



19536

Agence de l'eau
Rhine-Meuse

UNIVERSITE DE METZ
I.U.T MESURES PHYSIQUES

1994-1995

**ELABORATION D'UNE CLASSIFICATION DES METHODES DE
PRELEVEMENT UTILISEES DANS LE CADRE DES ACTIVITES DE
L'AGENCE DE L'EAU RHIN-MEUSE**

RAPPORT

Pour le Diplôme Universitaire de Technologie
MESURES PHYSIQUES
Option **Techniques** Instrumentales

présenté et soutenu le 29 Juin 1995

par

Sébastien CARLIER

Rapport réalisé à la suite du stage effectué à
l'Agence de l'EAU REIN-MEUSE, Moulins-lès-Metz
sous la responsabilité de
M Alain CLABAUT
du
2 mai au 23 juin 1995

SOMMAIRE

Avant-propos	
Présentation de l'Agence de l'eau RHIN-MEUSE	P I
INTRODUCTION	p 5
1 RECUEIL DES INFORMATIONS	P 6
A Renseignements obtenus sur le terrain	P 6
1) Prélèvement de MES par centrifugation	P 6
2) Prélèvement en continu : les stations automatiques	P 7
3) Prélèvement sur un dégraisseur	p 9
4) Tournée de prélèvements en eaux superficielles dans le cadre du RNB	p 11
5) Prélèvement d'eaux usées dans une lagune	P 12
B Recherche Bibliographique	p 13
II CRITERES DE CLASSIFICATION	P 14
1) Type de milieu	P 14
2) Fraction prélevée	p 14
3) Paramètres aux traitements particuliers	p 15
4) Type d'asservissement	p 15
5) Choix du prélèvement	p 15
6) Paramètres mesurés sur place	p 15
7) Précautions	p 15
III NON-CRITERES DE CLASSIFICATION	p 16
1) Conservation	P 16
2) Fractionnement	p 17
3) Conditionnement	P 17
4) Rapport	P 17
IV OCCURENCES POSSIBLES POUR CHAQUE CRITERE	p 17
V PRESENTATION DE LA FICHE DE SYNTHESE	p 20
CONCLUSION	p 23
ANNEXES	
GLOSSAIRE	

Présentation de l'Agence de l'Eau

Les Agences de l'Eau :

Les Agences de l'Eau ont été créées par la première "loi sur l'eau" du 16 décembre 1964 relative au régime et à la répartition des eaux et à la lutte contre la pollution.

Cette loi de 1964 instaure la décentralisation de la politique de l'eau et la gestion "concertée" de l'eau par le biais de ces Agences appelées alors "Agences Financières de Bassin" et de leurs organismes de bassin.

Les Agences de l'eau sont au nombre de 6 :

- l'Agence de l'Eau Adour-Garonne
- l'Agence de l'Eau Artois-Picardie
- l'Agence de l'Eau Loire-Bretagne
- l'Agence de l'Eau Rhin-Meuse
- l'Agence de l'Eau Rhône-Méditerranée-Corse
- l'Agence de l'Eau Seine-Normandie

Ce découpage géographique a été effectué selon les grands bassins hydrographiques français.

Sous double tutelle du Ministère de l'Environnement et du Ministère des Finances, les Agences préparent la politique de l'Eau, au niveau de chaque Bassin, aux organismes de Bassin, qui sont, le comité de bassin et le conseil d'administration.

Le comité de bassin définit la politique générale de l'Agence et le conseil d'administration attribue les aides et vérifie la gestion.

L'Agence de l'Eau RHIN-MEUSE :

L'hydrographie du bassin Rhin-Meuse correspond aux bassins français du Rhin, de la Moselle (et la Sarre) et de la Meuse.

