce projet a pour but de donner un cadre aux données de performance affichées par différents prestataires, et ainsi d'améliorer leur comparabilité.

A partir de données bibliographiques et expérimentales collectées auprès de laboratoires occupant des positions similaires aux Pays-Bas, au Royaume-Unis et aux Etats-Unis, le LNE et l'INERIS ont développé un projet de texte accepté par la CN T90Q sous la référence T90 Q/N-200.

Cette étude a pour but de vérifier la faisabilité de la préparation des eaux résiduaires synthétiques proposées dans le « Guide pour la sélection d'une matrice représentative d'un domaine d'application » (Annexe B), les caractériser et étudier la stabilité des paramètres d'influence sur une semaine.

2. PROTOCOLE

Le protocole de reconstitution d'une eau de rejet de référence s'appuie sur l'utilisation d'une eau naturelle issue du même bassin que la localisation du rejet, car les eaux de rejets ont été identifiées comme des eaux prélevées localement dans une masse, ayant pris part à un process industriel. Elles conservent donc des caractéristiques de composition en éléments majeurs découlant de la composition des eaux initiales.

Pour la fabrication de l'eau naturelle, de l'eau de l'Oise a été diluée au 1/10 dans l'eau de source de la Neuville-en-Hez (60) afin de s'affranchir des polluants anthropiques classiques de la contamination de l'Oise (HAP, phtalates, par exemple).

Les cinq eaux résiduaires reconstituées, telles que définies dans le projet T90 Q/N-200, sont l'eau de STEU, l'eau de rejet, l'effluent synthétique 1, l'effluent synthétique 2 et l'effluent synthétique 3. Elles ont été fabriquées selon l'Annexe B2 du « Guide pour la sélection d'une matrice représentative d'un domaine d'application ».

Les paramètres choisis pour cette étude sont les paramètres d'influence retenus par le projet normatif, à savoir :

- le pH,
- la conductivité à 25 °C,
- les Matières En Suspension (MES),
- le Carbone Organique Total et le Carbone Organique Dissous (COT/COD),
- les anions : chlorures (Cl⁻), nitrates (NO₃⁻), phosphates (PO₄³⁻), sulfates (SO₄²⁻),
- les cations : sodium (Na⁺), ammonium (NH₄⁺), potassium (K⁺), magnésium (Mg²⁺), Calcium (Ca²⁺),

Les mesures de la DCO et de la DBO ont été ajoutées au jeu des paramètres d'influence à la demande de la CN T90Q car ces paramètres, prescrits de manière systématique dans le cadre de l'auto-surveillance, constituent une caractéristique explicite pour la majorité des laboratoires. Leur détermination a été effectuée par le laboratoire Eurofins IPL Nord (ex. Institut Pasteur de Lille).

Un suivi de la stabilité des eaux résiduaires a été réalisé sur 7 jours avec conservation des eaux à température ambiante au cours de ces essais. La durée de 7 jours a été définie par rapport aux plans d'expérience des normes NF T90-210 et NF T90-220, qui impliquent des mesures sur 5 jours.

L'étude de la stabilité n'a pas été réalisée pour l'eau naturelle reconstituée. Les paramètres de constitution (majeurs) de celle-ci ont été ajustés pour correspondre à ceux de l'eau de l'Oise.

3. FABRICATION DES EAUX

3.1 EAU NATURELLE

Selon le § 7.1 du projet de norme FD T xxxx, pour disposer d'une matrice réelle exempte de(s) analyte(s) d'intérêt, il est possible de préparer une matrice représentative en diluant une matrice réelle peu concentrée de manière à ramener la concentration en analyte(s) d'intérêt à une valeur inférieure à la LQ établie pour la méthode. Après dilution, certains paramètres pourront être réajustés de manière à ce que la teneur de chaque paramètre d'influence reste comprise dans le domaine d'application défini par l'analyste.

Ainsi, 25 L d'eau de l'Oise et 25 L d'eau de source de La Neuville-en-Hez ont été prélevés le 29/04/13. Deux litres d'une dilution au 1/10 de l'eau de l'Oise dans l'eau de source ont été préparés le 30/04/13 (200 mL d'eau de l'Oise ajusté à 2 L par de l'eau de source).

Des paramètres ont été réajustés pour approcher les niveaux initiaux de ceux de l'Oise :

- MES par ajout de cellulose microcristalline ;
- COD/COT par ajout de phtalate acide de potassium.

3.2 EAUX RÉSIDUAIRES

Eau de STEU (B2.1)

La préparation est résumée dans le tableau 1 :

Tableau 1 : Reconstitution de l'eau de STEU B2.1

	Qualité/Fournisseur	Recettes du guide	Mode opératoire mis en oeuvre
Volume final	/	2 000 mL	2 000 mL
Eau déionisée	Eau MilliQ/Millipore	Qsp 2 000 mL	Qsp 2000 mL
Cellulose microcristalline	>99 %/CHEMLAB	400 mg Séchée à 105°C jusqu'à masse constante	402,8 mg Séchée à 105°C pendant 48 h ¹
Sel pour aquarium d'eau de mer	Marin Sea Salt Tetra®	2000 mg Séché à 105°C jusqu'à masse constante	2008,3 mg Séché à 105°C pendant 48 h ¹
Kaolin	Argile blanche ultra ventilée/Argiletz laboratoire	80 mg	80,8 mg
Bière dégazée	33 Export	120 mL Agitée puis repos pendant 24 h	120 mL Agitée puis repos pendant 48h

¹ Les procédures internes du laboratoire pour la mise à poids constant de la cellulose microcristalline ont démontré que la durée de séchage de 48 h était adaptée.

Eau de rejet (B2.2)

Les masses d'urée et de chlorure d'ammonium, de dihydrogénophosphate de potassium, de chlorure d'aluminium et de sulfate ferrique étant trop petites pour être pesées, une solution concentrée a été réalisée.

Les masses et les concentrations sont présentées dans le tableau 2 :

Tableau 2 : Préparation d'une solution concentrée pour reconstitution de l'eau de rejet B2.2

Composés	Qualité Fournisseur	Eq. donnés par le guide	Masses Eq. en composés			Masses des composés pour 1 L de solution concentrée			Volume de solution concentrée pour 2 L d'eau de rejet
Urée (1) + NH ₄ Cl (2)	Purum p.a./FLUKA Puriss p.a./SIGMA	eq 20 mg N	42,9 (1)	38,2 (2)	mg	429 (1)	382 (2)	mg	10 mL
KH ₂ PO ₄	v.p./CHEMLAB	eq 2 mg P	8,79		mg	879		mg	
AlCl ₃ , 6H ₂ O	Purum p.a./FLUKA	eq 400 µg Al	3,579		mg	358		mg	
Fe ₂ (SO ₄) ₃ (23 %Fe)	Puriss p.a./SIGMA	eq 400 µg Fe	1,739		mg	174		mg	
Eau du robinet	Eau du réseau INERIS	-	-			Qsp 100 mL			

La préparation finale de l'eau de rejet est présentée dans le tableau 3 :

Tableau 3 : Reconstitution de l'eau de rejet B2.2

	Qualité/Fournisseur	Qtés théoriques	Qtés réelles
Volume final	/	2000 mL	2000 mL
Eau du robinet	Eau du réseau INERIS	Qsp 2000 mL	Qsp 2000 mL
Cellulose microcristalline	>99%/CHEMLAB	500 mg Séchée à 105°C jusqu'à masse constante	500,9 mg Séchée à 105°C pendant 48h
Solution concentrée (tableau II)	/	10 mL	10 mL

Eau Synthétique 1(B3)

Les eaux synthétiques 1 et 2 ayant des teneurs identiques pour certains sels, une solution mère concentrée, utilisable pour les deux types d'eaux, a été réalisée.

