

# ECHANTILLONNEURS AUTOMATIQUES : ADÉQUATION DE LA NORME FRANÇAISE FD T 90-523-2 AUX EXIGENCES DE LA NORME NF EN 16479

C. Ferret, S. Ngo, B. Lepot

Janvier 2018

Programme scientifique et technique  
Année 2016

Document final



## Contexte de programmation et de réalisation

---

Ce rapport a été réalisé dans le cadre du programme scientifique et technique AQUAREF pour l'année 2016, dans le cadre du thème C « Améliorer les opérations d'échantillonnage ».

Auteurs :

*Céline FERRET*  
INERIS  
[Celine.ferret@ineris.fr](mailto:Celine.ferret@ineris.fr)

*Sylvie NGO*  
INERIS  
[Sylvie.ngo@ineris.fr](mailto:Sylvie.ngo@ineris.fr)

*Bénédicte LEPOT*  
INERIS  
[Benedicte.lepot@ineris.fr](mailto:Benedicte.lepot@ineris.fr)

---

Vérification du document :

*Nathalie Guigues*  
LNE  
[Nathalie.guigues@lne.fr](mailto:Nathalie.guigues@lne.fr)

## Les correspondants

---

AFB : Sandrine Lorient, [sandrine.lorient@afbiodiversite.fr](mailto:sandrine.lorient@afbiodiversite.fr)

INERIS : Céline Ferret, Bénédicte Lepot

Référence du document : Céline Ferret, Sylvie Ngo, Bénédicte Lepot - Échantillonneurs automatiques : adéquation de la norme française FD T 90-523-2 aux exigences de la norme NF EN 16479 - Rapport AQUAREF 2016 - 29 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>

<b>1. GLOSSAIRE .....</b>	<b>7</b>
<b>2. CONTEXTE.....</b>	<b>8</b>
<b>3. DÉROULEMENT DES TESTS ET MATÉRIELS SELECTIONNÉS .....</b>	<b>9</b>
3.1 Déroulement des tests.....	9
3.2 Sélection des dispositifs .....	9
<b>4. ESSAIS EN CONDITIONS MAITRISÉES AU LABORATOIRE.....</b>	<b>10</b>
4.1 Tests préliminaires .....	11
4.1.1 Mise en condition des échantillonneurs .....	11
4.1.2 Détermination de la vitesse d'aspiration .....	11
4.2 Evaluation des performances .....	12
4.3 Résultats des essais en conditions maitrisées.....	14
4.3.1 Essais sur secteur .....	14
4.3.2 Essais sur batterie.....	16
4.3.3 Comparaison des biais – Secteur/Batterie.....	17
<b>5. ESSAIS EN CONDITIONS REELLES SUR SITE.....</b>	<b>18</b>
5.1 Ajustage / Réglage des échantillonneurs.....	18
5.2 Suivi température de l'enceinte réfrigérée .....	18
5.3 Mesures réalisées à la fin des campagnes .....	20
5.4 Analyse des macro-polluants.....	21
<b>6. CONCLUSION .....</b>	<b>24</b>
<b>7. BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>26</b>

**Liste des annexes :**

---

Annexe 1 : Suivi de la température de l'air ambiant de l'enceinte climatique

Annexe 2 : Suivi de la température de l'enceinte réfrigérée des échantillonneurs

**ECHANTILLONNEURS AUTOMATIQUES : ADEQUATION DE LA NORME FRANÇAISE FD T 90-523-2 AUX EXIGENCES DE LA NORME NF EN 16479**

Céline FERRET, Sylvie NGO, Bénédicte LEPOT

**RÉSUMÉ**

Depuis 2008, le guide de prélèvement pour le suivi de la qualité des eaux résiduaires FDT 90-523-2 recommande une fréquence d'échantillonnage de 6 cycles de prélèvement par heure. Cela implique la mise en œuvre de 144 cycles de prélèvement pour une durée d'échantillonnage de 24 h.

Or habituellement en France, il faut environ 15 litres de volume global collecté pour pouvoir mener une campagne de recherche de substances dangereuses dans les eaux de rejets (RSDE), ce qui conduit à un volume unitaire d'environ 100 ml.

En 2014, la nouvelle norme NF EN 16479 décrit des exigences de performance et des protocoles d'essai de conformité pour les échantillonneurs automatiques. Elle définit notamment des critères pour le biais et la fidélité du volume unitaire uniquement pour un volume de 250 ml ou par défaut le volume unitaire maximum que l'échantillonneur peut prélever. Cette norme stipule que le biais et la fidélité du volume unitaire ne doivent pas être chacun supérieurs à  $\pm 5\%$  du volume défini.

La coexistence de ces deux normes a donc entraîné la nécessité de vérifier si les critères de la norme NF EN 16479 sont adaptés à des volumes unitaires inférieurs à 250 ml.

Pour répondre à cette problématique, la performance de deux types d'échantillonneurs (pompe péristaltique et pompe à vide) a été évaluée d'après les modes opératoires extraits de la norme NF EN 16479 en conditions maîtrisées et sur le terrain.

En conditions maîtrisées, les essais se sont déroulés en deux phases : les échantillonneurs ont été testés avec alimentation sur secteur puis sur batterie. Pour chaque phase, les modes opératoires de la norme imposent au préalable une mise en condition des échantillonneurs et une vérification de la conformité de la vitesse d'aspiration (vitesse supérieure à 0,5 m/s). Suite à la validation de ces prérequis, les tests de l'effet de la température sur le volume unitaire ont été réalisés.

Les résultats des tests de vitesse d'aspiration montrent que la vitesse moyenne d'aspiration est conforme quel que soit le type d'alimentation, pour tous les échantillonneurs testés.

Dans les conditions de l'étude, il est remarqué que le respect ou non de la conformité selon les critères de la norme NF EN 16479 repose uniquement sur le critère du biais. Ainsi, les résultats montrent que la performance des échantillonneurs est impactée par la température ambiante et par le volume unitaire. De plus, les échantillonneurs à pompe péristaltique testés sont du même modèle, de la même série et ont le même historique d'utilisation pourtant leurs performances diffèrent. Ce constat montre l'importance d'évaluer individuellement les échantillonneurs.

Sur le terrain, plusieurs campagnes d'échantillonnage ont été menées sur 24 heures. Elles mettent en œuvre les 3 échantillonneurs en parallèle, programmés avec des volumes unitaires différents (80 ml, 120 ml et 160 ml) et à des fréquences d'échantillonnage différentes. Les macro-polluants ont été recherchés dans les volumes globaux collectés afin de déterminer si le volume unitaire a un effet sur la représentativité de l'échantillon.

Les résultats montrent que les concentrations des nitrates et des 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.

Néanmoins, ces campagnes ne sont qu'une première évaluation des échantillonneurs dans ces conditions. Les conclusions tirées sont à confirmer lors de nouvelles campagnes.

**Mots clés** (thématique et géographique) : Echantillonneurs automatiques, pompe péristaltique, pompe à vide, biais, fidélité, FD T90 523-2, NF EN 16479

## ***AUTOMATIC SAMPLERS: ADEQUACY OF THE FRENCH STANDARD FDT 90-523-2 TO THE REQUIREMENTS OF THE STANDARD NF EN 16479***

Céline FERRET, Sylvie NGO, Bénédicte LEPOT

### **ABSTRACT**

Since 2008, the French guidance on sampling waste waters, FDT 90-523-2, recommends a sampling frequency of 6 sampling cycles per hour. This leads to 144 samples over a period of 24 hours. As part of the French national action for the reduction of waste of dangerous substances in waters (RSDE), roughly 15 L of sample is needed to perform all necessary analysis, which leads to a sample volume of about 100 ml.

The standard NF EN 16479 was published in 2014. It describes performance requirements and conformity test procedures for automated samplers. It defines criteria for the bias and the precision of sample volume at a set volume of 250 ml (or at the maximum volume that the automatic sampler can sample). This standard indicates that both bias and precision shall not be greater than  $\pm 5\%$  of the set volume. The coexistence of these two standards required to check whether the criteria defined by the standard NF EN 16479 are adapted to sample volume lower than 250 ml.

To answer this question, the performance of two types of samplers was evaluated (peristaltic pump and vacuum pump samplers) according to the procedures described in the standard NF EN 16479, both in controlled and field conditions.

In controlled conditions, tests were divided into two phases: automatic samplers were tested using main supply and battery supply. For each phase, prior to performing the various tests, the samplers were operated for 2000 sampling cycles and their sample line velocities were estimated to checked for compliance with the standard NF EN 16479 requirements (the velocity must be greater than 0.5 m/s). Once these pre-requisites were validated, tests of the effect of ambient temperature on the sample volume were carried out. Results of the sample line velocity tests showed that the average velocity was conformed for all samplers tested and for both types of power supply used. Under these conditions, it was noted that the compliance relied only on the criteria of the bias. It was found that the performances of automatic samplers were impacted by the ambient temperature and the varying sample volume. The peristaltic pump samplers tested were of the same model manufacturing series, and had the same usage history, yet their performances differ greatly. This observation underlined the importance to evaluate individually each sampler.

During field campaigns, the 3 automated samplers were evaluated. They were set up simultaneously for a 24 hour sample program with different sample volumes (80 ml, 120 ml, 160 ml). Macro pollutants were analyzed in the different total volumes collected to determine whether the sample volume has an effect on the representativeness of the sample. Nitrate and nitrite concentrations were found equivalent regardless of samplers and volumes tested. Phosphorus compounds, ammonium and Kjeldahl nitrogen concentrations appeared to be impacted by the sample volume. Nevertheless, these campaigns were only a first assessment of samplers under both controlled and real conditions. These conclusions have thus to be confirmed by additional campaigns.

**Key words** (thematic and geographical area): Automatic samplers, peristaltic pump, vacuum pump, bias, precision, FD T90 523-2, NF EN 16479

## 1. GLOSSAIRE

INERIS : Institut National de l'Environnement Industriel et des Risques,

PAV : Pompe à vide,

PP : Pompe péristaltique,

RSDE : Action nationale de recherche et de réduction des rejets de substances dangereuses dans les eaux.

## **2. CONTEXTE**

La norme NF EN 16479 [1] publiée en 2014, décrit les exigences de performances et les protocoles d'essais de conformité pour les échantillonneurs automatiques d'eau et d'eaux usées. Elle définit notamment des critères de performances pour le biais et la fidélité des volumes unitaires de ces équipements de surveillance de l'eau. Ces critères sont applicables pour un volume unitaire de 250 ml (ou par défaut pour le volume unitaire maximal).

En parallèle, depuis 2008, la norme française FD T 90-523-2 [2] donne des recommandations pour les prélèvements d'eau résiduaire. Elle préconise la réalisation de 6 cycles de prélèvement par heure, soit 144 prélèvements unitaires automatisés pour une période de 24 heures. Le volume final nécessaire pour la majorité des campagnes de recherche de substances dangereuses dans les eaux de rejet (RSDE) étant d'environ 15 litres, ceci implique des prélèvements à un volume unitaire de l'ordre de 100 ml.

Ainsi, la coexistence de ces deux normes soulève deux objectifs pour cette étude :

- vérifier que la fidélité et le biais des volumes unitaires inhérents à la fréquence d'échantillonnage recommandée actuellement en France par la FD T 90-523-2 [2] répondent aux critères requis par la norme européenne [1] ;
- déterminer si la variation du volume unitaire, de la fréquence d'échantillonnage et du type d'échantillonneur ont un impact sur la concentration des paramètres mesurés dans l'échantillon global collecté.

