



Bilan des actions menées par AQUAREF

Jean-Marc CHOUBERT
Irstea-Aquaref

En collaboration avec :

J. Lachenal (LNE), B. Lepot (INERIS), M. Coquery (Irstea-Lyon)
Et, J. Gasperi (U. Paris-Sud), F. Eymery (AE LB)

Contexte général

Améliorer la qualité des opérations d'échantillonnage

Améliorer la connaissance de l'influence de l'échantillonnage sur la qualité des résultats de mesure

En déduire des préconisations d'harmonisation et d'amélioration des pratiques d'échantillonnage

Pourquoi?

- Peu d'outils de contrôles internes et externes disponibles – Pas de comparaisons interlaboratoires réglementaires.
- Peu de données sur l'influence, sur la qualité des opérations et sur la variabilité des résultats liée à l'échantillonnage.
- Accréditation obligatoire (arrêté agrément du 27/10/2011).

2008 : Etat des lieux sur les opérations de prélèvement des rejets canalisés

- **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

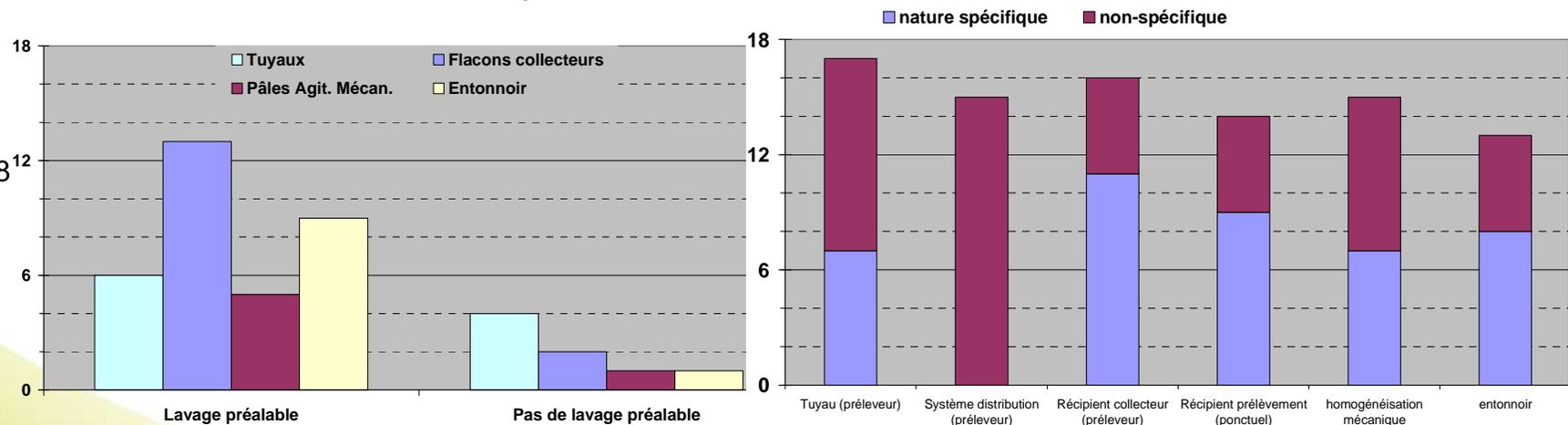
- **Guides ISO 5667-10 , ISO 5667-3 et FD T 90-523-2**

➤ 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)