La préparation est résumée dans le tableau 4 :

Tableau 4 : solution mère pour les eaux synthétiques

Composés	Qualité Fournisseur	Masses (mg) données par le guide pour 1 L de solution mère	Masses théoriques (mg) pour 1 L de solution concentrée	Masses réelles (mg) pour 1 L de solution concentrée	Volume (mL) de solution concentrée pour 1 L d'eau synthétique
Urée	Purum p.a./FLUKA	30	300	305	100
Levure	de panification/F ALA	110	1 100	1 096	
NaCl	RP normapur/VWR	7	70	74,5	
KH ₂ PO ₄	v.p./CHEMLAB	28	280	283	
CaCl ₂	RP normapur /VWR	28	280	284	
MgSO ₄	Analytical reagent grade /Fisher	28	280	280	
Eau désionisée	Eau MilliQ / Millipore	-	-	Qsp 100 mL	

La préparation finale de l'eau Synthétique 1 est présentée dans le tableau 5 :

Tableau 5 : Préparation de l'eau synthétique 1 (B3)

	Qualité/Fournisseur	Qtés théoriques	Qtés réelles
Volume final	/	1 000 mL	1 000 mL
Eau désionisée	Eau MilliQ/Millipore	Qsp 1 000 mL	Qsp 1 000 mL
Cellulose microcristalline	>99%/CHEMLAB	400 mg Séchée à 105°C jusqu'à masse constante	404 mg Séchée à 105°C pendant 48h
Solution concentrée (tableau 4)	/	100 mL	100 mL

Eau Synthétique 2 (B4)

La préparation finale de l'eau Synthétique 2 est présentée dans le tableau 6 suivant :

Tableau 6 : Préparation de l'eau synthétique 2 (B4)

	Qualité/Fournisseur	Qtés théoriques	Qtés réelles
Volume final	/	1 000 mL	1 000 mL
Eau dé ionisée	Eau MilliQ/Millipore	Qsp 1 000 mL	Qsp 1 000 mL
Peptone	Fisher Scientific	400 mg	404 mg
Solution concentrée (tableau 4)	/	100 mL	100 mL

Eau Synthétique 3 (B5)

La préparation de l'eau Synthétique 3 est présentée dans le tableau 7 :

Tableau 7 : Préparation de l'eau synthétique 3 (B5)

	Qualité/Fournisseur	Qtés théoriques	Qtés réelles
Volume final	/	1 000 mL	1 000 mL
Eau minérale	Eau d'Evian®	Qsp 1 000 mL	Qsp 1 000 mL
Viandox®	Knorr®	10 g	10,00 g
Levure	de panification/FALA®	1 g	1,00 g

4. CARACTÉRISATION DES EAUX

Un premier lot a été préparé le 05/08/2013 (J0). Les analyses ont été effectuées au sein de l'unité « Ressource Analytique » de l'INERIS sur les deux types d'eaux (naturelles et résiduaires) avec les techniques analytiques classiques dans le domaine des eaux (chromatographie d'échange d'ions pour les anions et cations, sondes spécifiques pour le pH et la conductivité et analyseur de carbone organique pour le COT et le COD).

Les paramètres pH, conductivité, MES et cations ont été analysés à J0, J2, J3 et J7. Les mesures de COT et COD ont été réalisées en double, à J0, J2, J3 et J8. Les anions ont été analysés aux dates suivantes :

- Eaux de STEU et de rejet : Mesures à J1 - J2 - J3 et J9
- Autres eaux synthétiques : Mesures à J2 - J3 - J4 et J9

A l'issue de la présentation des résultats de caractérisation à la commission de normalisation T90Q, les membres ont souhaité disposer de valeurs caractéristiques pour des paramètres réglementaires autres que les paramètres d'influence définis dans le projet de norme XP T90-230. Pour la caractérisation de ces paramètres supplémentaires (DCO, DBO₅, NTK, ...) par le laboratoire Eurofins IPL Nord, un nouveau lot des cinq eaux a été préparé le lundi 04 novembre 2013 et envoyé au laboratoire le jour même.

La seconde série d'analyses (DCO/DBO₅, MES,...) a été réalisée à partir du 05 novembre. D'autres paramètres dont les métaux ont été analysés dans la semaine suivant leur réception avec les techniques analytiques classiques dans le domaine des eaux (chromatographie d'échange d'ions pour les anions et cations, ICP-AES et ICP-MS pour les métaux, photomètre pour la DCO et sonde à oxygène pour la DBO₅).

Le paragraphe 4.1 présente les résultats INERIS (suivi sur 7 jours) de la première série d'analyse.

Le paragraphe 4.2 présente les résultats du laboratoire Eurofins IPL Nord (analyse à partir de J+2) de la seconde série d'analyse.

4.1 CARACTÉRISTIQUES MESURÉES PAR L'INERIS

Eau résiduaire	Jours	pH		Conductivité μS/cm à 25	MES mg/L	COT mg/L	COD mg/L	Cl- mg/L	PO ₄ ⁻⁻⁻ mg/L	SO ₄ ⁻ mg/L	NO ₃ ⁻ mg/L	NH ₄ ⁺ mg/L	Na mg/L	K mg/L	Mg mg/L	Ca mg/L
Eau de STEU	J0	4,69	à 25,4°C	1 877	235	1 784	1 735	520	27,0	72,6	1,03	< 0,02	274	39,8	36,9	13,6
						1 800	1 714									
	J+2	5,44	à 23,8°C	1 884	261	1 796	1 783	514	25,9	72,0	0,94	< 0,02	281	39,3	36,3	11,5
						1 843	1 846									
	J+3	5,62	à 22,9°C	1 874	256	1 801	1 757	511	20,8	72,6	0,95	< 0,02	265	36,8	34,1	11,4
						1 768	1 714									
J+7	4,45	à 21,5°C	1 884	382	1 748	1 728	533	19,3	74,2	0,89	< 0,02	285	40,2	40,1	11,8	
					1 737	1 722										
Eau de rejet	J0	7,63	à 25,6°C	674	253	76,1	3,02	25,5	1,98	33,1	24,6	0,76	12,6	3,88	11,8	102
						76,3	2,91					0,80	13,6	3,99	12,1	111
	J+2	7,81	à 23,8°C	692	234	75,6	3,91	25,6	1,87	33,4	24,7	0,75	13,5	3,91	11,8	107
						75,6	4,04									
	J+3	7,75	à 22,9°C	680	240	69,9	3,20	25,8	1,91	33,3	24,8	0,72	13,7	3,69	11,6	103
						73,2	3,85									
J+7	7,88	à 21,5°C	678	242	60,2	3,20	26,7	1,86	34,7	26,2	0,84	13,9	3,73	13,9	69,8	
					64,6	2,73										
Eau synthétique 1	J0	6,44	à 25,1°C	122	338	73,8	8,46	18,1	21,2	10,8	< 0,05	0,13	2,95	8,25	2,56	7,89
						75,1	8,87					0,14	3,01	8,39	2,59	8,30
	J+2	7,09	à 23,8°C	154	402	88,1	8,28	18,1	18,2	10,7	< 0,05	0,07	2,99	8,35	2,58	12,8
						91,2	8,07									
	J+3	7,11	à 23,0°C	146	418	68,8	8,78	18,1	17,7	10,8	< 0,05	0,07	3,22	7,87	2,46	12,1
						71,2	7,47									
J+7	7,18	à 21,8°C	149	488	104	10,6	18,7	19,1	11,1	< 0,05	0,32	2,74	7,70	2,66	7,93	
					108	9,3										
Eau synthétique 2	J0	6,37	25,1°C	164	38,0	196	177	21,0	27,8	16,2	< 0,05	1,40	8,38	10,9	2,54	6,73
						192	180					1,55	8,67	11,0	2,58	7,26
	J+2	6,74	23,9°C	231	55,2	170	143	21,2	16,7	16,3	< 0,05	1,53	8,51	12,1	2,46	7,21
						169	141									
	J+3	6,89	23,1°C	270	48,6	151	125	21,1	15,9	16,1	< 0,05	17,4	8,48	12,3	2,33	6,97
						152	128									
J+7	7,17	21,8°C	458	69,7	96,9	76,2	21,9	15,8	16,9	< 0,05	54,2	8,40	12,3	2,61	4,68	
					95,5	76,1										
Eau synthétique 3	J0	6,81	25,7°C	3 900	349	640	438	1 072	27,4	13,5	4,10	< 0,02	807	25,0	25,6	73,3
						623	435					< 0,02	744	25,7	26,0	77,0
	J+2	6,69	23,9°C	4 020	403	542	399	1 075	25,3	13,7	< 0,05	< 0,02	724	24,4	25,8	79,5
						538	397									
	J+3	6,89	23,1°C	4 040	449	492	360	1 066	10,5	13,1	< 0,05	23,8	699	20,8	22,3	73,7
						477	340									
J+7	6,82	21,8°C	4 060	556	333	179	1 092	9,3	13,5	< 0,05	31,2	678	22,0	25,3	46,1	
					328	175										