En quelques chiffres, le bassin Rhin-Meuse c'est :

- 3 régions: Alsace, Lorraine et Champagne-Ardenne*
- 8 départements: Moselle, Meurthe-et-Moselle, Meuse, Haut-Rhin, Bas-Rhin, Vosges*, Haute-Marne* et Ardennes*
- (* en partie)
- 4 000 000 d'habitants
- 3 1 300 km² de **superficie** soit 6% de la France
- 5 200 km de petits cours d'eau ayant un objectif de qualité
- 1 900 km de grands cours d'eau ayant un objectif de qualité
- une activité agricole, viticole et **industrielle**(sidérurgie, papeterie, brasserie, mine, ...)
- 3263 communes administratives

Depuis plus de vingt ans l'Agence de l'**Eau** Rhin-Meuse :

- lutte contre la pollution des eaux pour reconquérir les rivières et préparer les nappes
- aménagement et protège la ressource en eau -cours d'eau et nappes - afin de donner de l'eau à tous dans le respect du patrimoine et de la santé publique

Pour mener à bien sa mission, l'Agence doit assurer un **triple rôle**:

- Rôle d'incitation économique:

Dotée de l'autonomie financière, l'Agence met en oeuvre un outil financier et économique basé sur des redevances perçues sur les usages de l'eau d'après le principe institué en 1964 du "**pollueur-payeur**" (qui pollue paie, qui **dépollue** est aidé).

Proportionnellement aux quantités d'eau prélevées ou consommées, aux pollutions rejetées ou à leur impact sur le milieu naturel, l'Agence perçoit 3 types de redevances:

- . redevance de prélèvement d'eau
- . redevance de pollution industrielle
- . redevance de pollution domestique ou la "contre-valeur"

Les redevances constituent un signal économique devant inciter les redevables à moins polluer. Elles constituent en outre l'unique recette alimentant le budget de l'Agence.

Parallèlement pour renforcer cette incitation l'Agence attribue des aides aux maîtres **d'ouvrages**(**personnes** publiques ou privées) pour la réalisation de travaux nécessaires à l'amélioration de la ressource, à la lutte contre la pollution et à l'aménagement des rivières dans le cadre du programme de l'Agence.

Les objectifs du présent programme sont:

- . réduction des rejets toxiques et bonne élimination des déchets dangereux
- . fonctionnement optimal des ouvrages et prévention des pollutions accidentelles
- . amélioration de la collecte des effluents domestiques
- . lutte contre l'eutrophisation
- . amélioration de la qualité de l'eau potable

On distingue deux types d'aides, les aides au fonctionnement et les aides à l'investissement.

- Aide technique:

L'Agence constitue une importante force de proposition et de conseil ou d'expertise auprès des maîtres d'ouvrages. Seuls les projets correspondants à ses priorités sont aidés.

- Source de connaissance:

Pour mieux orienter ses propositions d'actions, l'Agence se doit de perfectionner sa connaissance du milieu naturel et de la dépollution. A ce titre, de nombreuses études, analyses, surveillances, sont menées pour permettre à l'Agence d'acquérir un maximum de données et d'informations sur les eaux et le milieu.

Cette mission revient principalement à la "Division Milieu Naturel et Données **Techniques**" (**DMNDT**).

La Division Milieu Naturel et Données Techniques:

Ses missions:

La Division est chargée de la connaissance de l'état et des moyens de protection et de restauration des ressources, des milieux, et des usages de l'eau, ainsi que l'acquisition, de la validation et de la mise à disposition des données nécessaires.

Elle donne des avis sur l'efficacité des interventions de l'Agence, sur l'impact des rejets et des aménagements pour le milieu naturel et les usages, et elle propose des éléments stratégiques pour la politique de l'Agence.

Sa structure:

Le département “Administration de Données” (ADo):

Il est chargé de la gestion des données des systèmes d'informations “EAU” du bassin et de l'Agence.

Le département “Gestion des Données Techniques*” (GDT):

Il assure une triple mission:

- recueil des informations et des données provenant des réseaux de mesures (données du milieu naturel, des rejets urbains et industriels)
- critique, valorisation et synthèse des données
- mode de traitement pour la mise à disposition de ces données, notamment sous forme de représentations cartographiques.

Le département “Etudes et Conseils” (EC):

Il identifie et propose les axes prioritaires pour la préservation et la reconquête du milieu naturel, la protection de la santé Publique, et la satisfaction des usages et usagers, à travers ses deux missions.