Enquête
Aquaref 2008

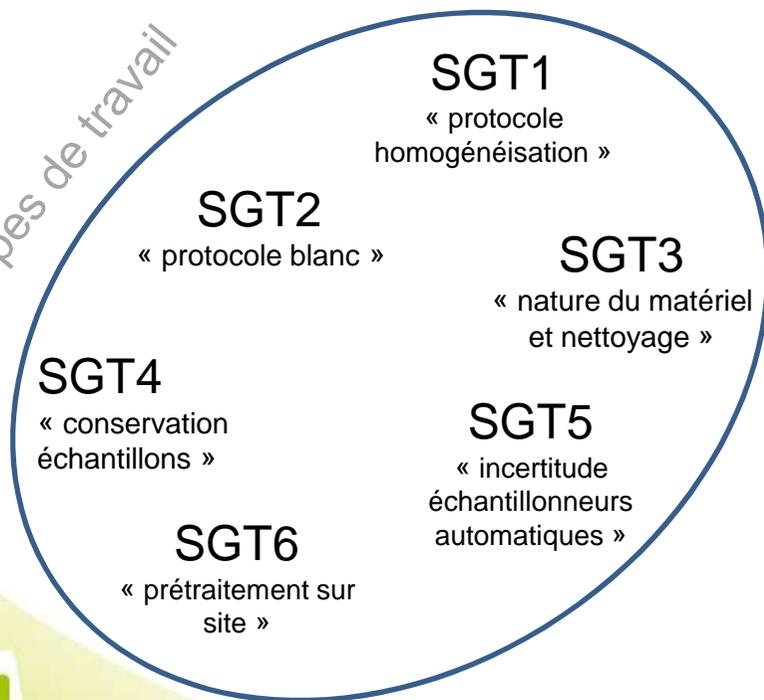


Contexte AQUAREF

2009 : Création de groupes de travail

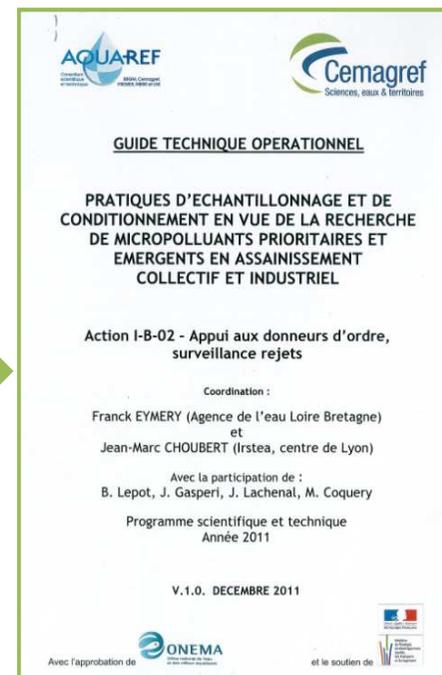
- agents d'organismes de prélèvement ou de laboratoires d'analyses, d'exploitants ou d'industriels du traitement, ou des membres AQUAREF

Groupes de travail



2011 : Bonnes pratiques pour la réalisation de l'échantillonnage en rejets canalisés