Au regard des objectifs de cette étude et des exigences de la norme NF EN 16479 [1], la conception des tests a été réalisée en 2015 et est décrite dans le cahier des charges [3]. Elle s'est basée sur les exigences de la norme NF EN 16479 [1]. Ce cahier des charges a été mis en œuvre pour deux types d'échantillonneurs automatiques : un échantillonneur à pompe péristaltique (PP) et un échantillonneur fonctionnant avec une pompe à vide (PAV).

La première phase de cette étude a concerné les essais en conditions maîtrisées (en laboratoire) et durant laquelle la température de l'air ambiant, le volume unitaire échantillonné et le type d'alimentation des échantillonneurs ont variés. Puis dans un second temps, ces échantillonneurs ont été évalués en conditions réelles lors de prélèvements 24h sur le terrain. Les échantillons collectés ont ensuite été analysés par un laboratoire accrédité afin de répondre également au second objectif de l'étude.



### **3. DÉROULEMENT DES TESTS ET MATÉRIELS SÉLECTIONNÉS**

#### **3.1 DÉROULEMENT DES TESTS**

La première phase des tests s'est déroulée en laboratoire, dans une enceinte climatique dans laquelle la température de l'air ambiant est régulée. Elle se décompose en 2 étapes :

- essais préliminaires : mise en condition des échantillonneurs et contrôle des vitesses d'aspiration conformément à la norme NF EN 16479 [1]. L'ensemble de ces essais est réalisé sur secteur puis sur batterie ;
- évaluation des performances des échantillonneurs (capacité de refroidissement des groupes réfrigérants, fidélité et biais du volume unitaire) sous différentes conditions d'utilisation :
  - o le type d'alimentation : sur secteur et sur batterie ;
  - o la température ambiante (0°C, 20°C et 30°C);
  - o le volume unitaire (250 ml, 160 ml, 120 ml et 80 ml).

L'évaluation de la performance des échantillonneurs devait être réalisée à mi-hauteur d'aspiration soit à 3,5 m. Au regard des dimensions de l'enceinte climatique, la hauteur d'aspiration a dû être adaptée. Les performances des échantillonneurs ont été évaluées à une hauteur d'aspiration de 2,4 m.

La seconde phase des tests a consisté à évaluer les performances des échantillonneurs en conditions réelles, c'est-à-dire, lors de campagnes de prélèvement. Elle se divise en 4 étapes :

- l'ajustage/réglage des échantillonneurs, la mesure du volume unitaire et de la vitesse d'aspiration avant la campagne ;
- la campagne de prélèvement sur le site de la station d'eaux pluviales de l'INERIS avec des échantillonneurs fonctionnant en simultanément avec des programmes de prélèvement différents ;
- les mesures après campagne, regroupant les mesures de la vitesse d'aspiration et du volume unitaire ainsi que la détermination du biais entre le volume global collecté et le volume global attendu ;
- le conditionnement et l'envoi des échantillons prélevés pour analyse de macro-polluants par un laboratoire accrédité.

#### **3.2 SÉLECTION DES DISPOSITIFS**

Au niveau national, l'échantillonnage automatique est réalisé au moyen d'échantillonneurs équipés soit de pompe à vide (PAV) ou soit de pompe péristaltique (PP). Ils peuvent être réfrigérés ou non.

Pour cette étude, il était donc primordial d'évaluer les différents types de matériels pouvant être mis en œuvre lors de l'échantillonnage des eaux de rejets.

Le Tableau 1 présente les dispositifs retenus et mis en œuvre lors de cette étude.

**Tableau 1 : Echantillonneurs portables testés pendant les essais**

Type de pompe	Nombre de dispositifs	Identification	Enceinte réfrigérée
Pompe péristaltique (PP)	2	PP1	Oui
		PP2	Oui
Pompe à vide (PAV)	1	PAV	Non

Ces 3 échantillonneurs sont des dispositifs portables. Ils peuvent être alimentés à la fois sur secteur ou sur batterie. Ils sont équipés de tuyaux d'échantillonnage en PVC et de mono-flacon en plastique ce qui est adapté à la recherche de macro-polluants dans les eaux.

Les 2 échantillonneurs munis de pompes péristaltiques (PP) proviennent du même constructeur, sont de la même série et ont été achetés en même temps. Ils ont été utilisés dans les mêmes conditions. Ils ont donc le même historique d'utilisation. Loué pour l'étude, l'historique d'utilisation de l'échantillonneur équipé d'une pompe à vide (PAV) n'est pas connu.

Cette sélection d'échantillonneurs permet ainsi une comparaison entre 2 échantillonneurs de même type (même type de pompe, même marque, même série, même historique d'utilisation) et une comparaison entre 2 types de pompe différents.

Selon les données du constructeur, les spécificités techniques de ces échantillonneurs sont présentées dans le Tableau 2.

**Tableau 2 : Spécificités techniques constructeur des échantillonneurs PP1, PP2 et PAV**

Spécificités techniques constructeur	Echantillonneurs PP1 et PP2	Echantillonneurs PAV
Température de fonctionnement	0°C – 50°C	-20°C – 60°C
Hauteur maximale d'aspiration	8m	7m
Volume unitaire de prélèvement	10ml – 10L	25ml – 160ml

#### **4. ESSAIS EN CONDITIONS MAÎTRISÉES AU LABORATOIRE**

Les tests en conditions maîtrisées ont été réalisés à l'INERIS dans un laboratoire équipé d'une enceinte climatique assurant une température régulée pendant les essais et permettant de travailler à différentes températures.

Les tests préliminaires et l'évaluation des performances des échantillonneurs en laboratoire ont été réalisés avec de « l'eau industrielle ». Cette eau a été collectée dans la station d'épuration de Montataire.

## 4.1 TESTS PRÉLIMINAIRES

### 4.1.1 Mise en condition des échantillonneurs

#### Essais sur secteur

La norme NF EN 16479 [1] stipule que les échantillonneurs automatiques doivent être mis en conditions d'essais avant de procéder aux tests de performances. Pour cela, ces échantillonneurs ont été programmés pour réaliser 2000 cycles d'échantillonnage dans les conditions suivantes :

- hauteur d'aspiration de 2,4 m ;
- intervalle de temps de 5 min ;
- volume unitaire de 250 ml ou volume maximal, soit :
  - o 250 ml pour les préleveurs équipés de pompes péristaltiques ;
  - o 160 ml pour le préleveur muni d'une pompe à vide.

Ces tests ont été mis en œuvre dans un laboratoire climatisé.

#### Essais sur batterie

L'objectif est de savoir si l'échantillonneur alimenté par batterie peut fonctionner plus de 24 heures sans perte de performance. Pour cela, chaque batterie a été complètement chargée avant chaque essai. Puis les échantillonneurs ont été programmés en mode échantillonnage proportionnel au temps pour prélever :

- 24 échantillons ;
- à un volume unitaire de 250 ml pour les échantillonneurs PP et de 160 ml pour l'échantillonneur PAV ;
- à un intervalle de temps fixe d'une heure ;
- à une hauteur d'aspiration de 2,4 m.

Une fois les 24 échantillons prélevés, les vitesses d'aspiration sont déterminées dans un délai maximum de 2 heures.

### 4.1.2 Détermination de la vitesse d'aspiration

Selon la norme NF EN 16479 [1], la détermination de la vitesse d'aspiration de l'échantillonneur doit être réalisée :

- sur sa conduite d'échantillonnage placée à la verticale ;
- à des hauteurs d'aspiration comprises entre 1 m et la hauteur maximale d'aspiration assignée ;
- par incréments de 1 m ;
- dans un premier temps pour les échantillonneurs alimentés sur secteur et dans un second temps sur batterie.

La configuration du laboratoire n'a laissé la possibilité de placer les échantillonneurs qu'à la seule hauteur de 2,4 m. Dans ces conditions, il n'a donc été possible de réaliser des mesures que pour un seul intervalle d'1 mètre et à une seule hauteur.

De plus, la norme NF EN 16479 [1] recommande de répéter la mesure de la vitesse d'aspiration pour obtenir 3 mesures au total. Etant donné la rapidité d'écoulement du liquide et la position des repères, le choix a été fait de réaliser 4 mesures pour chaque type d'essai (secteur et batterie). Cette vitesse est considérée conforme si la vitesse moyenne obtenue est supérieure ou égale à 0,5 m/s.

### Essai sur secteur

Les vitesses d'aspiration déterminées pour les 3 échantillonneurs alimentés sur secteur sont présentées dans le Tableau 3.

**Tableau 3 : Vitesses d'aspiration des échantillonneurs PP1, PP2 et PAV alimentés sur secteur, placés à une hauteur de 2,4m**

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	

### Essai sur batterie

Les vitesses déterminées pour les 3 échantillonneurs alimentés sur batterie sont présentées dans le Tableau 4.

**Tableau 4 : Vitesses d'aspiration des échantillonneurs PP1, PP2 et PAV alimentés sur batterie et placés à une hauteur de 2,4m**

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	

Quel que soit le type d'appareil testé ou le type d'alimentation mis en œuvre, toutes les vitesses sont supérieures à 0,5 m/s : les vitesses moyennes d'aspiration sont donc conformes. On note également que les vitesses moyennes d'aspiration des échantillonneurs alimentés sur batterie sont inférieures à celles déterminées lors des essais sur secteur.

Les tests préliminaires montrent que les prérequis (mise en condition et mesure de la vitesse d'aspiration) sont respectés et permettent la poursuite de l'étude.

## **4.2 EVALUATION DES PERFORMANCES**

L'évaluation des performances des échantillonneurs a été réalisée selon le plan d'expérience décrit dans le rapport d'avancement [3]. L'ensemble des tests a été réalisé sur les 3 échantillonneurs présentés dans le Tableau 1.

Dans le cadre de cette étude, les performances évaluées sont le biais et la fidélité du volume unitaire. Selon les critères de la norme NF EN 16479 [1] ils doivent être chacun inférieurs à  $\pm 5\%$ .

L'influence du volume unitaire, de la température ambiante et du type d'alimentation sur le biais et la fidélité du volume unitaire échantillonné ont été étudiées (Tableau 5).

**Tableau 5 : Paramètres étudiés lors de l'évaluation des performances de PP1, PP2 et PAV en conditions maîtrisées**

Type d'alimentation	Températures ambiantes (°C)	Volumes unitaires (ml)	Fréquence d'échantillonnage (min)
Secteur	20	250	10
		160	
		120	
		80	
	0	160	7
		80	
30	160	7	
	80		
Batterie	20	250	10
		160	
		120	
		80	
	0	160	7
		80	
30	160	7	
	80		

Les échantillonneurs ont été placés à une hauteur d'aspiration de 2,4 m.

A 20°C, les volumes unitaires testés sont :

- 250 ml, correspondant au volume unitaire demandé dans la norme NF EN 16479. Seuls les préleveurs automatiques PP1 et PP2 sont en capacité d'échantillonner ces volumes unitaires ;
- 160 ml, correspondant au volume unitaire maximum du PAV ;
- 80 et 120 ml correspondent à des volumes englobant le volume unitaire recommandé dans la norme FD T 90-523-2 [2].

Les échantillonneurs étant équipés de mono-flacon et l'INERIS ne disposant pas de moyen pour quantifier les volumes unitaires au fur et à mesure des essais, ces tests ont nécessité la présence d'une personne à l'intérieur de l'enceinte climatique tout au long des essais. De ce fait, à 0°C et à 30°C, seuls les volumes unitaires de 80 ml et 160 ml ont été testés et la fréquence d'échantillonnage (pas de temps) est réduite à 7 minutes au lieu de 10 minutes.