1. Connaissances et veille scientifique:

Cela passe par la connaissance:

- de l'état des milieux et des objectifs de la qualité ou de quantité pour leur amélioration
- des moyens de protection de la **Santé Publique**, des ressources, des milieux et des usages
- des méthodes à mettre en oeuvre pour l'acquisition de connaissances sur le milieu et l'état de la ressource

2. Soutien aux interventions de l'Agence:

Le département donne son avis sur l'efficacité des interventions de l'Agence sur l'impact des rejets et des aménagements pour le milieu naturel et les usages. Il assure auprès des divisions d'intervention un soutien technique sur les dossiers dont elle a la charge dans les domaines d'étude tels que **l'Ecotoxicologie**, la Chimie des eaux et méthodes d'analyses, les Eaux superficielles, l'impact des rejets, **l'Hydrobiologie**,...

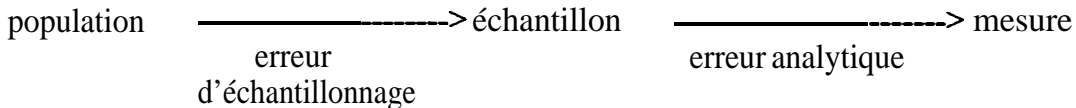
L'Agence de l'**Eau** Rhin-Meuse a une *vocation européenne*.

En effet ses rivières sont communes à plusieurs pays -l'eau n'a pas de frontière- et sa situation géographique (centrée sur la Suisse, l'Allemagne, le Luxembourg, la Belgique et les Pays-Bas) entraîne l'obligation de rendre cohérentes les actions menées avec celles des voisins de la France.

Le Ministère de l'**Environnement** a chargé l'Agence de l'**Eau** Rhin-Meuse de suivre l'exécution du plan "**Rhin propre: Horizon 2000**" au sein de la Commission Internationale pour la Protection du Rhin(CIPR) et de mettre en oeuvre un programme d'inventaire et de réduction des rejets toxiques dans la partie française du bassin du Rhin.

INTRODUCTION

Le prélèvement est une phase très importante et très délicate. Cette dernière conditionne les résultats analytiques et par la suite les interprétations qui pourront être faites.



Lors de la mise en oeuvre d'un prélèvement ponctuel ou d'une campagne de prélèvement, il faut se demander :

- Que cherche -t-on à savoir ?
- Dans quoi va -t-on mettre les échantillons ?
- Quel est le type de l'eau étudiée ?

Ces critères vont déterminer la stratégie des opérations de prélèvement.

Un plan informatique existe à l'Agence de l'Eau .

Au sein de ce plan, un groupe d'étude s'intéresse à l'assurance-qualité des données techniques dont un des critères est la représentativité.

Un des objectifs de ce groupe est l'élaboration d'une classification des méthodes de prélèvements relatives aux activités dans le cadre de l'Agence.

Pour ce faire, je propose dans un premier temps, de recueillir des informations sur le terrain, de sorte à voir comment cela se passe dans la pratique, et faire des recherches bibliographiques pour se renseigner sur les études existantes, le matériel disponible, . . .

Après ce travail, nous pourrons rechercher les divers critères qui seront utiles à la classification des différentes méthodes et qui respecteront l'objectif d'assurance qualité.

Enfin nous nous intéresserons à un classement en fonction des différentes occurrences possibles que nous aurons retenues pour l'élaboration d'une fiche de synthèse, qui sera informatisée par la suite.

1) RECUEIL DES INFORMATIONS

A Renseignements obtenus sur le terrain

Au préalable, il était prévu une sortie sur les prélèvements hydrobiologiques mais les conditions météorologiques étant défavorables, les campagnes de ce type furent annulées.

1 Prélèvement de M.E.S (Matières En Suspension) par centrifugation

a) Principe

La centrifugeuse a pour objectif d'enlever les M.E.S de la traction d'eau qu'elle "brasse".

Lorsque nous regardons l'eau avant son passage dans la **centrifugeuse** et celle qui en ressort, nous remarquons qu'elle a subi une transformation car elle est devenue limpide.

b) Fonctionnement:

De l'eau sous pression entre d'un côté de la centrifugeuse et ressort sans pression de l'autre. Un cylindre au centre est actionné par une turbine à la vitesse grand V (force centrifugeuse à 17000 **tours/minute**). Les matières en suspension contenues dans l'eau sont propulsées contre une couche de Téflon située sur la paroi du cylindre.