- Séminaire 2011 (Orléans)
- Edition du guide



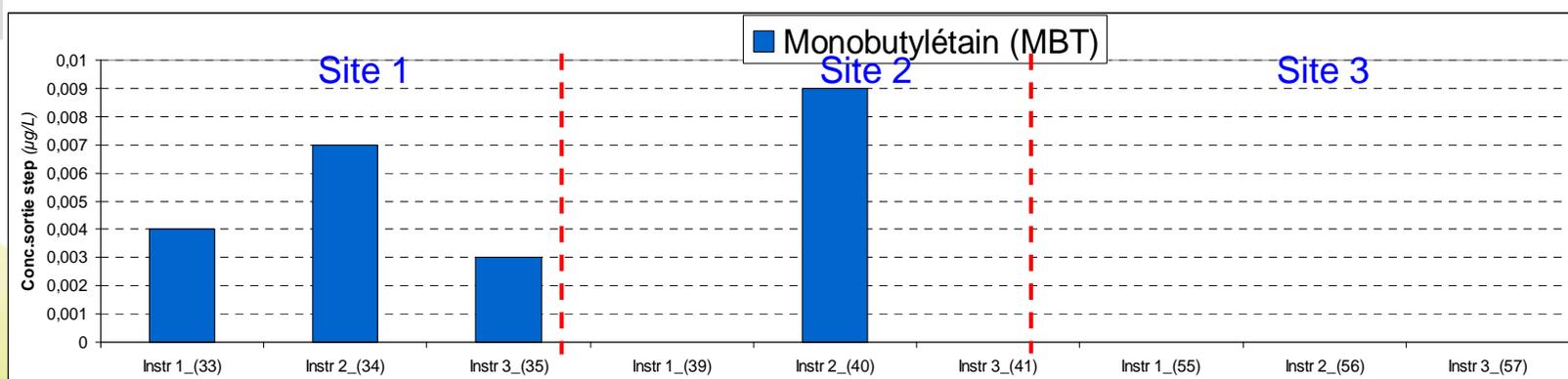