Avant chaque test, les échantillonneurs PP1 et PP2 ont été ajustés à 250 ml, conformément aux recommandations du constructeur. Quant à l'échantillonneur PAV, il a été réglé manuellement au volume testé, en ajustant la hauteur du tube d'entrée d'eau présent dans la chambre de prélèvement.

Les échantillonneurs ont été asservis proportionnellement au temps, pour prélever 24 échantillons. Les volumes unitaires prélevés ont été mesurés par pesée.

Lors des essais sur batterie, toutes les batteries étaient complètement chargées avant d'effectuer les essais.

La norme NF EN 16479 [1] recommande la mise en œuvre :

- d'un enregistreur de température dans chaque échantillonneur équipé d'un système de régulation de la température des échantillons ;
- d'un enregistreur de température dans l'enceinte climatique ;
- d'une mesure de la température de l'eau à échantillonner.

Avant leur utilisation, les enregistreurs de température ont été étalonnés auprès d'un organisme accrédité et confirmés métrologiquement.

Le suivi de la température à l'intérieur de l'enceinte réfrigérée des échantillonneurs a été réalisé lors des tests sur batterie, car c'est la condition de fonctionnement a priori la plus défavorable.

Les courbes de suivi de la température ambiante dans l'enceinte climatique se trouvent en annexe 1 et celui de la température à l'intérieur de l'enceinte réfrigérée des échantillonneurs est donné en annexe 2.

### 4.3 RÉSULTATS DES ESSAIS EN CONDITIONS MAITRISEES

Les équations 1 et 2 présentent les formules de calcul permettant de déterminer les valeurs de biais et de fidélité d'après la norme NF EN 16479 [1].

$$\text{Biais (\%)} = \left( \frac{\text{Volume unitaire}_{\text{moyen}} - \text{Volume unitaire}_{\text{défini}}}{\text{Volume unitaire}_{\text{défini}}} \right) \times 100 \quad (\text{Eq. 1})$$

$$\text{Fidélité (\%)} = \left( \frac{\text{Ecart - type des volumes mesurés}}{\text{Volume unitaire}_{\text{moyen}}} \right) \times 100 \times 1,96 \quad (\text{Eq. 2})$$

Les résultats de biais et de fidélité pour tous les volumes unitaires testés sont présentés sous forme de graphiques. Ces histogrammes représentent le biais et la fidélité en % selon le code couleur suivant :

- en vert, les résultats des essais à 20°C ;
- en bleu, les résultats des essais à 0°C ;
- en rouge, les résultats des essais à 30°C.

Les critères stipulés dans la norme NF EN 16479 [1], c'est-à-dire que le biais du volume unitaire et la fidélité ne doivent pas être chacun supérieurs à 5%, sont représentés par les droites horizontales oranges.

#### 4.3.1 Essais sur secteur

Les Figure 1 et Figure 2 présentent respectivement les résultats de biais et de fidélité pour le préleveur PP1 lors des essais sur secteur.

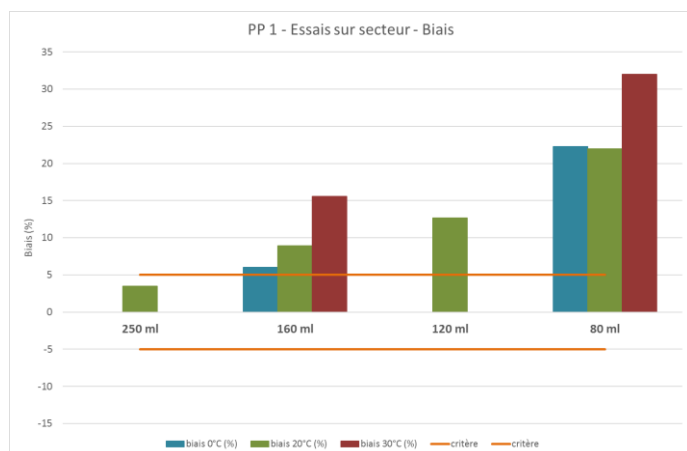


Figure 1 : PP1 - Biais - Secteur

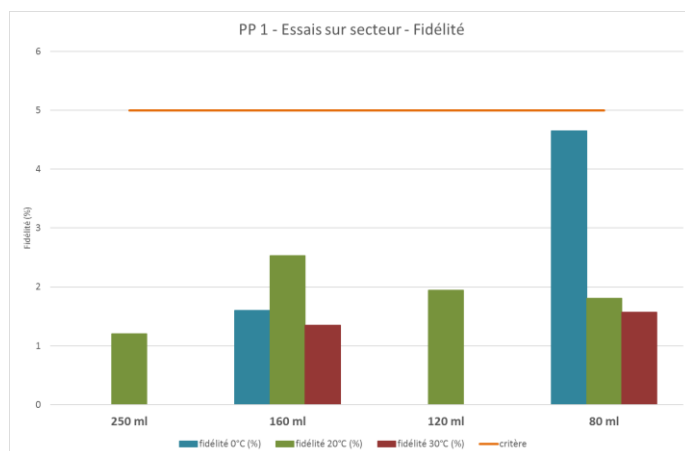


Figure 2 : PP1 - Fidélité - Secteur

Les Figure 3 et Figure 4 présentent respectivement les résultats de biais et de fidélité pour le préleveur PP2 lors des essais sur secteur.

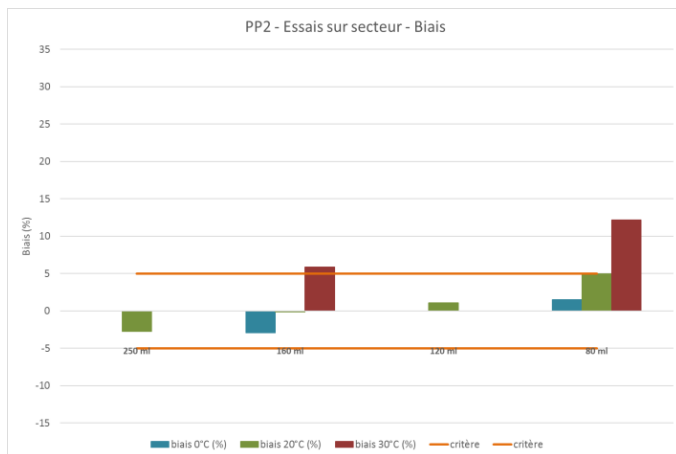


Figure 3 : PP2 - Biais - Secteur

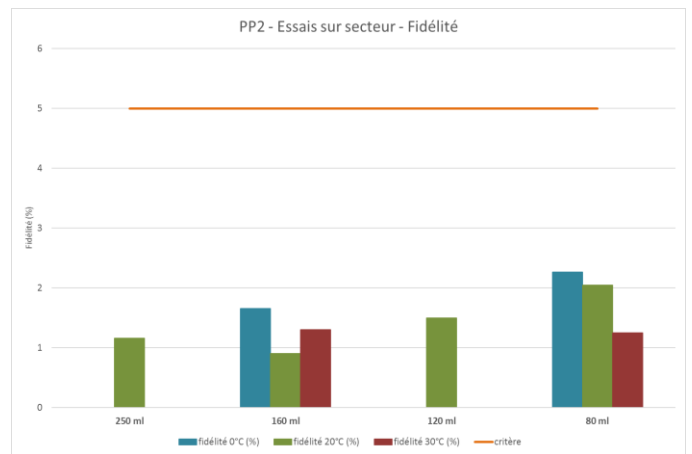


Figure 4 : PP2 - Fidélité - Secteur

Les Figure 5 et Figure 6 présentent respectivement les résultats de biais et de fidélité pour le préleveur PAV, lors des essais sur secteur.

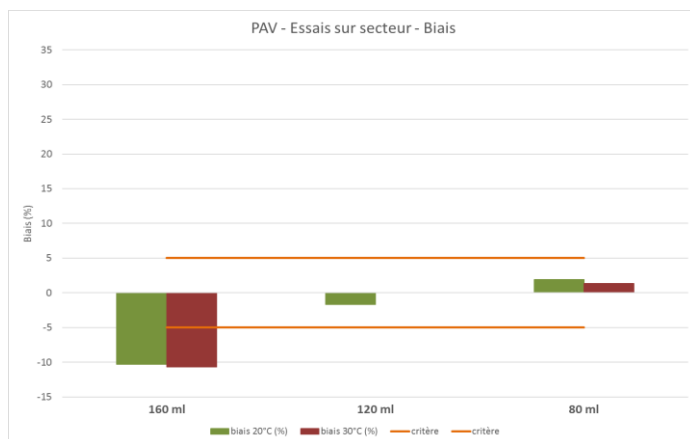


Figure 5 : PAV - Biais - Secteur

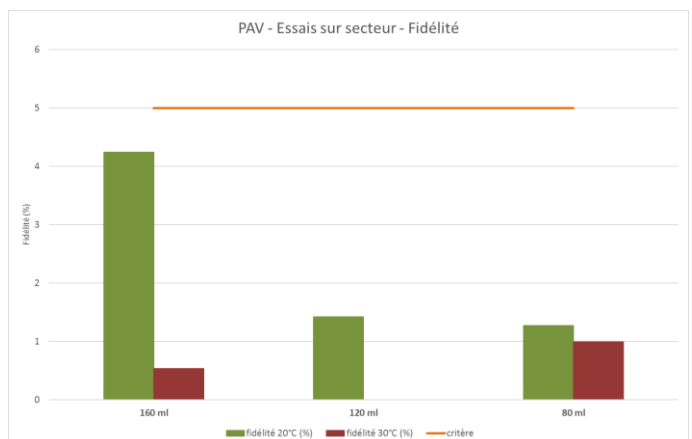


Figure 6 : PAV - Fidélité - Secteur

Concernant PP1, le biais déterminé pour un volume unitaire de 250 ml est conforme à une température de 20°C. En revanche, à 0°C et 30°C et pour des volumes inférieurs, le biais n'est pas conforme.

Concernant PP2, les biais sont conformes quel que soit le volume testé pour des températures de 0°C et 20°C. En revanche, à 30°C le critère du biais n'est pas respecté.

Concernant le PAV, les biais sont conformes pour des volumes de 120 ml et 80 ml à des températures de 20°C et 30°C. Cependant, un biais « constructeur » est observé lors des essais au volume unitaire de 160 ml. En effet, sur cet appareil, le volume unitaire de prélèvement se règle manuellement en ajustant la hauteur du tube d'entrée d'eau dans la chambre d'échantillonnage. Pour un volume unitaire de 160 ml, la hauteur du tube d'entrée d'eau a été réglée à son niveau maximal mais ce réglage n'a pas permis d'obtenir de volumes unitaires supérieurs à 143 ml. Lors des essais à 0°C, l'appareil n'est pas en mesure de réaliser le programme d'échantillonnage demandé. Les biais et les fidélités n'ont donc pas pu être déterminés lors de ces essais.

La température semble avoir un effet sur les volumes unitaires des échantillonneurs équipés de pompes péristaltiques (PP). Ces échantillonneurs possèdent des biais plus importants pour des volumes unitaires de 80 ml. Le fonctionnement du préleveur muni d'une pompe à vide semble quant à lui être impacté par une température de 0°C (impossibilité de réaliser les essais). Hormis le biais constructeur observé au volume unitaire de 160 ml, les biais observés à 120 ml et 80 ml sont du même ordre de grandeur et sont tous conformes.

Le critère de fidélité est respecté quels que soient le type d'échantillonneur, la température ou le volume testé. Ainsi, le respect ou non de la conformité repose uniquement sur le critère du biais.

#### 4.3.2 Essais sur batterie

Seuls les résultats des échantillonneurs équipés de pompes péristaltiques sont présentés. L'échantillonneur pompe à vide n'était pas disponible au moment des essais.