Eau naturelle	pH	Conductivité	MES	COT	K+	Na+	NO3-	PO4---	SO4--	Cl-
		μS/cm à 25°C	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
Eau de l'Oise	8,17	627	10,6	2,62	3,8	13,0	19,7	0,09	31,9	26,2
Eau de source	8,13	660	0,89	2,17	6,1	15,7	0,08	0,08	35,0	13,0
Eau de l'Oise 1/10 réajustée	8,13	649	2,21	2,45	2,6	15,2	2,1	0,08	33,4	13,5

4.2 CARACTÉRISTIQUES MESURÉES PAR EUROFINIS

Eau résiduaire	MES	DCO	DBO ₅	COT	COD	NTK	NO ₃ ⁻	NO ₂ ⁻	NH ₄ ⁺	PO ₄ ⁻⁻⁻	SO ₄ ⁻⁻	Cl ⁻
	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
Eau de STEU	216	6 520	4 560	4 130	2 400	36	< 0,5	< 0,05	2,90	30,0	85	480
Eau de rejet	231	275	73	34,6	13,8	< 1	20,5	< 0,05	0,40	1,10	40	25
Eau synthétique 1	299	470	130	26,0	15,8	15	< 0,5	< 0,05	0,40	19,6	11	16
Eau synthétique 2	31	415	250	198	165	70	< 0,5	< 0,05	20,5	17,7	17	21
Eau synthétique 3	364	1 460	700	500	438	109	< 0,5	0,47	27,4	30,5	17	1 076

Eau résiduaire	Al	As	Ca	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	Hg	K	Mg	Mn	Na	Ni
	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
Eau de STEU	1,520	< 0,005	13,0	< 0,002	< 0,003	< 0,005	< 0,005	0,035	< 0,0005	52,3	31,6	0,007	237	< 0,010
Eau de rejet	0,073	< 0,005	110	< 0,002	< 0,003	< 0,005	0,722	0,092	< 0,0005	2,99	11,5	< 0,005	12,4	0,240
Eau synthétique 1	0,062	< 0,005	8,18	< 0,002	< 0,003	< 0,005	< 0,005	< 0,025	< 0,0005	6,13	2,78	< 0,005	2,36	< 0,010
Eau synthétique 2	0,020	< 0,005	8,23	< 0,002	< 0,003	< 0,005	< 0,005	< 0,025	< 0,0005	8,63	2,74	< 0,005	7,15	< 0,010
Eau synthétique 3	< 0,020	< 0,005	74,3	< 0,002	< 0,003	< 0,005	< 0,005	< 0,025	< 0,0005	42,2	31,6	0,005	684	< 0,010

Eau résiduaire	P mg/L	Pb mg/L	Sb mg/L	Se mg/L	Sn mg/L	Ti mg/L	Zn mg/L
Eau de STEU	11,9	< 0,002	< 0,005	0,0002	< 0,005	0,700	< 0,010
Eau de rejet	0,50	0,010	< 0,005	0,0016	< 0,005	< 0,010	0,743
Eau synthétique 1	6,24	< 0,002	< 0,005	0,0001	< 0,005	0,025	< 0,010
Eau synthétique 2	6,79	< 0,002	< 0,005	0,0003	< 0,005	0,085	< 0,010
Eau synthétique 3	14,7	< 0,002	< 0,005	0,0003	< 0,005	0,041	0,014

Pour les eaux résiduaires, des différences entre les résultats INERIS et Eurofins sont observables, elles concernent les paramètres ammonium et COT/COD.

Dans les eaux synthétiques 2 et 3, les données INERIS montrent une augmentation de la teneur en **ammonium** au-delà de 3 jours suivant la date de préparation de l'eau. Les mesures Eurofins ont été réalisées au moins 3 jours après la date de préparation des eaux. Par comparaison avec les données INERIS correspondant au même délai analytique, les résultats sont cohérents. Pour les eaux de STEU, l'utilisation d'un réactif différent peut justifier la différence de valeur.

Pour la mesure du carbone organique, les deux laboratoires utilisent une méthode d'analyse par oxydation thermique. Les principaux écarts concernent les eaux de STEU, de rejet et l'eau synthétique 1. Le carbone organique est apporté par différents constituants :

- la cellulose microcristalline en suspension et la bière dans l'eau de STEU ;
- la cellulose microcristalline en suspension et l'urée dans l'eau de rejet ;
- la cellulose microcristalline en suspension, l'urée et la levure dans l'eau synthétique 1.

La valeur théorique en carbone organique dépend de la teneur en carbone organique dans la bière, dans la levure et de la quantité de cellulose microcristalline en suspension.

La bière utilisée pour la préparation de l'eau de STEU «INERIS» (bière 33 Export), n'est pas la même que celle (Leffe) utilisée pour la préparation de l'eau de STEU «Eurofins».

Les valeurs en COT et COD évoluent au cours du temps dans les eaux synthétiques en raison notamment d'une activité biologique due à la présence de levures.

Les analyses élémentaires montrent que ces matrices ne pourront pas être utilisées pour la validation d'une méthode analytique des éléments majeurs dont elles sont constituées (Cl⁻, SO₄²⁻, métaux alcalins, ...).

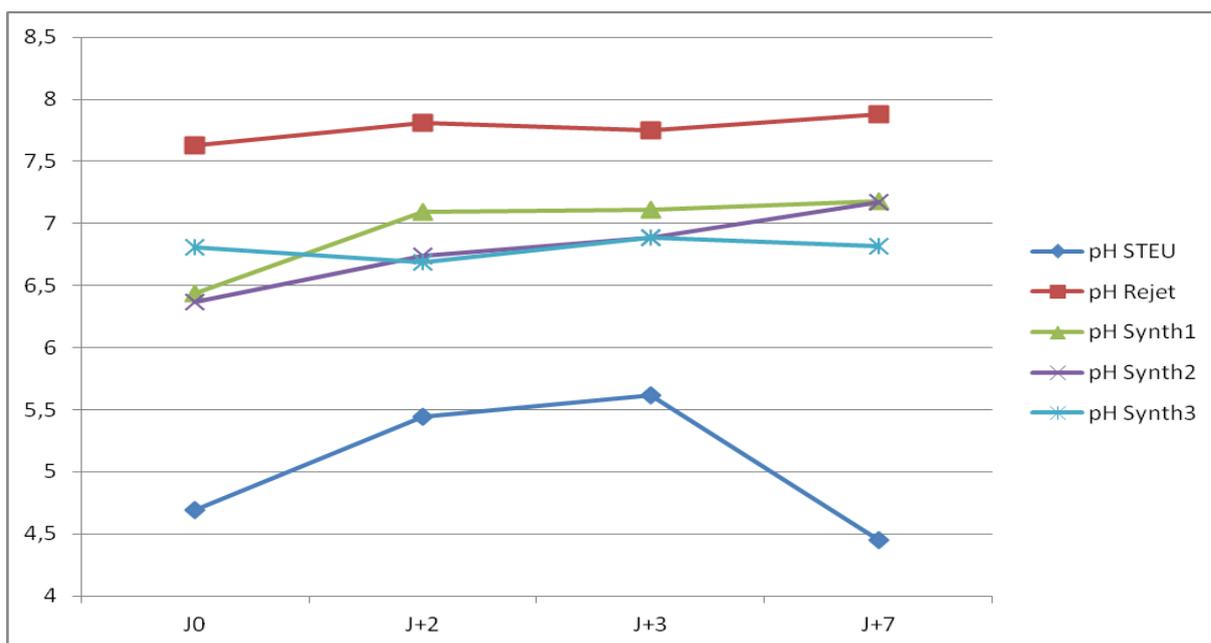
Pour les eaux naturelles, il a été possible de réajuster les paramètres MES et COT après dilution, sans vouloir retrouver exactement les niveaux initiaux de l'eau avant dilution.