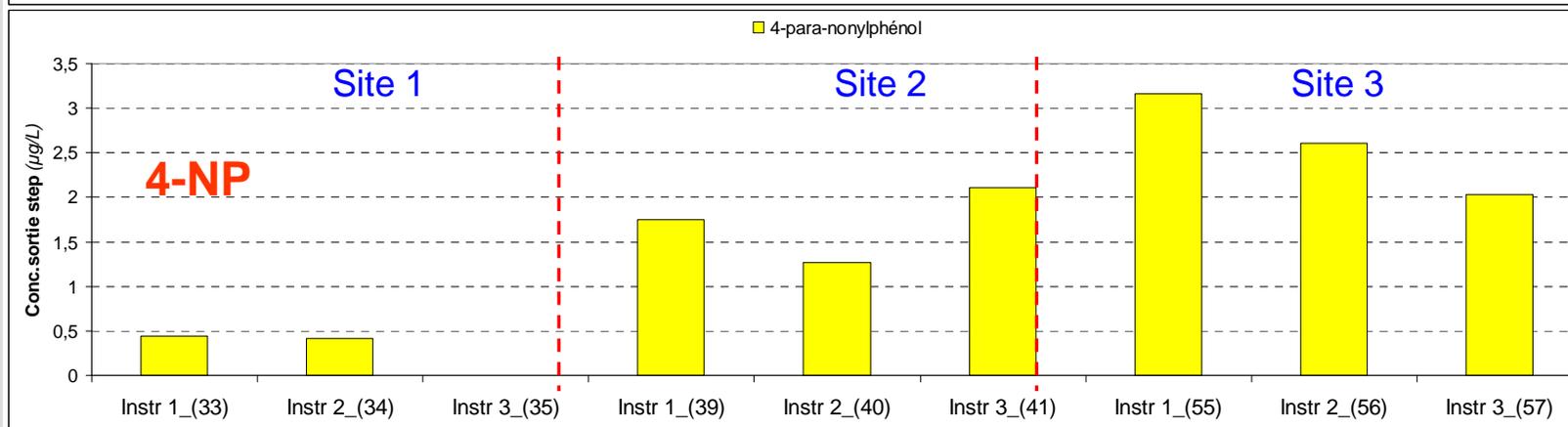
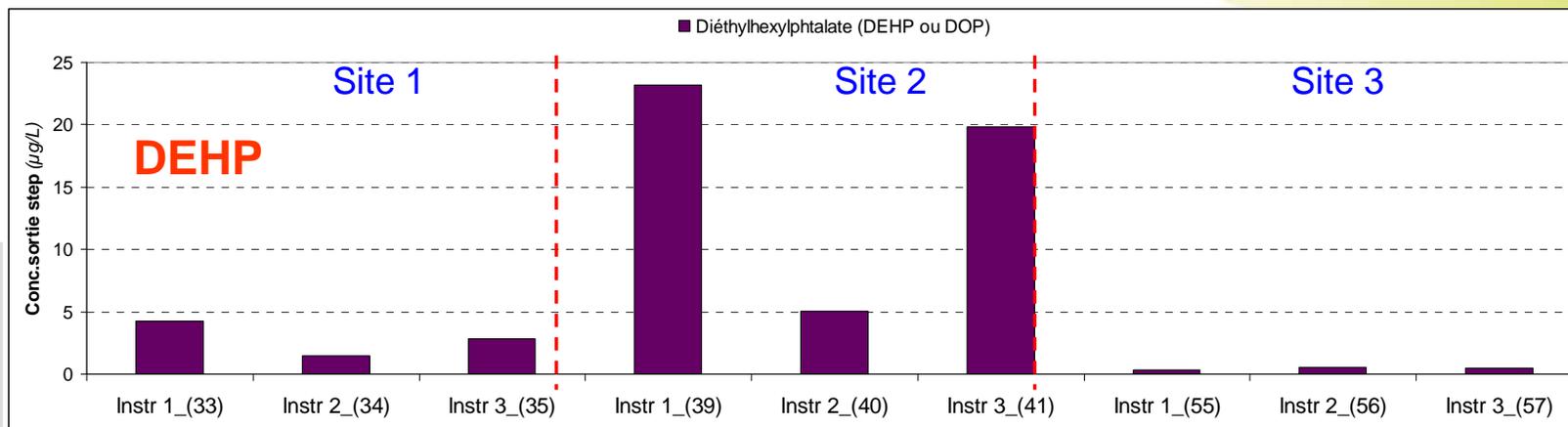
Accessible sous <http://www.aquaref.fr/>