Les Figure 7 et Figure 8 présentent respectivement les résultats de biais et de fidélité pour le préleveur PP1 lors des essais sur batterie.

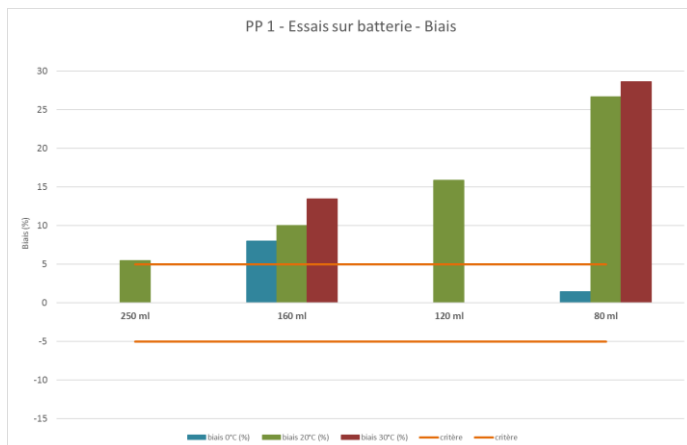


Figure 7 : PP1 - Biais - Batterie

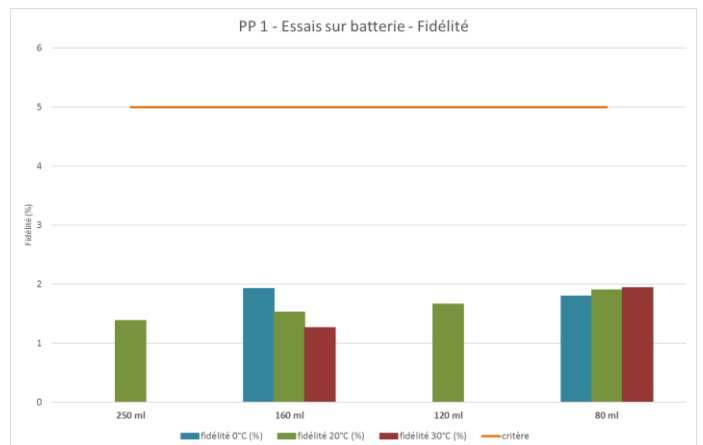


Figure 8 : PP1 - Fidélité - Batterie

Les Figure 9 et Figure 10 présentent respectivement les résultats de biais et de fidélité pour le préleveur PP2 lors des essais sur batterie.

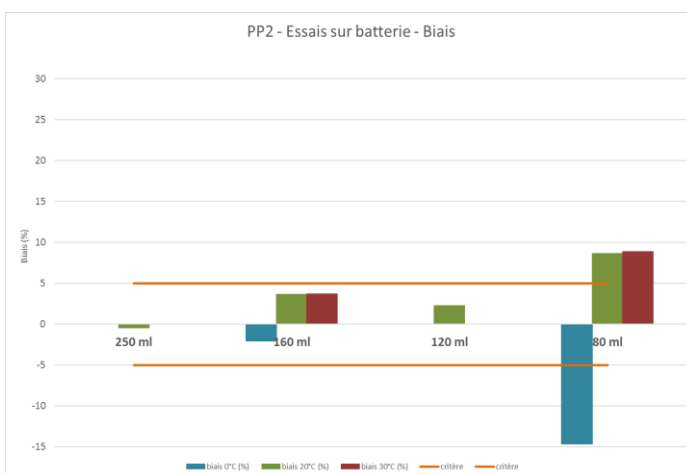


Figure 9 : PP2 - Biais - Batterie

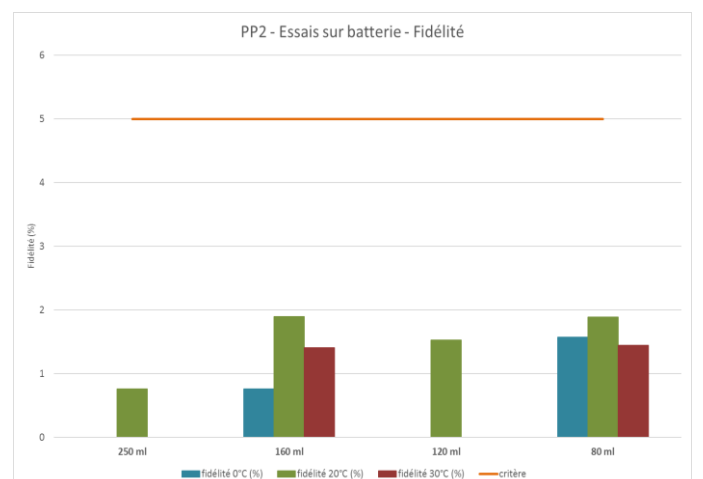


Figure 10 : PP2 - Fidélité - Batterie



Concernant PP1, seul le biais du volume unitaire de 80 ml déterminé à 0°C est inférieur à 5%. Les biais observés pour PP2 sont conformes sauf pour des volumes unitaires de 80 ml et ce quelle que soit la température testée.

Par conséquent, pour les échantillonneurs PP, la température semble avoir un effet sur le volume prélevé. De plus, le biais est différent en fonction du volume unitaire programmé.

Le critère de fidélité est respecté quels que soient le type d'échantillonneur, la température ou le volume testé. Nous remarquons également que le respect ou non de la conformité repose uniquement sur le critère du biais.

### 4.3.3 Comparaison des biais – Secteur/Batterie

L'échantillonneur PAV n'étant pas disponible pour les essais sur batterie, la comparaison des biais entre les essais sur secteur et ceux sur batterie n'est possible que pour les échantillonneurs PP.

La Figure 11 présente la comparaison entre les résultats de biais sur secteur et sur batterie pour le préleveur PP1.

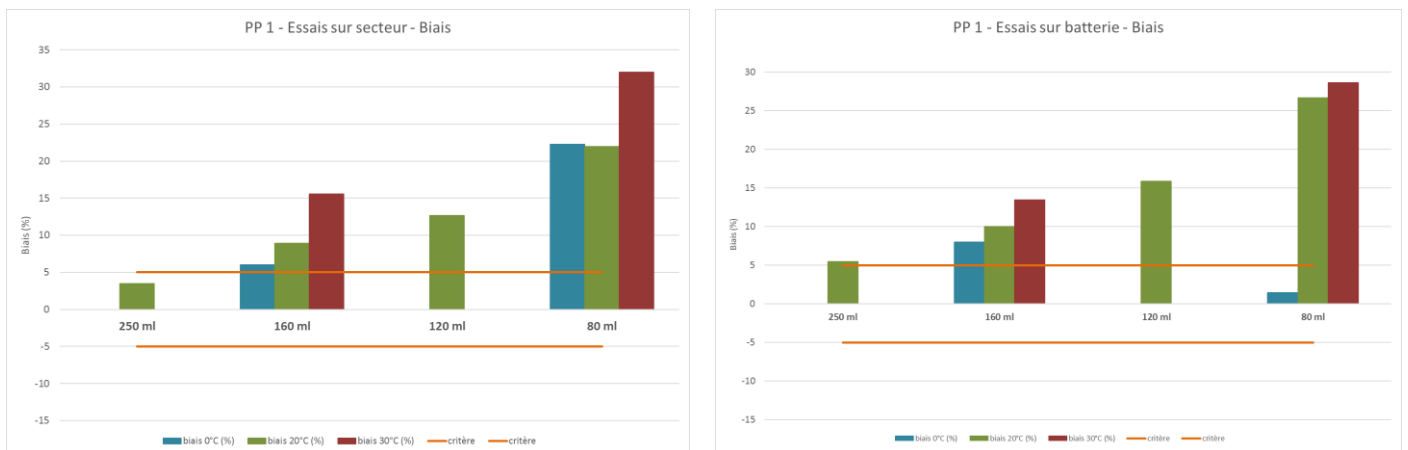


Figure 11 : Comparaison du biais de PP1 secteur/batterie

Que ce soit sur batterie ou sur secteur, un seul essai sur 8 est conforme pour ce préleveur.

La Figure 12 présente la comparaison entre les résultats de biais sur secteur et sur batterie pour le préleveur PP2.

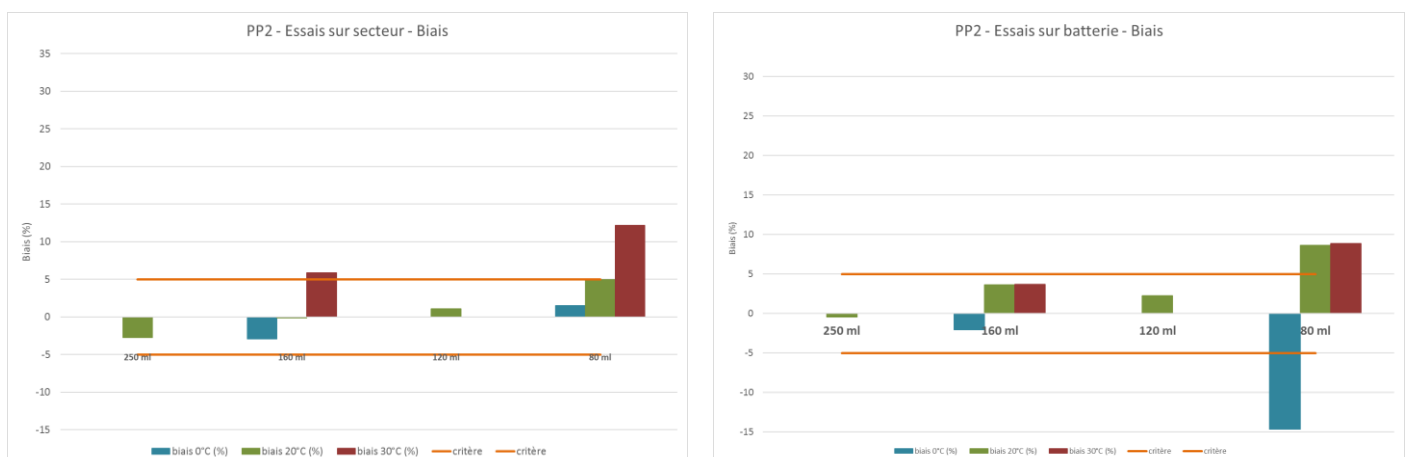


Figure 12 : Comparaison du biais de PP2 secteur/batterie

Sur une totalité de 8 essais par type d'alimentation, les essais sur secteur comptent 6 essais conformes et 5 essais sont conformes en alimentation batterie.

Le type d'alimentation, secteur ou batterie, a donc peu d'influence sur le respect ou non du critère du biais.

## **5. ESSAIS EN CONDITIONS REELLES SUR SITE**

Deux campagnes de prélèvement sur le terrain ont été réalisées en avril 2017 sur le site de la station eaux pluviales de l'INERIS. La première campagne, campagne A, s'est déroulée du 05 au 06 avril 2017. Quant à la campagne B, celle-ci a eu lieu du 10 au 11 avril 2017.

Cette seconde phase de tests a consisté à tester l'impact du volume unitaire sur la représentativité de l'échantillon prélevé. Les 3 échantillonneurs évalués en conditions maîtrisées, alimentés sur batterie ont été déployés sur le terrain pour 2 sessions de prélèvement de 24h et fonctionnent simultanément avec des programmes de prélèvement différents (Tableau 6).