5. SUIVI DANS LE TEMPS DES PARAMÈTRES D'INFLUENCE DANS LES EAUX RECONSTITUEES

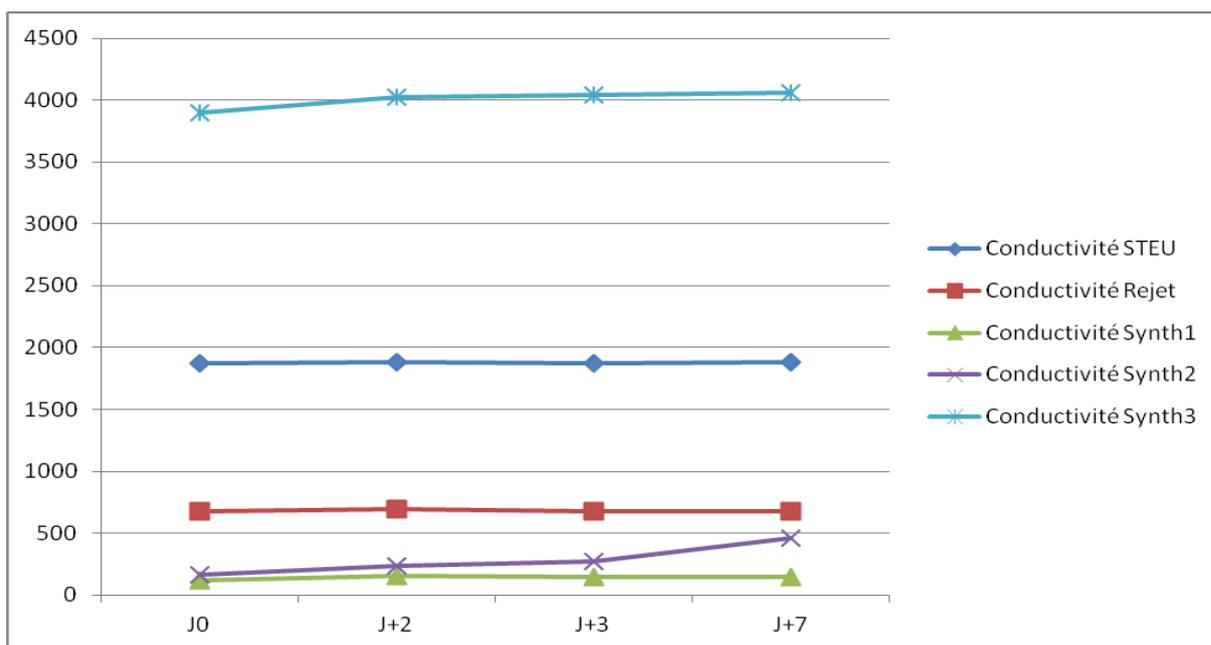
Afin d'illustrer la stabilité dans le temps des différentes recettes, l'ensemble des données obtenues sur les différentes eaux représentatives ont été représentées sous forme de graphe. Ces graphes ont été tracés à partir des données analytiques obtenues par l'INERIS.