Influence matériaux (échantillonneurs) - sortie STEP

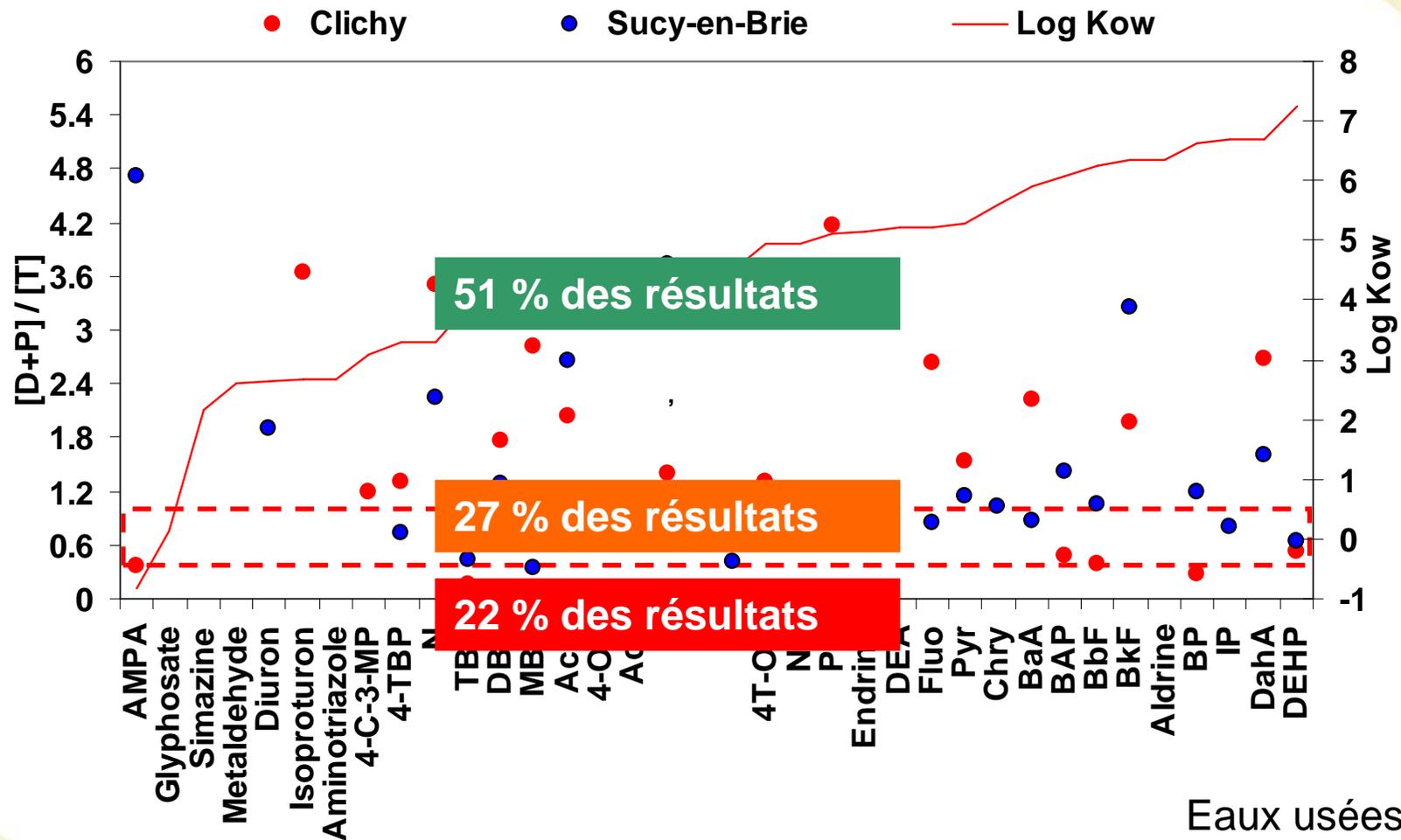
Légende

Outils testés

1. Ech. Cemagref bonbonne verre
2. Ech. STEP matériaux inchangés
3. Ech. Cemagref AMPERES matériaux adaptés + lavés



Importance de l'analyse séparée des phases dissoute et particulaire pour les eaux résiduaires



Eaux usées
(Zgheib, 2010)

Essai collaboratif : Echantillonnage en rejet canalisé

- **Où?** : début 2012, Rejet STEP de Boissettes (77) (77 000 EH)
- **Qui ?** :
 - 9 équipes de préleveurs sélectionnées + INERIS
 - Observateurs (membres AQUAREF, SGT)
- **Protocoles imposés**
 - Matériel + Guide technique opérationnel
 - Programme d'échantillonnage imposé
 - Ordre de remplissage, type de remplissage
- **Un seul prélèvement / équipe**
- **Un unique laboratoire : INERIS**
- **Contrôles qualité des échantillonneurs**
 - blanc du système de prélèvement (métaux),
 - matériaux mis en œuvre
 - diamètre, justesse et fidélité du volume, vitesse d'aspiration
- 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
- Absence d'intention de représentativité de tous les sites. Site/contexte relativement simple pour ce premier essai et pour obtenir des résultats interprétables
- Essai permettant de réaliser les premières estimations de la variabilité d'échantillonnage

+ d'infos : <http://www.aquaref.fr/restitution-cil-rejets>



Essai collaboratif : Observations faites durant l'essai

- nature des tuyaux (PVC, Tricoclar®) pas toujours appropriée à la recherche des micropolluants.
- Agitation : diamètre du mobile trop faible, absence d'inclinaison, absence de support d'agitation
- gants inadaptés (tel que gants en latex et gants vinyle/ nitrile poudrés)
- cigarettes, bidon d'essence (groupes électrogènes)



■ **Pratiques dans l'ensemble conformes avec les recommandations du guide technique opérationnel AQUAREF.**