**Tableau 6 : Programmation des échantillonneurs**

Echantillonneurs	Campagne A	Campagne B
	Volume unitaire / cycles de prélèvement	Volume unitaire / cycles de prélèvement
PP1	120 ml /120	80 ml /180
PP2	80 ml /180	160 ml /90
PAV	160 ml /90	120 ml /120

Les échantillons ainsi collectés ont été conditionnés selon le guide technique opérationnel AQUAREF [4] et envoyés au laboratoire accrédité pour analyse des macro-polluants.

### **5.1 AJUSTAGE / RÉGLAGE DES ÉCHANTILLONNEURS**

Avant chaque campagne, les batteries des échantillonneurs ont été complètement chargées. Les échantillonneurs PP ont été ajustés à 250 ml, conformément aux recommandations du constructeur. L'échantillonneur PAV a été réglé manuellement au volume testé, en ajustant la hauteur du tube d'entrée d'eau dans la chambre de prélèvement.

Lors de chaque essai et avant de démarrer les échantillonneurs automatiques, trois mesures du volume unitaire ont été effectuées afin de confirmer l'ajustage ou le réglage réalisé.

### **5.2 SUIVI TEMPÉRATURE DE L'ENCEINTE RÉFRIGÉRÉE**

Durant les campagnes de prélèvement, seule l'enceinte réfrigérée de l'échantillonneur PP2 a été mise en fonctionnement. Le suivi de la température à l'intérieur de l'enceinte des 3 échantillonneurs a été effectué grâce à un enregistreur de température en continu. Les Figure 13 et Figure 14 présentent ce suivi de température pendant les campagnes A et B. Les lignes rouges représentent les limites de température recommandées pour la conservation des échantillons par la norme NF EN ISO 5667-3 [5], à savoir  $5 \pm 3^{\circ}\text{C}$ .

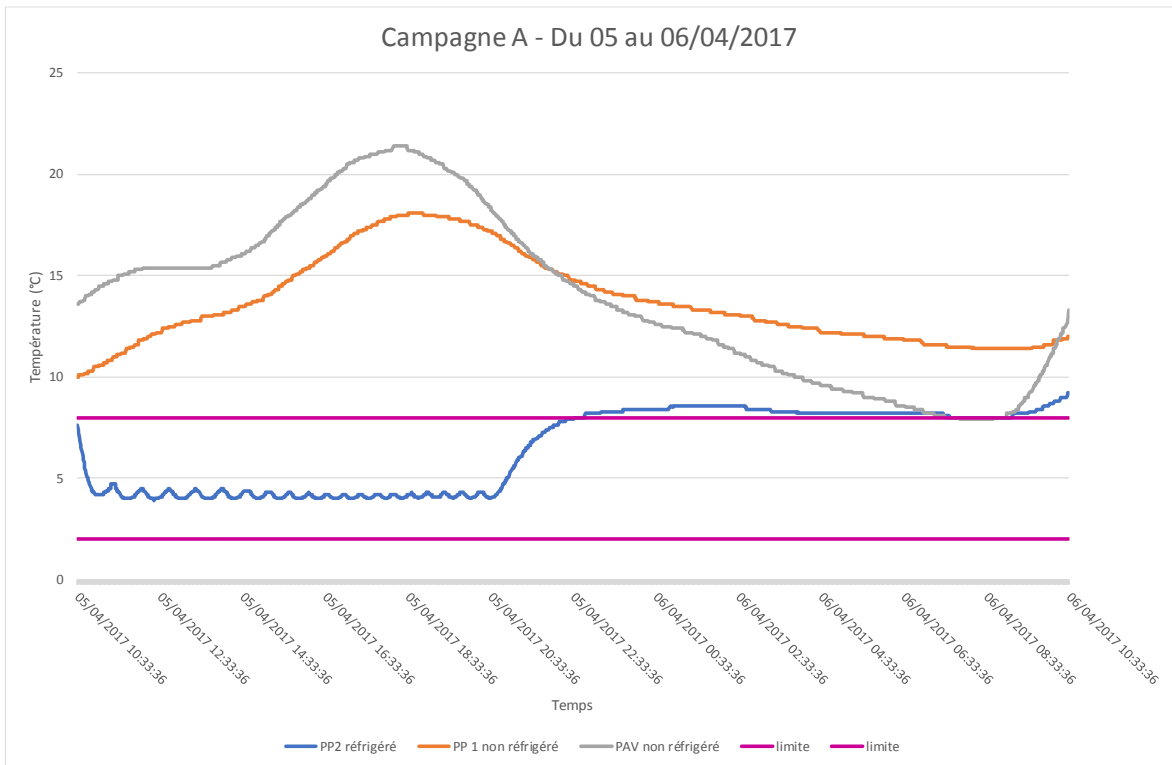


Figure 13 : Suivi température à l'intérieur des échantillonneurs PP1, PP2 et PAV pendant la campagne A

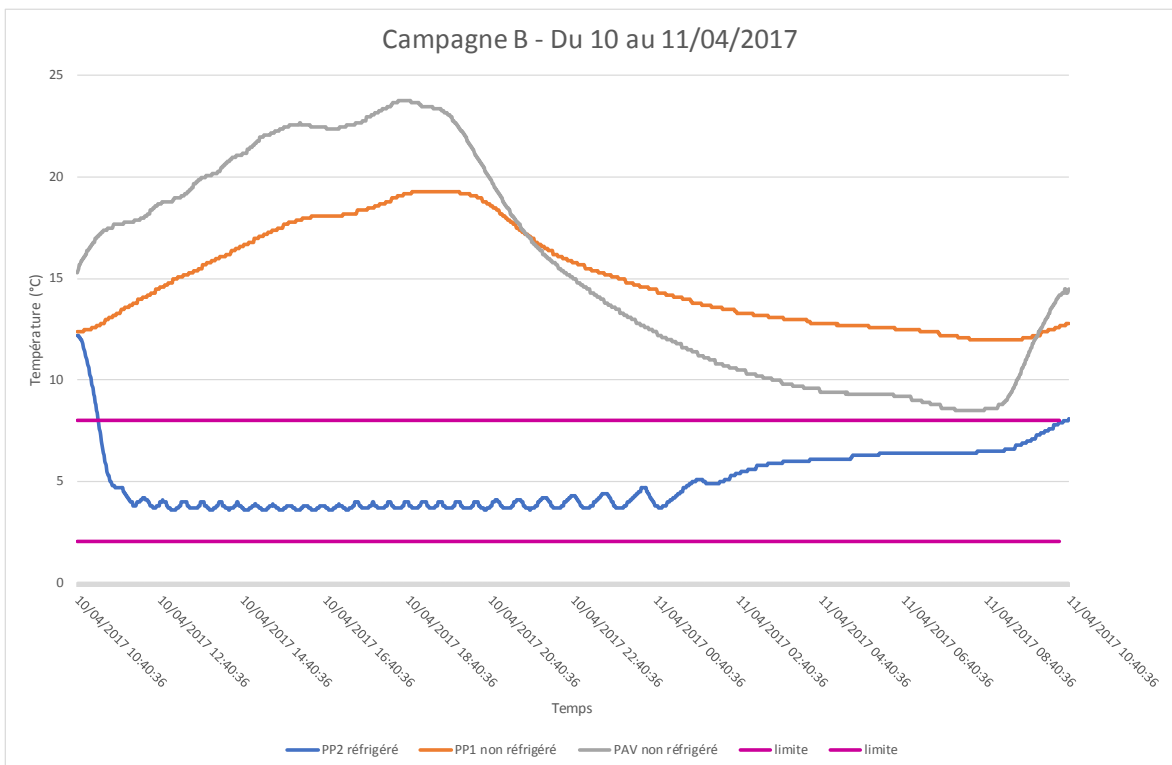


Figure 14 : Suivi température à l'intérieur des échantillonneurs PP1, PP2 et PAV pendant la campagne B

Ces deux graphiques montrent une différence entre la température au sein de l'enceinte réfrigérée de l'échantillonneur PP2 (réfrigéré) et celle à l'intérieur des échantillonneurs PP1 et PAV (non réfrigérés). En effet, au cours de ces 2 campagnes, la température dans l'enceinte des échantillonneurs PP1 et PAV n'est jamais comprise dans la plage recommandée par la norme NF EN ISO 5667-3 [5] tandis que ce critère de température est respecté au sein de l'échantillonneur réfrigéré PP2.

De plus, les variations de température à l'intérieur de l'échantillonneur PAV sont les plus importantes. Ces variations correspondent aux variations de la température extérieure au cours d'une journée (augmentation durant la journée et diminution une fois le soleil couché). Cet échantillonneur dont la paroi extérieure est plus fine, semble ainsi être plus impacté par la température extérieure que les échantillonneurs PP1 et PP2.

Durant la première moitié de la campagne A, la température dans l'enceinte est comprise dans la plage de température recommandée de  $5\pm 3^{\circ}\text{C}$  [5]. Une augmentation de la température au sein de l'échantillonneur PP2 lors de la seconde moitié de la campagne A est observée. Celle-ci est causée par le fait que la batterie du système de régulation de la température des échantillons se soit déchargée et a provoqué son arrêt. La batterie du système de régulation de la température de l'échantillonneur PP2 n'a donc pas fonctionné durant les 24 heures de campagne.

### 5.3 MESURES RÉALISÉES À LA FIN DES CAMPAGNES

Après chaque campagne, les mesures suivantes sont effectuées sur les échantillonneurs automatiques :

- volume unitaire ;
- volume global collecté.

A l'issue des campagnes A et B, il est constaté, pour PP1 une perte de capacité de la batterie. La mesure de son volume unitaire après campagne n'a pas pu être réalisée. Les batteries des échantillonneurs PP1 et PP2 ont été chargées de la même façon et ont le même historique d'utilisation. La différence de charge entre ces deux batteries pourrait s'expliquer par une exposition différente aux facteurs ambiants (température, vent...) des deux échantillonneurs ou par une usure différente entre les deux batteries.

En fin de campagne, le volume global collecté par chaque échantillonneur est mesuré par volumétrie. Les volumes globaux collectés sont comparés aux volumes globaux théoriques. Ce dernier est déterminé par l'équation 3 :

$$Volume\ global_{théorique} = nombre\ de\ cycles_{réels} \times Volume\ unitaire_{moyen} \quad (Eq. 3)$$

Le volume unitaire moyen correspond à la moyenne des volumes unitaires moyens avant et après campagne comme indiqué par l'équation 4 :

$$Volume\ unitaire_{moyen} = \frac{\overline{X_{volume\ unitaire\ avant}} + \overline{X_{volume\ unitaire\ après}}}{2} \quad (Eq. 4)$$

Les écarts entre le volume global collecté et le volume global théorique sont calculés à partir de la relation suivante (équation 5) :

$$Ecart(\%) = \frac{Volume\ global_{collecté} - Volume\ global_{théorique}}{Volume\ global_{théorique}} \times 100 \quad (Eq. 5)$$

Les résultats de ces différents calculs sont présentés dans le Tableau 7.

**Tableau 7 : Ecart entre volume global collecté et volume théorique**

PP1		PP2		PAV	
Volume unitaire programmé	Ecart	Volume unitaire programmé	Ecart	Volume unitaire programmé	Ecart
120 mL	19%	80 mL	8%	160 mL	0,04%
80 mL	24%	160 mL	-2%	120 mL	1,3%

Dans l'ensemble, les volumes globaux collectés sont supérieurs aux volumes globaux théoriques.

Concernant les préleveurs PP, au regard des écarts, il est constaté que plus le volume unitaire programmé est faible (80 ml), plus l'écart est important. De plus, les écarts déterminés pour PP1 sont supérieurs aux écarts calculés pour PP2 ce qui rappelle les constats observés lors des essais en laboratoire (4.3.2).