5.1 PARAMÈTRES GLOBAUX

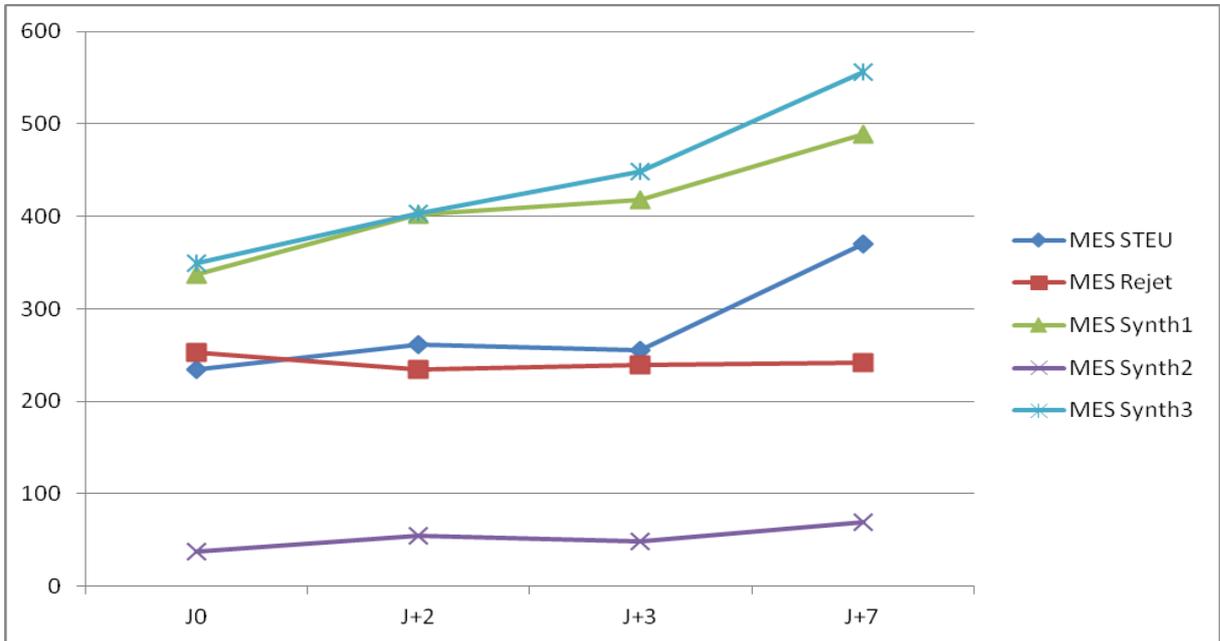
pH



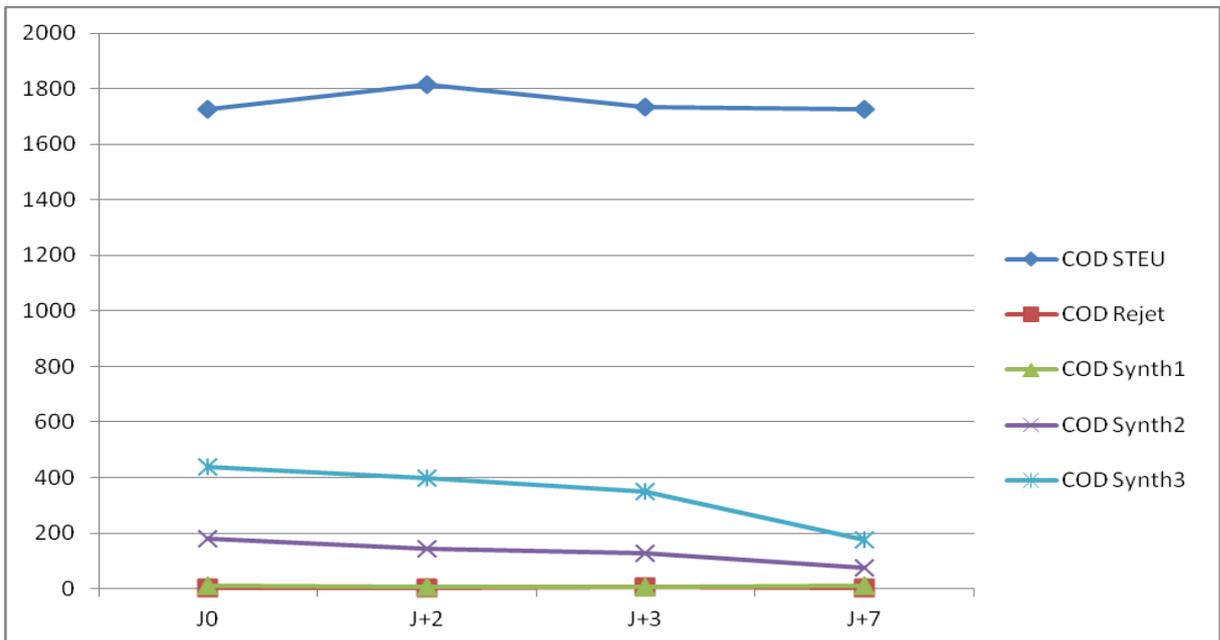
CONDUCTIVITÉ



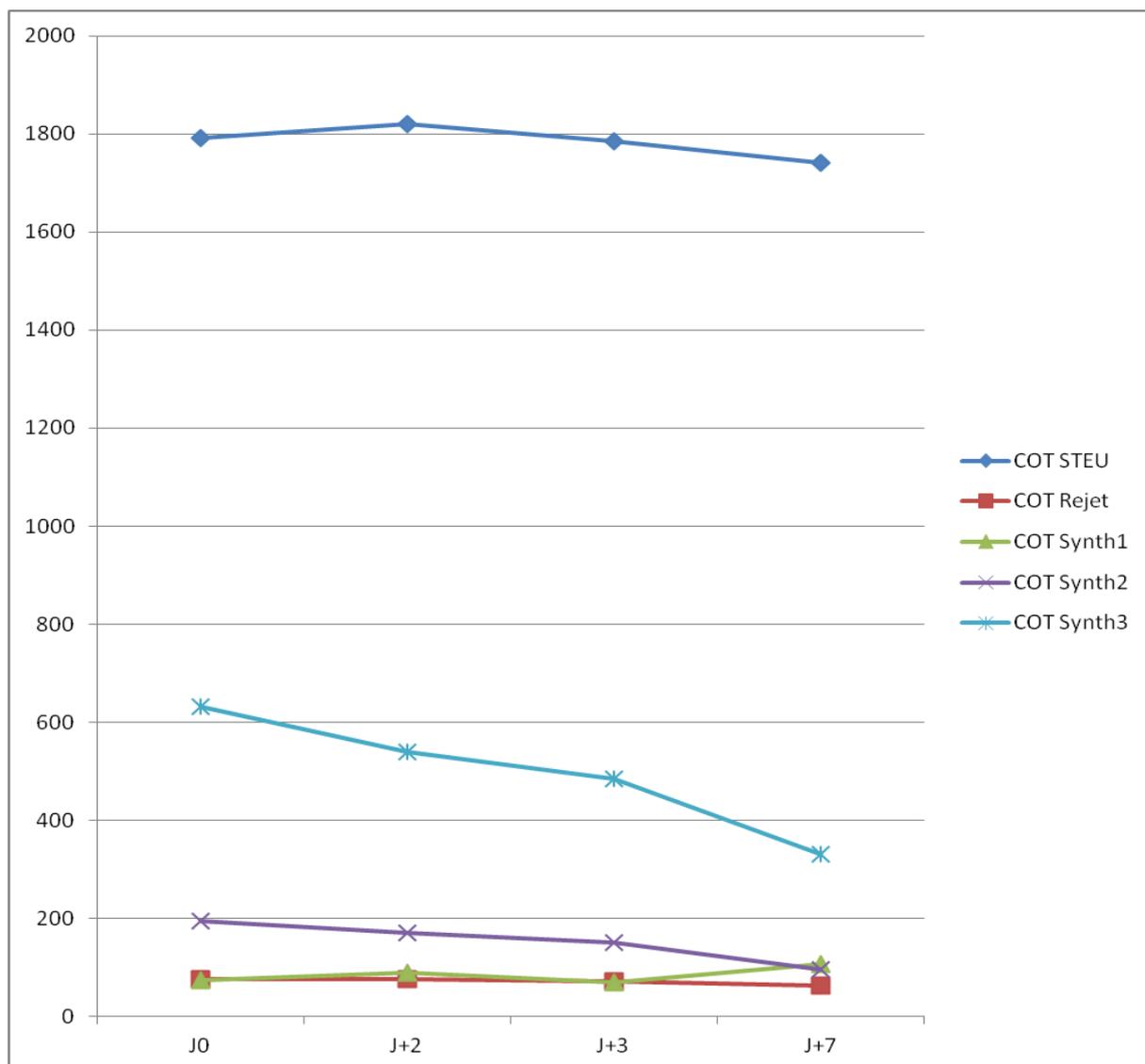
MES



COD

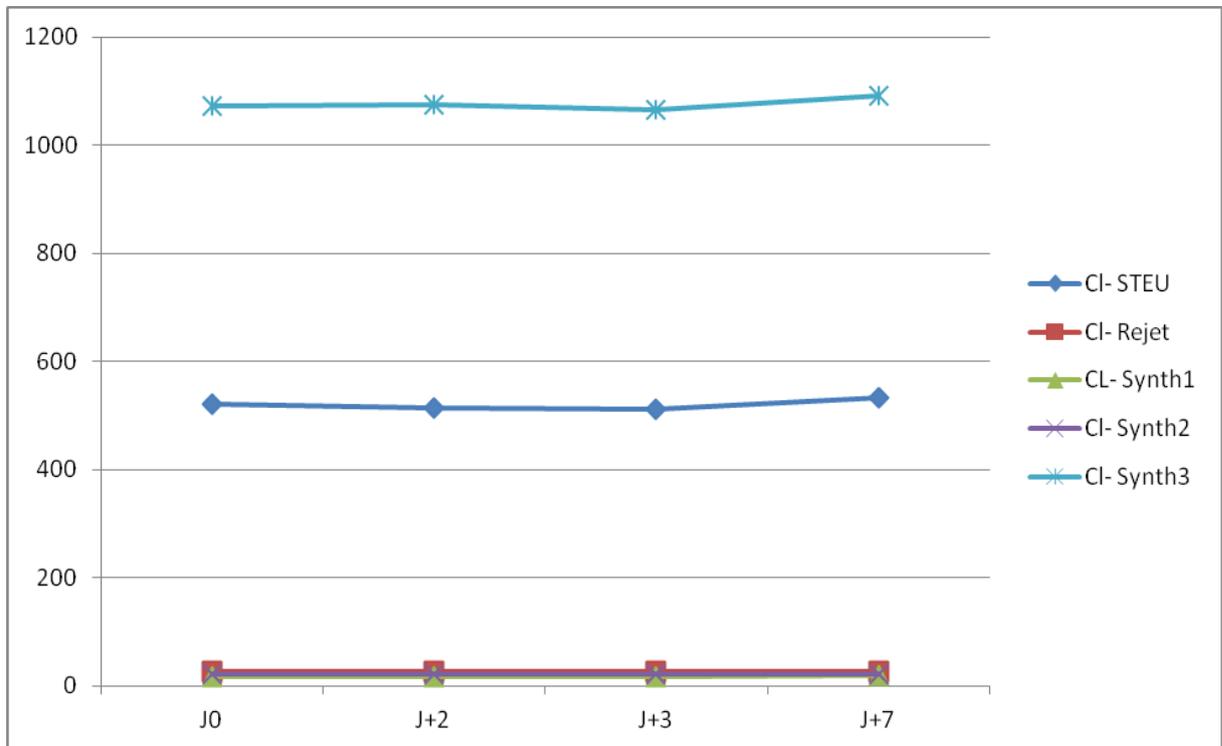


COT

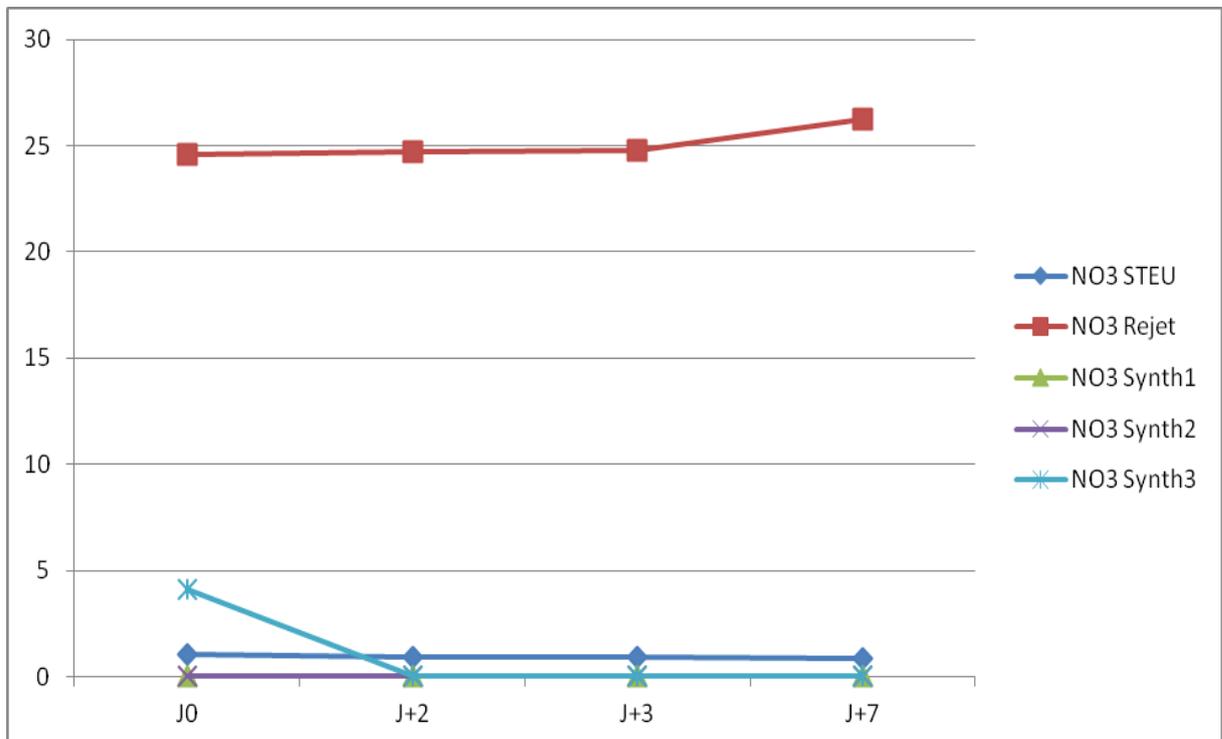


5.2 ANIONS

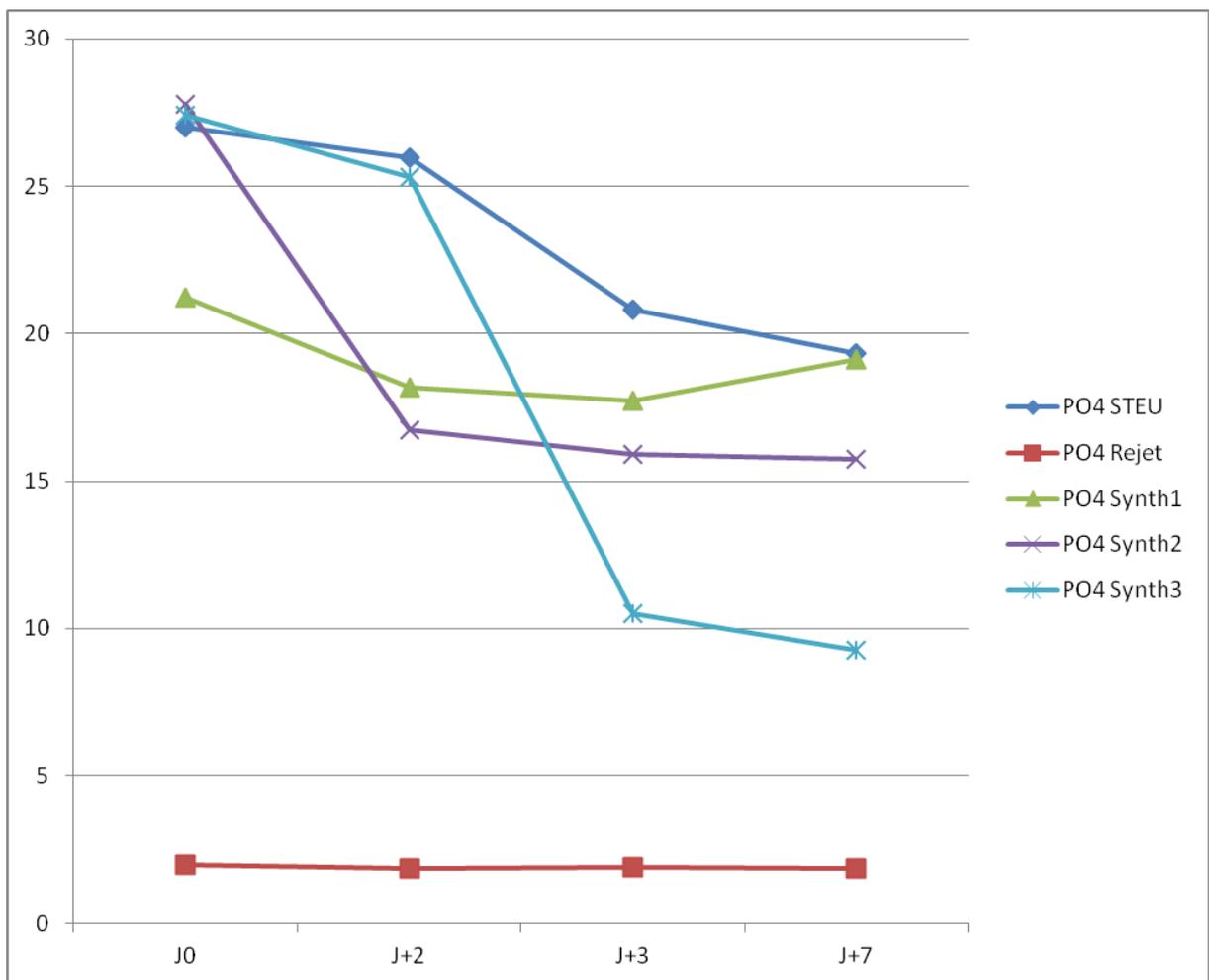
CHLORURES



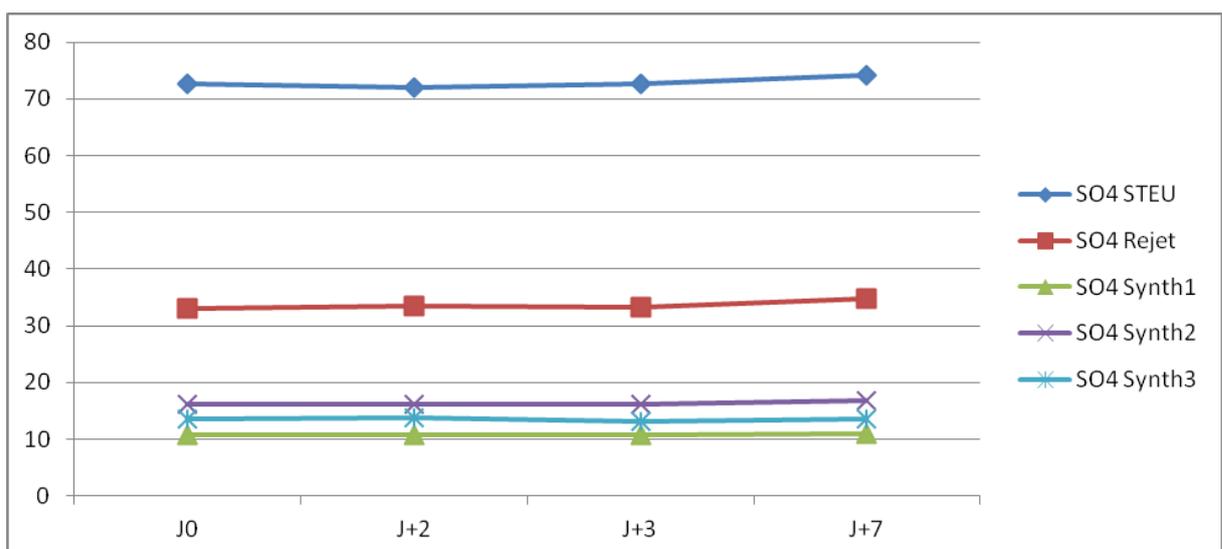
NITRATES



PHOSPHATES

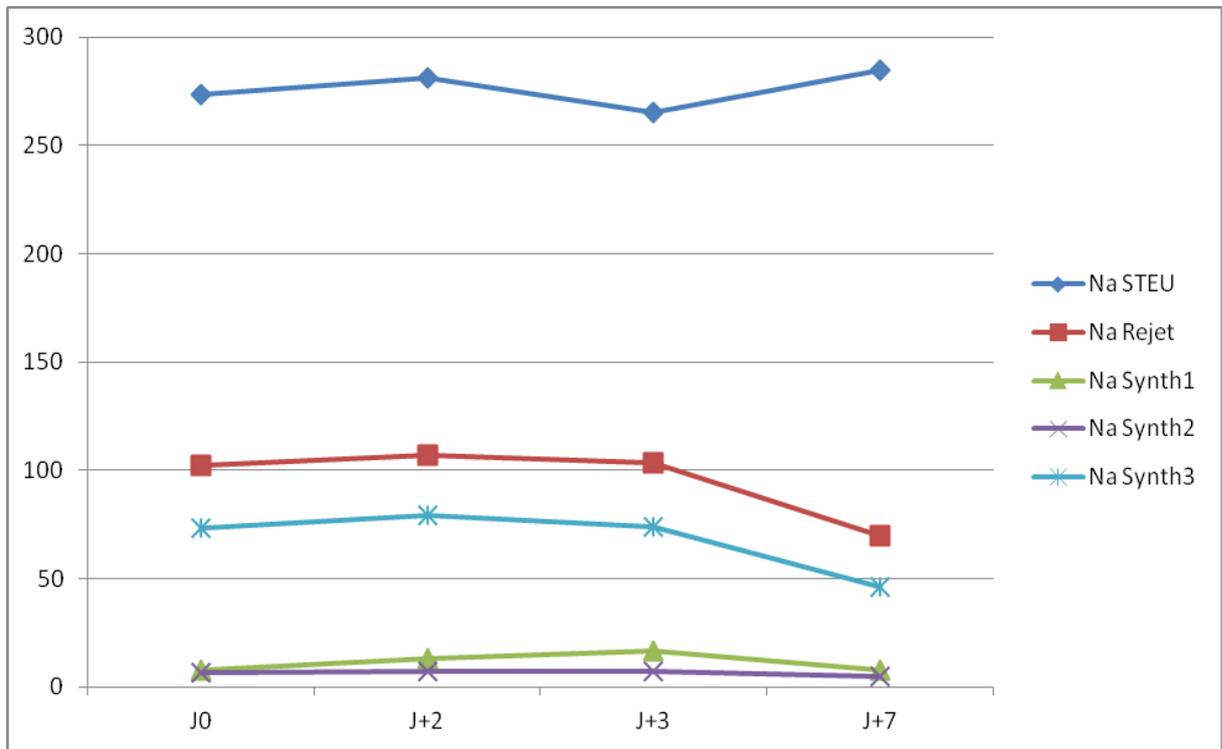


SULFATES

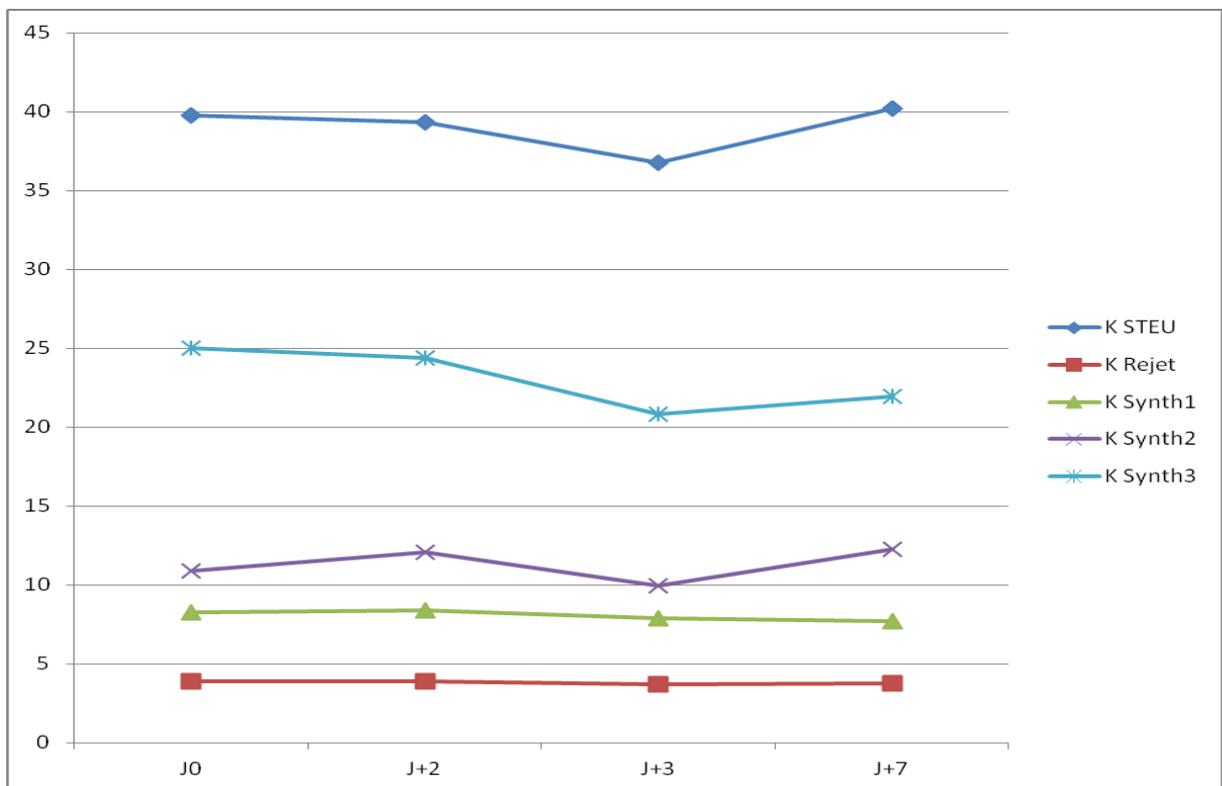


5.3 CATIONS

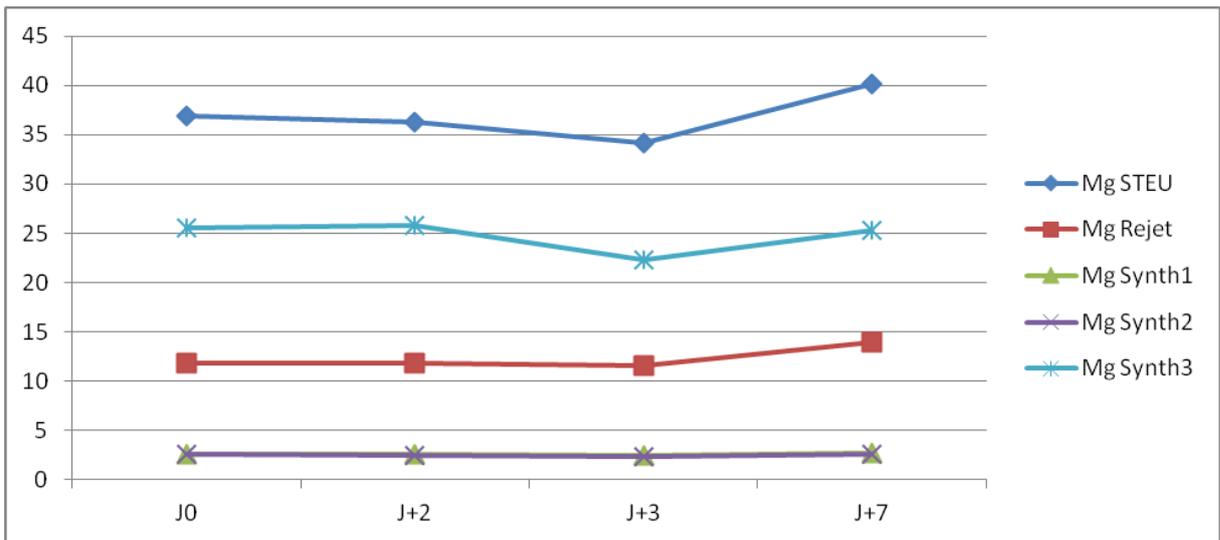
SODIUM



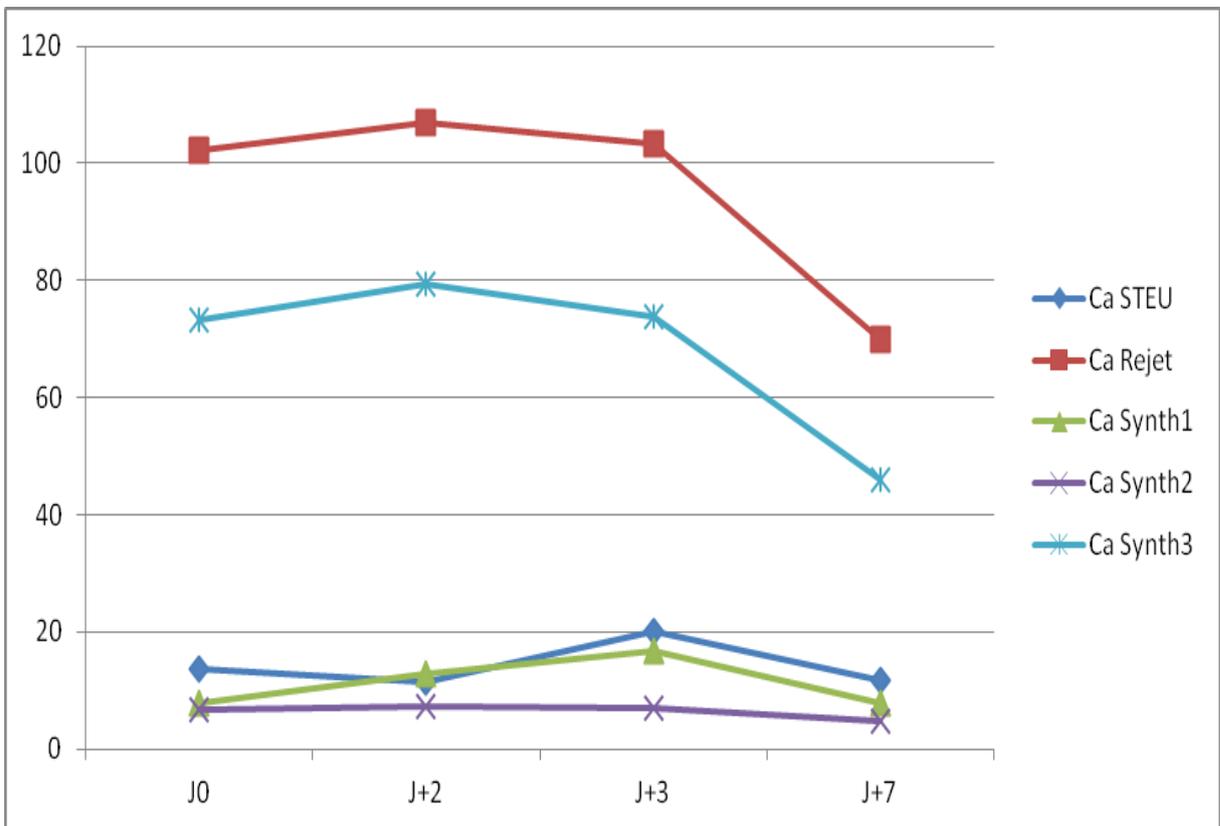
POTASSIUM



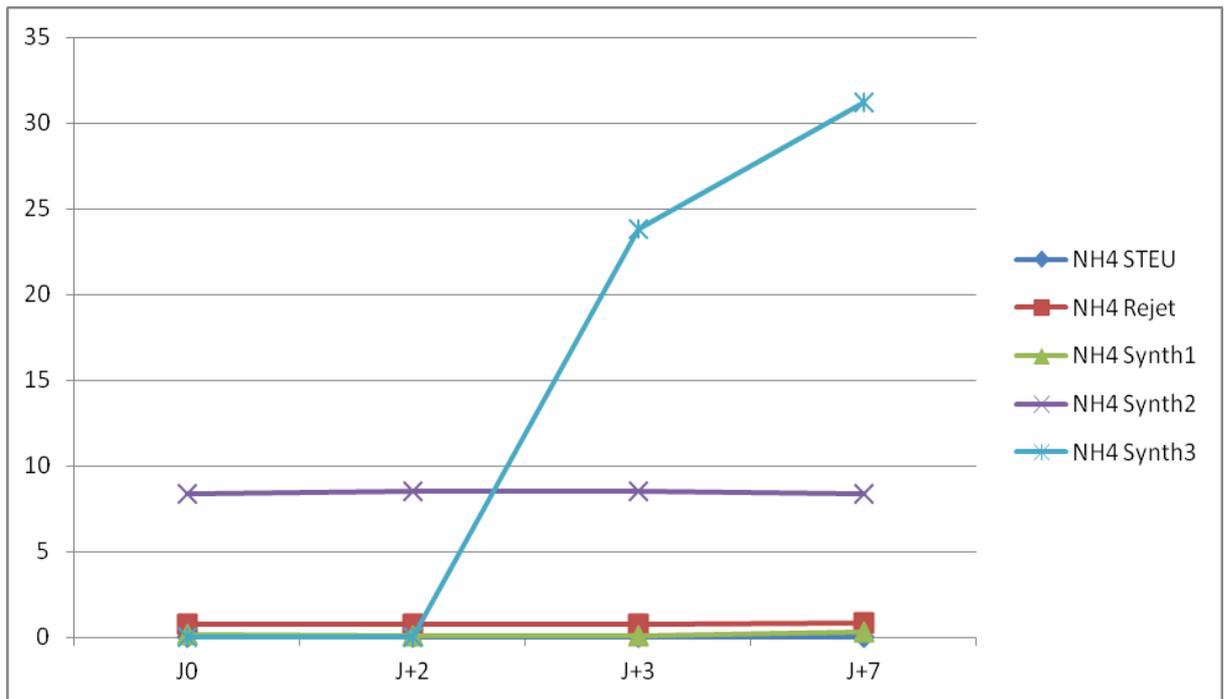