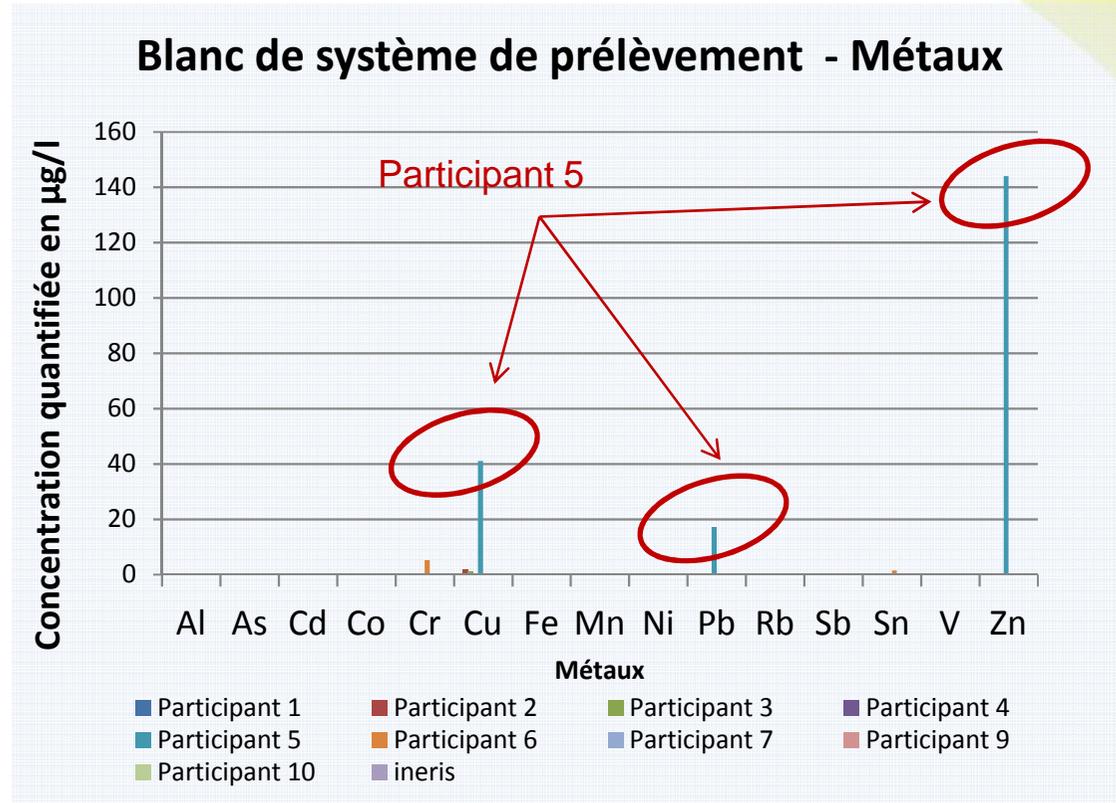
■ **Points à améliorer :**

- la procédure de nettoyage
- les matériaux
- l'évaluation de la performance de l'homogénéisation

Essai collaboratif : Résultats métaux

■ Pour les métaux

- **Variabilité globale** sur l'ensemble de la mesure (échantillonnage + analyse) **faible** et **meilleure** que la **variabilité analytique observée lors des CIL analytiques** (cuivre, strontium, manganèse) **sauf fer, zinc et titane.**
- **Fer, zinc, titane, Cuivre :** Variabilité liée à l'échantillonnage essentiellement due à quelques participants qui induisent des effets forts sur les résultats (contamination de l'ordre d'une dizaine à une centaine de µg/l)



Observations :

P5 : Présence d'une vis en laiton (Pb, Cu, Zn constituant du laiton)
 Echantillonneur équipé d'une crépine en inox.
 Système d'agitation constitué d'une pale en inox