Pour rappel, le biais du volume unitaire déterminé en laboratoire est calculé en comparant le volume unitaire réellement prélevé au volume unitaire programmé. Ces essais « laboratoire » ont mis en évidence d'importants écarts entre ces volumes unitaires, dus au biais constructeur du préleveur PAV. Lors des campagnes sur le terrain, le volume global théorique est calculé à partir du volume unitaire moyen prélevé par l'échantillonneur (Equation 3). Cela permet de s'affranchir du biais constructeur du PAV lors de la comparaison avec le volume global réellement collecté et conduit à un faible écart observé à 160 ml sur le terrain contrairement à l'écart déterminé en conditions maîtrisées.

#### 5.4 ANALYSE DES MACRO-POLLUANTS.

Les analyses des échantillons collectés sont réalisées par un laboratoire accrédité ISO/CEI 17025 pour l'analyse physico-chimique des eaux douces et des eaux résiduaires. Les paramètres recherchés sont l'ammonium, le phosphore total, les nitrites, les MES, le COT, l'azote Kjeldahl, les nitrates et le phosphate.

L'échantillonnage et l'homogénéisation du volume global collecté sont réalisés en suivant les recommandations du guide technique opérationnel AQUAREF [4]. Le conditionnement des échantillons (choix du flaconnage, filtration, acidification...) est effectué au regard des paramètres recherchés et conformément à la norme NF EN ISO 5667-3 [5]. Le conditionnement permet de limiter l'évolution des échantillons durant le transport jusqu'au laboratoire et de faciliter la mise en évidence de l'éventuel impact du volume unitaire sur la représentativité de l'échantillon prélevé. Tous les échantillons ont été conditionnés de la même façon, quel que soit le type d'échantillonneur testé (Tableau 8).

**Tableau 8 : Conditionnement des flacons sur le terrain, selon les demandes du laboratoire d'analyses**

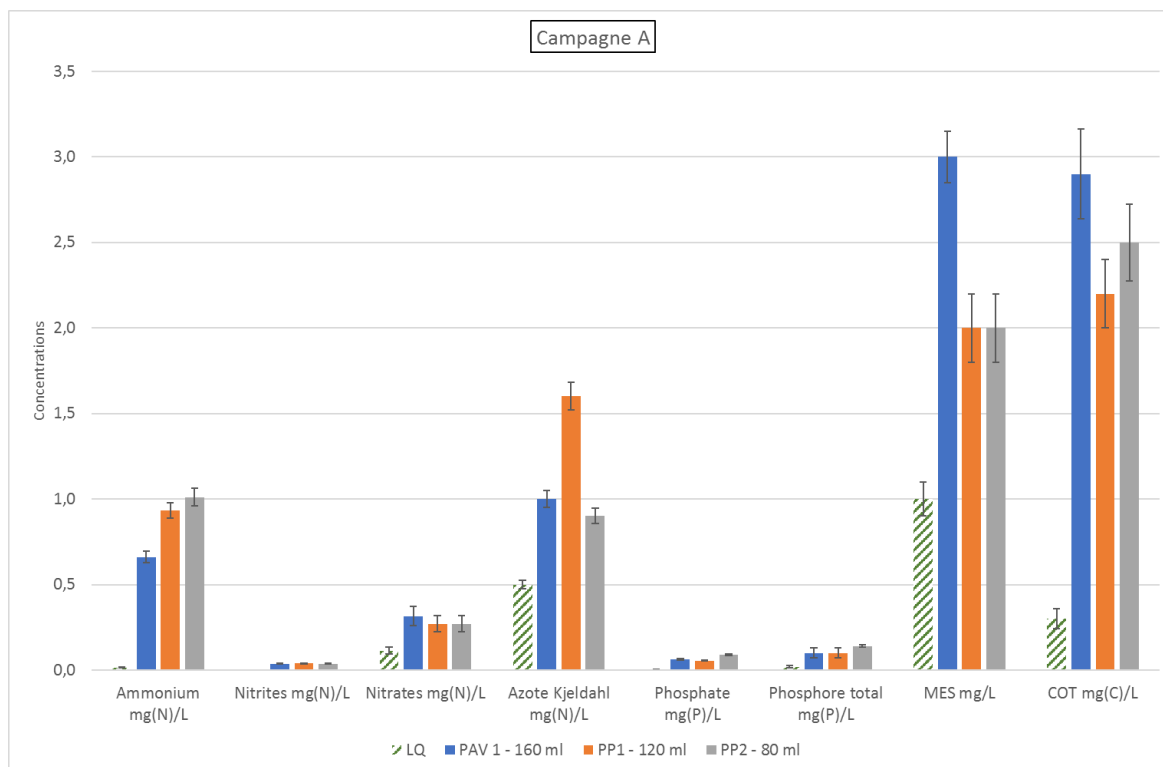
Paramètres	Remplissage à ras bord	Filtration sur le terrain	Acidification
MES	✓		
COT			Acide nitrique
Azote Kjeldahl			Acide sulfurique
Ammonium	✓	✓	
Nitrates	✓	✓	
Nitrites	✓	✓	
Phosphore total			Acide nitrique
Phosphates	✓	✓	

Les résultats d'analyse sont présentés sous forme d'histogrammes représentant les concentrations mesurées en mg/L :

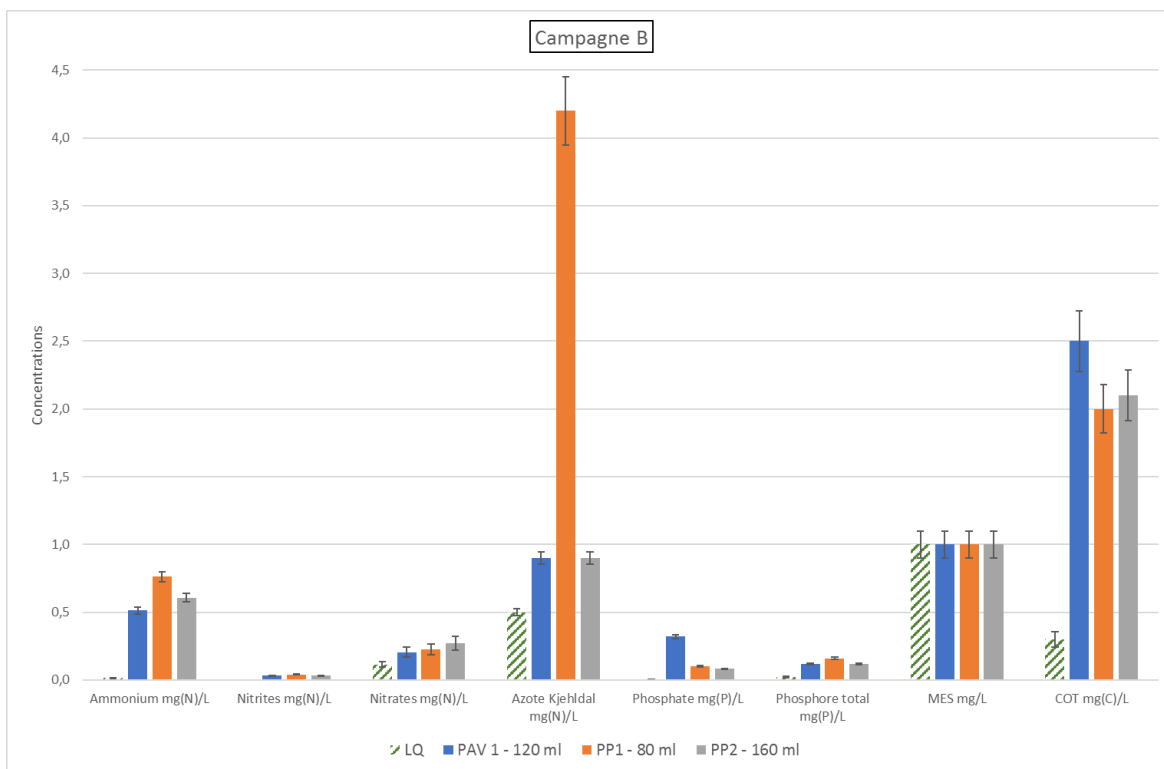
- en bleu, les résultats du PAV ;
- en orange, les résultats du PP1 ;
- en gris, les résultats du PP2.

La limite de quantification de chaque substance est représentée en hachuré vert. Les incertitudes analytiques (à k=2) sont représentées par les barres d'erreur.

Les Figure 15 et Figure 16 représentent la concentration en macro-polluants dans les volumes globaux collectés, respectivement, lors des campagnes A et B.



**Figure 15 : Concentration (mg/L) en macro-polluants dans les échantillons d'eau collectés par PP1, PP2 et PAV lors de la campagne A**



**Figure 16 : Concentration (mg/L) en macro-polluants dans les échantillons collectés par PP1, PP2 et PAV lors de la campagne B**

Lors des 2 campagnes A et B, les concentrations en nitrites et en nitrates déterminées sont du même ordre de grandeur. Ces deux substances ne semblent pas être impactées ni par le choix du volume unitaire ni par le type d'échantillonneur ni par la présence ou l'absence de système de régulation de la température de l'échantillon. Les concentrations des composés phosphorés, de l'ammonium et de l'azote Kjeldahl semblent, quant à elles, être impactées par le choix du volume unitaire ou par la présence ou l'absence de système de régulation de la température.

## 6. CONCLUSION

Cette étude a permis d'évaluer :

- d'une part, la performance de 3 échantillonneurs en conditions maîtrisées (laboratoire), pour différents volumes unitaires, différentes températures ambiantes et alimentés sur secteur ou batterie ;
- d'autre part, l'impact du volume unitaire sur la représentativité de l'échantillon prélevé, en conditions réelles (sur le terrain), pour différents volumes unitaires et différentes fréquences d'échantillonnage, sous l'influence de la variation journalière de la température ambiante et alimentés sur batterie.

Le Tableau 9 synthétise l'ensemble des conclusions, difficultés rencontrées et perspectives de poursuite des essais en conditions maîtrisées et conditions réelles.