MAGNÉSIIUM



CALCIUM



AMMONIUM



6. CONCLUSION

L'étude de caractérisation des eaux préparées suivant les « recettes » montre une certaine variété dans la valeur des paramètres d'influence. Lors de la présentation des premiers résultats, la commission T90Q a considéré cette variabilité comme une opportunité d'adaptation de la matrice de caractérisation de performance d'une méthode à la diversité des situations rencontrées par les laboratoires.

De ce fait, ils souhaitent disposer de l'éventail des matrices types pour vérifier l'applicabilité de méthodes développées aux différents échantillons qui leur sont présentés.

L'objectif initial de l'étude, à savoir restreindre les « recettes » figurant dans le projet de document normatif à trois recettes n'a de ce fait pas été atteint. En effet, lors de la présentation des résultats concernant les paramètres d'influence à la CN T90Q, les membres de cette commission ont estimé que chaque formulation pouvait permettre de modéliser un type d'eau résiduaire sur laquelle ils étaient amenés à réaliser des analyses. La CN a décidé de maintenir l'ensemble des recettes (au nombre de cinq) dans le projet, afin de disposer d'eaux de rejets pour études de caractéristiques avoisinant celles des échantillons habituellement traités.

Dans le cas des éléments majeurs et de quelques éléments métalliques, constituants de ces matrices, ces matrices ne pourront pas être utilisées pour caractériser une LQ, mais pourraient rester applicables pour démontrer une capabilité à une valeur cible supérieure à la teneur de la recette.

Les données de caractérisation rassemblées dans ce rapport seront donc introduites dans le projet normatif, assorties d'une durée de conservation limitée à 48 heures. Le projet sera ensuite soumis à enquête interne et/ou² à enquête publique par l'Afnor.

² En fonction de son statut, NF, XP ou FD, l'enquête publique peut être omise.