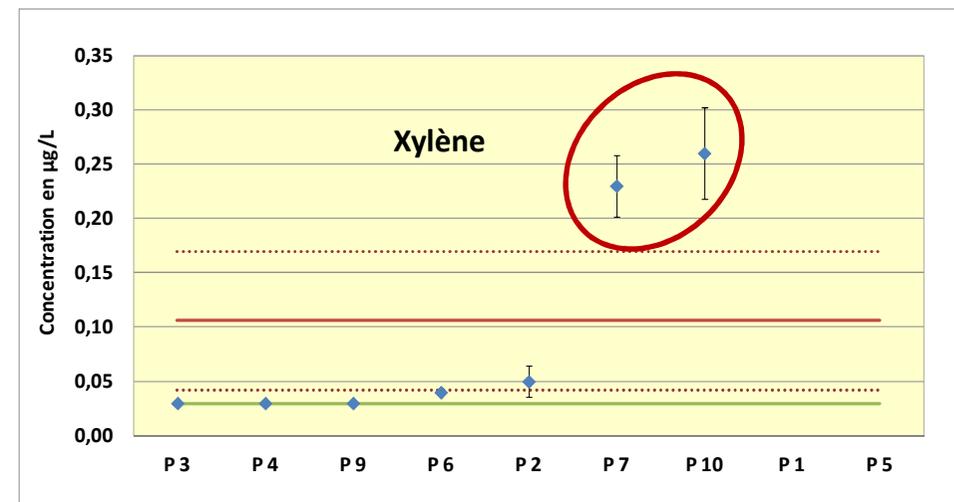
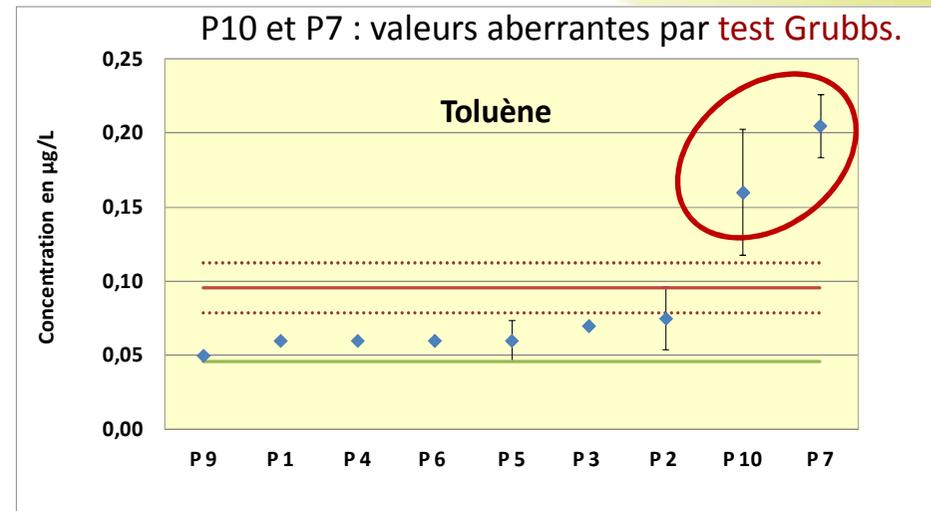
Essai collaboratif : Résultats BTEX

■ Pour les BTEX :

- **Variabilité globale** sur l'ensemble de la mesure (échantillonnage + analyse) **importante** pour **toluène, xylène** :
 - Part « échantillonnage » >> part « analyse » (+ de 55% pour les xylènes)
 - Part échantillonnage due à quelques participants qui induisent des effets forts sur les résultats

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 utilisaient des tuyaux autres qu'en téflon.



Valorisation - Normalisation

- Normalisation Française :

- Commission T91 E « Echantillonnage et conservation »

- **FD T 90-524 (sept 2015)**

- Qualité de l'eau - Contrôle qualité pour l'échantillonnage et la conservation des eaux*

- Valorisation des travaux sur le blanc matériel d'échantillonnage*

- **PR FD T 90-523-2**

- Qualité de l'eau - Guide d'échantillonnage pour le suivi de la qualité des eaux dans l'environnement - Partie 2 : Echantillonnage des eaux résiduaires*

- Valorisation des protocoles du guide Aquaref (homogénéisation, nettoyage...)*



Portage à l'international

- Normalisation internationale

- **NF EN ISO 5667-14 (sept 2017)**

- Qualité de l'eau - Échantillonnage - Partie 14 : lignes directrices sur l'assurance qualité et le contrôle qualité pour l'échantillonnage et la manutention des eaux environnementales*

- Valorisation protocole d'homogénéisation : Annexe C*

- **ISO 5667-10**

- Qualité de l'eau - Échantillonnage - Partie 10 : guide pour l'échantillonnage des eaux résiduaires*

- France, chef de projet de la révision ISO 5667-10 : Portage du FD T 90-523-2*

Autres points de vigilance

- Prélèvement de boues
- Adéquation LQ vs. Objectifs d'utilisation des données
- Mesures de débits, en particulier Entrée STEU
- Aspects électriques
- Adéquation entre la durée d'échantillonnage et Temps de séjour hydraulique (Cf. Lagune...)

Merci de votre attention