**Tableau 9 : Conclusions, retours d'expériences et perspectives des essais**

	Conditions maîtrisées (laboratoire)	Conditions réelles (terrain)
CONCLUSIONS GENERALES	<p>Dans les conditions de l'étude, le respect ou non de la conformité repose uniquement sur le critère du biais</p> <p>La performance des préleveurs est impactée par</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- la <b>température ambiante</b> (notamment PP1 et PAV) ;</li> <li>- et par le <b>volume unitaire</b> (80 ml PP ; 160 ml biais constructeur PAV).</li> </ul> <p>Les échantillonneurs PP sont du même modèle, de la même série et ont le même historique d'utilisation mais leurs performances ne sont pas équivalentes. Cela montre l'<b>importance</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1) <b>d'évaluer chaque échantillonneur individuellement dès réception</b> afin de connaître leurs performances réelles (vitesse d'aspiration, hauteur d'aspiration maximale),</li> <li>2) <b>d'évaluer régulièrement les échantillonneurs automatiques afin de vérifier leurs performances dans le temps.</b></li> </ol>	<p>Ces campagnes sont une première évaluation des échantillonneurs sur le terrain. <b>Les conclusions sont à confirmer par de nouvelles campagnes.</b></p>



	Conditions maîtrisées (laboratoire)	Conditions réelles (terrain)
RETOURS D'EXPERIENCES	<p>Il est important de connaître la hauteur maximale d'aspiration de l'échantillonneur (hauteur limite au-delà de laquelle l'échantillonneur ne pourra pas respecter le critère de la vitesse d'aspiration). Pour cela, la norme NF EN 16479 [1] préconise de réaliser des essais à des hauteurs d'aspiration comprises entre 1 m et la hauteur maximale d'aspiration assignée. Cela nécessite, dans notre cas, de réaliser des essais à 7 ou 8 m (hauteur maximale d'aspiration de l'échantillonneur). Cela implique la nécessité d'avoir un local suffisamment grand.</p> <p>Les échantillonneurs étant équipés de mono-flacon et ne disposant pas à l'INERIS de moyen pour quantifier les volumes unitaires au fur et à mesure des essais, ces tests ont nécessité la présence d'une personne à l'intérieur de l'enceinte climatique tout au long des essais.</p> <p>La mise en œuvre des essais pourrait être moins contraignante et moins coûteuse s'il est mis en œuvre :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- des échantillonneurs multi-flacons ;</li> <li>- ou une balance dynamique pour des échantillonneurs mono-flacon.</li> </ul>	<p>Il est souvent difficile de trouver des eaux avec des teneurs en macro-polluants plus importantes au moment des campagnes.</p> <p>Il n'a pas été possible d'évaluer l'impact du volume unitaire sur la représentativité chimique de l'échantillon du fait de la non connaissance de la composition chimique du milieu testé au moment des essais.</p>
PERSPECTIVES	<p>Il serait intéressant de tester</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- un nombre plus important d'échantillonneurs et à diverses hauteurs d'aspiration afin de conforter ou non les résultats de cette étude ;</li> <li>- à défaut de posséder une enceinte climatique, les essais à différentes températures pourraient être mis en œuvre sur le terrain à différentes périodes de l'année, avec un suivi en parallèle de la température externe.</li> </ul>	<p>Afin de compléter cette étude, des essais complémentaires pourraient être envisagés :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- sur des eaux de caractéristiques différentes ;</li> <li>- en intégrant une mesure en continu des paramètres afin d'avoir un point de comparaison avec l'eau échantillonnée ;</li> <li>- lors d'autres saisons (autres températures et variations journalières) ;</li> <li>- sur un nombre plus conséquent d'échantillonneurs ;</li> <li>- mettre en œuvre uniquement des échantillonneurs réfrigérés afin d'assurer la conservation des échantillons pendant les 24 heures de prélèvement.</li> </ul>

Cette étude a été menée sur un nombre restreint d'échantillonneurs. Par ailleurs, chaque ensemble de paramètres a été testé une seule fois. Par conséquent, les conclusions obtenues doivent être confirmées et ne peuvent être généralisées.

## **7. BIBLIOGRAPHIE**

[1] NF EN 16479 « Qualité de l'eau - Exigences de performance 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 »

[2] FD T 90-523-2 « Qualité de l'eau - Guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement - Partie 2 : Prélèvement d'eau résiduaire »

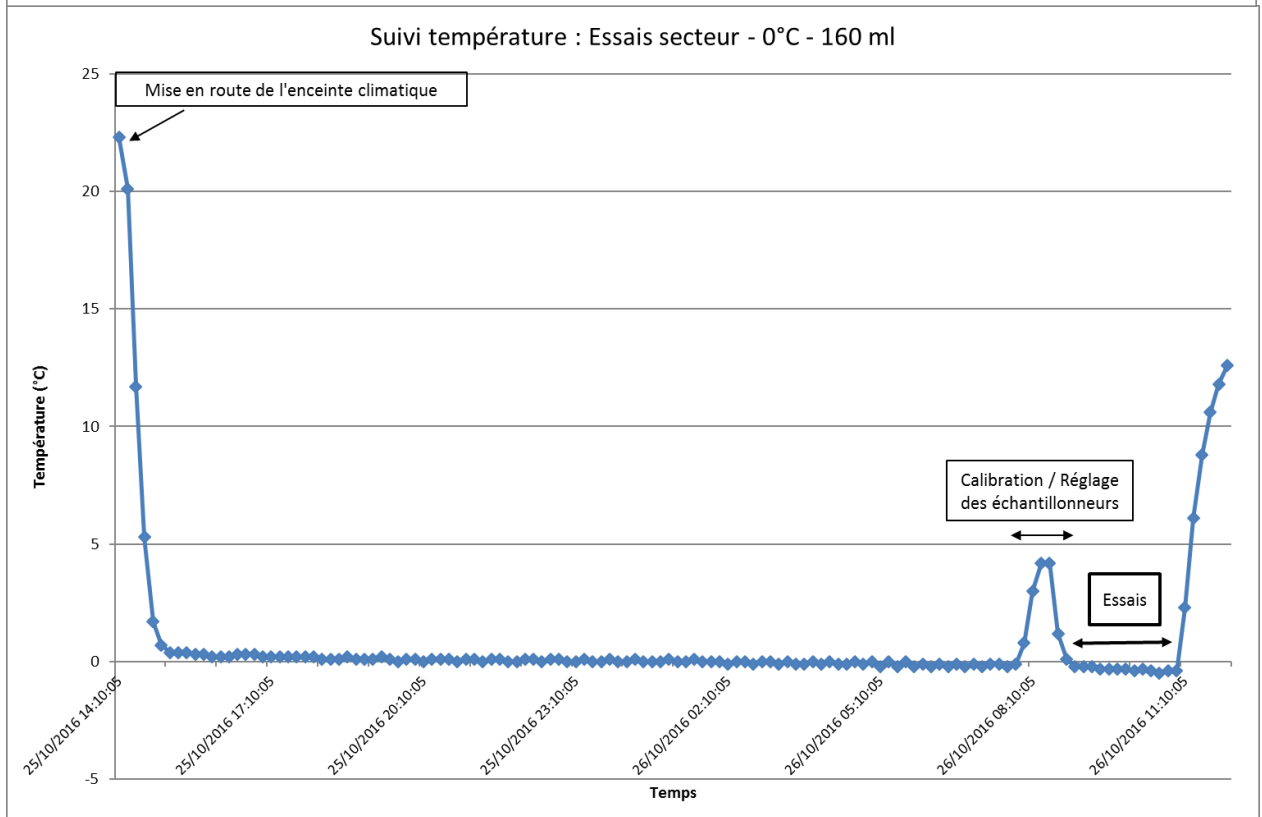
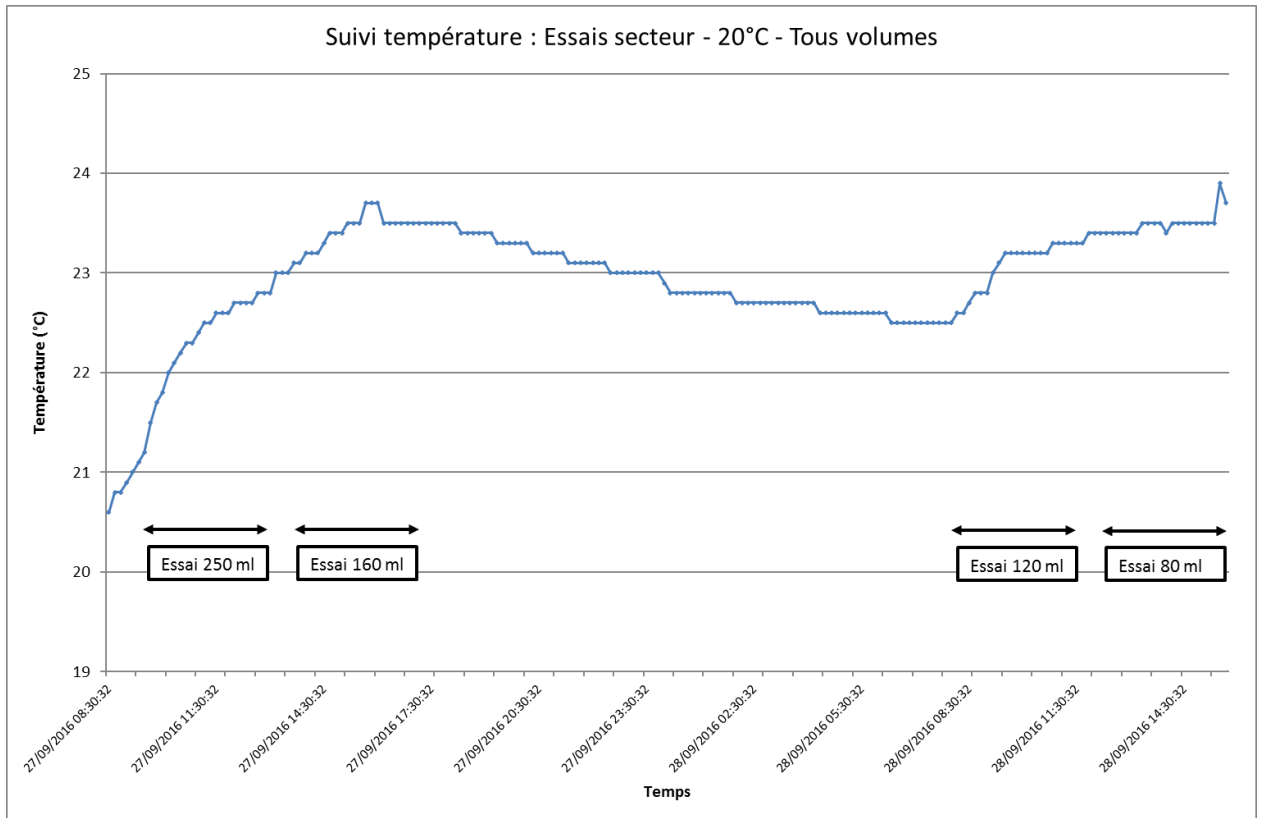
[3] B.Lepot, N.Guigues – Echantillonneurs automatiques : Adéquation de la norme française FD T 90-523-2 aux exigences de la norme NF EN 16479 – Rapport AQUAREF 2015 – 11p. DRC-15-136902-12449A

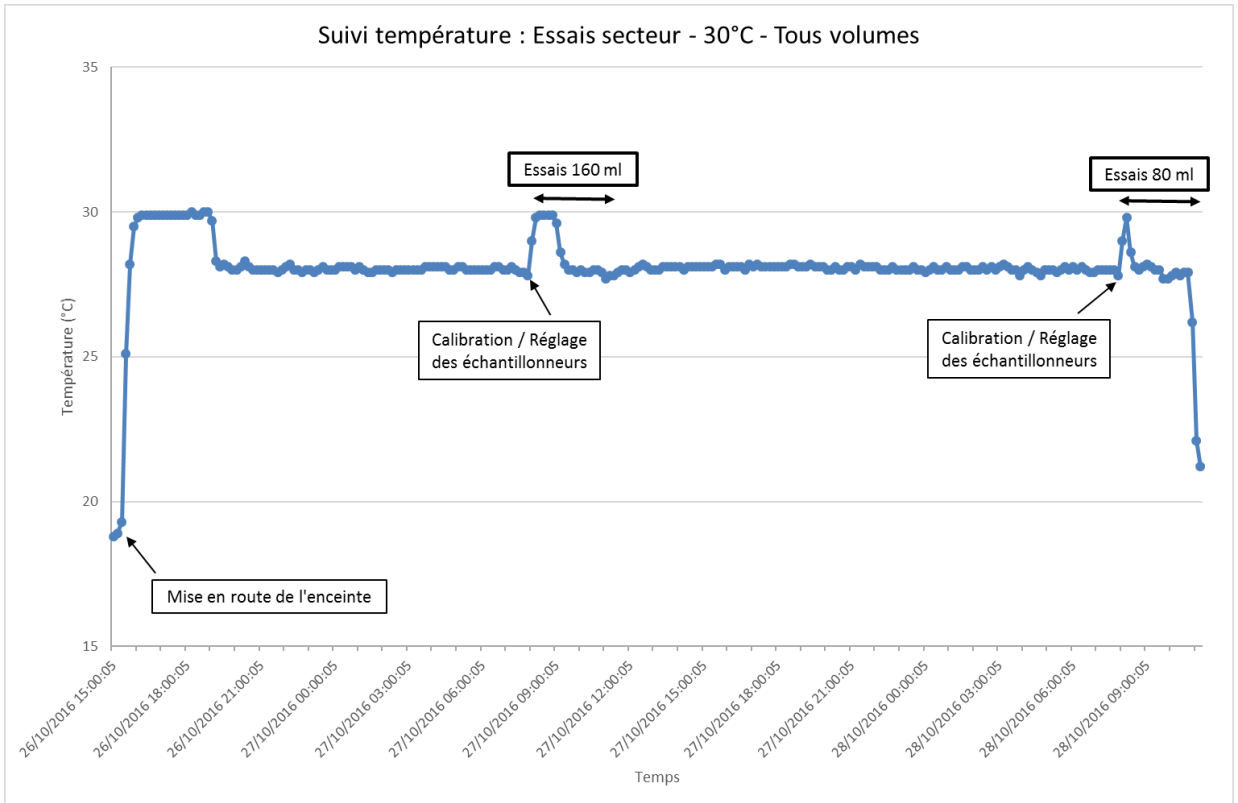
[4] F. Eymery, J.-M. Choubert, B. Lepot, J. Gasperi, J. Lachenal, M. Coquery (2011). Guide technique opérationnel : Pratiques d'échantillonnage et de conditionnement en vue de la recherche de micropolluants prioritaires et émergents en assainissement collectif et industriel, Première version. Irstea/Cemagref, 85 p.

[5] NF EN ISO 5667-3 « Qualité de l'eau – Échantillonnage - Partie 3 : Conservation et manipulation des échantillons d'eau »

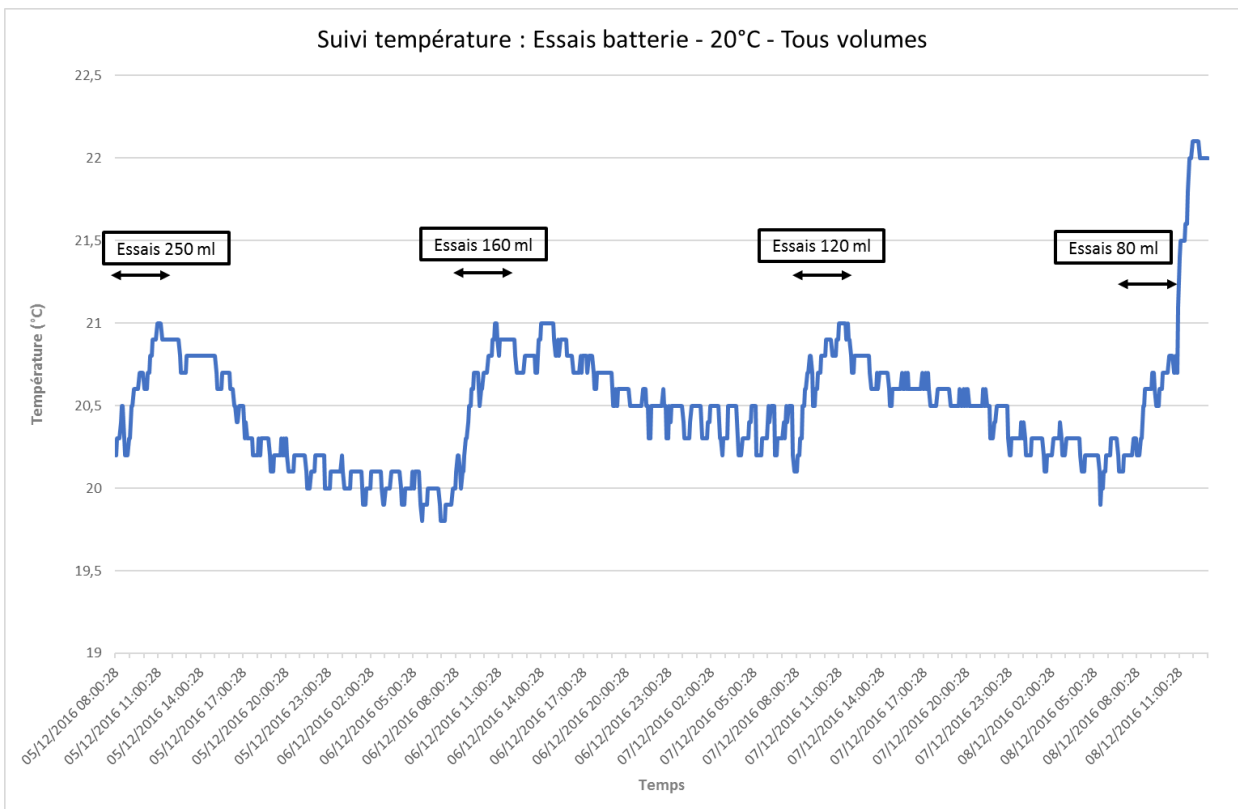
# Annexe 1 : Suivi de la température ambiante de l'enceinte climatique

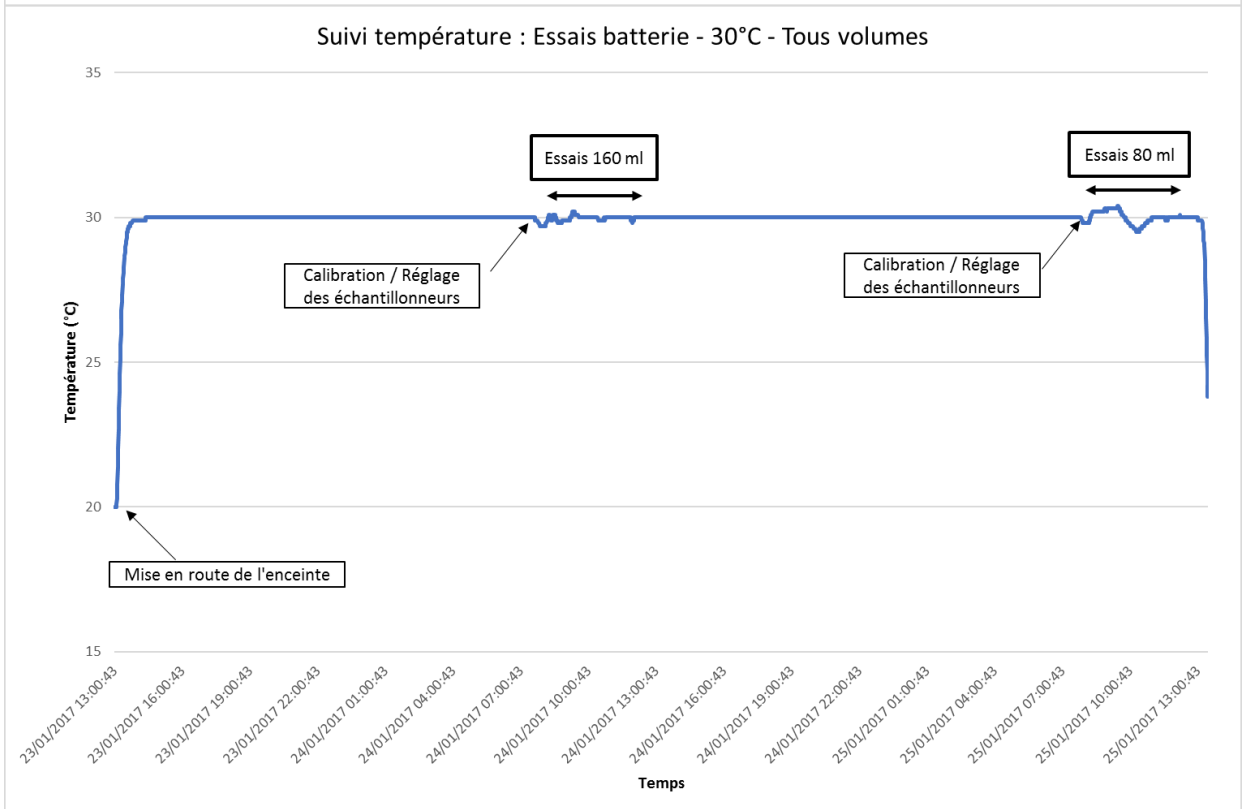
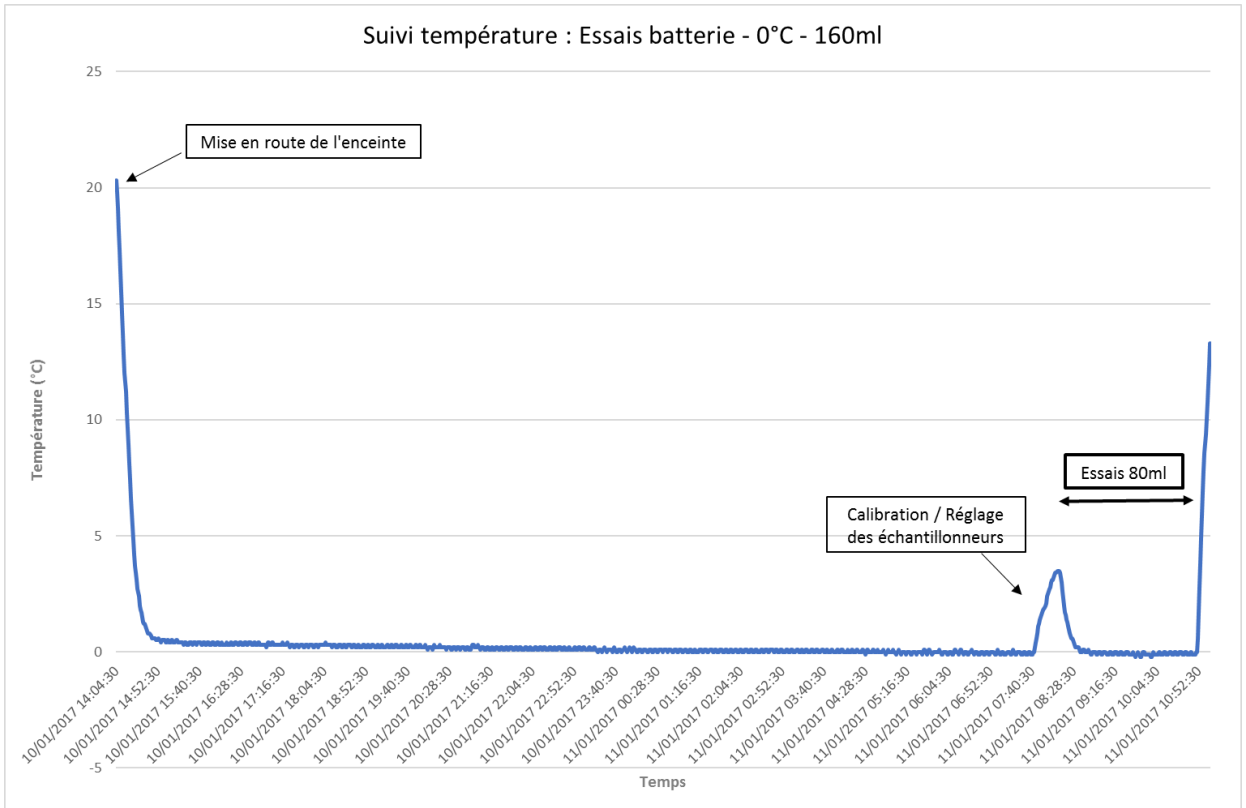
## Essais sur secteur





**Essais sur batterie**





## Annexe 2 : Suivi de la température de l'enceinte réfrigérée des échantillonneurs