Vous obtenez alors après plusieurs heures de "pompage" dans la rivière, un échantillon de **M.E.S** représentatif du cours d'eau.

c) Installation:

Lorsque nous sommes arrivés sur le site du prélèvement, le technicien de l'Agence de l'Eau a cherché à placer la station le plus près possible de la rivière (Moselle à Sierck-lès-Bains).

Ensuite, il a mis la remorque de niveau à l'aide de cales de façon à ce que le cylindre de la centrifugeuse soit équilibré et parfaitement dans l'axe de rotation (un moindre dénivelé, et la force centrifuge se charge de reprofiler à sa manière le matériel . . .).

Pendant ce temps l'**hydrologue** qui l'accompagnait, ce jour là, installa la **crépine**, tuyau par lequel sera aspiré l'eau de la rivière, à 50 cm environ de la surface pour prélever un échantillon homogène.

Puis, nous avons branché la pompe en ayant pris soin de régler le débit à 1 **m³/h** environ à l'aide d'un seau et un chronomètre.

Pour assurer le fonctionnement électrique du système en 380 V (triphase) pour la centrifugeuse et 220 V pour la pompe, nous avons branché le groupe électrogène. De manière à liiter le bruit, il sera installé à une dizaine de mètres de la station.

L'avant-dernière opération est l'installation du **préleveur-échantillonneur** qui prélèvera l'eau centrifugée à la sortie de la station toutes les 5 minutes un volume de 260 ml.

d) Mesure de la turbidité:

Phase finale de l'**installation** avant le démarrage des opérations: mesurer la turbidité de l'eau à l'aide d'un turbidimètre pour déterminer le temps de prélèvement qui sera nécessaire à l'obtention d'un échantillon exploitable de matières en suspension.

Le technicien m'expliqua que plus le taux de turbidité est élevé, plus l'eau est trouble (et donc fortement chargée en MES) et plus le temps de prélèvement nécessaire sera court (il oscille entre 3 et 5 heures). Ce jour là, la turbidité était élevée et le système a donc tourner pendant 3 h en autonomie.

e) Trois heures plus tard:

Pendant que la centrifugeuse tourne, l'auscultation de l'eau continue. Avec un arsenal d'appareils spécifiques on procède à d'autres mesures: pH, conductivité de l'eau, température de l'eau et un prélèvement de 5 ml de volatils avec une pipette et des gants blancs. Ces derniers ont été placés **dans** des flacons puis scellés et enveloppés dans du papier **d'aluminium**.

En fin d'opération on recueille les matières en suspension déposées sur le Téflon puis on les stocke dans un bocal sans oublier de peser l'échantillon retenu (lors de cette sortie 108 g).

f) Conclusion:

Contrairement à un prélèvement instantané sur un site, la centrifugeuse "brasse" en continu, pendant plusieurs heures, quelques 4000 litres d'eau.

Outre un aspect représentatif essentiel' le système recèle un autre intérêt qui lui a valu d'être l'heureux élu pour les mesures CIPMS (Commission Internationale pour la Protection de la Moselle et de la Sarre) et CIPR (Commission Internationale pour la Protection du Rhin contre la pollution) : la machine peut se déplacer partout. Couplé à un autre appareil (le **préleveur-échantillonneur**) pour lequel la centrifugeuse concède quelques centimètres cube de sa surface; l'appareillage est installé sur une remorque et devient ainsi une véritable station de prélèvement autonome.

2 Prélèvement en continu: les stations automatiques

Il existe dans le bassin Rhin-Meuse trois sites où sont installées des stations automatiques qui effectuent des mesures en continu. Deux sont destinées à estimer la qualité de l'eau. Il s'agit de **MILLERY** (Meurthe-et-Moselle) et **LAUTERBOURG** (Bas-Rhin) et la troisième a une fonction d'alerte: **HUNINGE** (Haut-Rhin). Sa vocation est de protéger, in **finé**, la nappe d'Alsace.

a) Leur rôle:

Les stations doivent répondre à plusieurs objectifs:

- suivre en continu plusieurs paramètres classiques (oxygène dissous, pH, température, conductivité) à des **fins** de contrôle et de connaissance de l'évolution du milieu naturel
- suivi de la concentration en chlorures et du COT (Carbone Organique Total) pour Lauterbourg

- suivi des rejets des soudières et **d'** une saline implantées sur la Meurthe (Miller-y)
- couper, en théorie, l'alimentation en eau du réseau à l'amont du site en cas d'accident (cas de Huninge)
- donner l'alerte en cas de pollutions accidentelles importantes de nature **organique ou minérale**
- possibilité d'évaluer le bon fonctionnement et la représentativité de nouveaux analyseurs ou automates. En particulier, pouvoir tester directement sur le site les nouvelles techniques mise en oeuvre dans les tests globaux de pollution

Par conséquent ces plates-formes d'alerte, de contrôle, de régulation et d'essais devra être suffisamment dimensionnée.

b) Choix du site:

L'implantation d'une station d'alerte doit tenir compte d'un certain nombre de contraintes parmi lesquelles nous pouvons citer: la localisation des industries à risques, des installations portuaires, la configuration du réseau hydrographique (barrages, canaux latéraux ...).

Il existe relativement peu de sites intéressants pour l'implantation d'une telle plate-forme. En effet, le site doit répondre à plusieurs impératifs:

- l'emplacement choisi doit être du domaine public pour des raisons évidentes de coût, de location ultérieure ou de propriété des bâtiments
- l'accès doit y être facile même en période de crue
- les chemins d'accès doivent aussi être du domaine public ou être soumis à une servitude de passage dans le cas où ils appartiennent à des particuliers
- possibilité de raccorder cette plate-forme aux lignes PTT, EDF ainsi qu'à un réseau d'eau potable
- les ouvrages réalisés ne doivent pas gêner les passages éventuels sur les berges ou la navigation

c) Conditions d'ordre techniques:

- le cours d'eau, rivière doit présenter une bonne homogénéité à l'endroit des mesures
- dans le cas d'une pollution, divers éléments tels que l'emplacement du déversement (rive droite ou gauche), la quantité de polluants relarguée, les caractéristiques hydrodynamiques du fleuve, les vitesses de dégradation des produits solubles, la valeur des coefficients de dispersion axiale de la nappe polluante, feront que l'on détectera ou non cette pollution et que l'on en chiffrera l'étendue avec plus ou moins de précision
- un système de nettoyage sera intégré à la plate-forme de manière à ce que la **crépine** de prélèvement ne soit pas colmatée

d) Conditions liées aux objectifs:

- les emplacements ne seront pas les mêmes s'il s'agit d'une station d'alerte internationale ou uniquement d'une plate-forme de suivi et de mesure de l'évolution de la qualité de l'eau d'un fleuve ou d'une rivière
- l'emplacement de la plate-forme peut être lié à la construction ultérieure d'autres **plates-formes** avec la possibilité de recueillir et de traiter des informations en provenance de ces autres stations

e) Entretien réalisé sur la plate-forme de Millery pendant le stage

Nous avons nettoyé les capteurs de mesures ainsi que la pompe pour vérifier leur état de fonctionnement.

Nous avons ensuite procédé à l'étalonnage des **différents** capteurs et transmetteurs contenus dans le caisson muni d'un dispositif de nettoyage automatique de la **crépine** (envoi d'air comprimé sous la pression de 7 bars) à partir d'appareils spécialisés mesurant un paramètre bien particulier pour le comparer à la valeur donnée par les sondes respectives.

Il est parfois nécessaire de réajuster le zéro de la sonde concernée par le décalage.

Le technicien m'a fait remarquer que, pendant le nettoyage automatique de la **crépine**, la valeur des paramètres fluctue. Il est donc nécessaire de ne pas prendre en compte ces mesures durant ces 5 minutes.

Nous avons pu suivre en simultané l'évolution des mesures sur l'ordinateur installé à l'intérieur de la station. Elle est équipée également d'un serveur Minitel mis à la disposition des industries et de l'Agence qui peuvent donc suivre son évolution depuis leur centre.

Tous les mois l'Agence procède à l'extraction des données stockées dans l'ordinateur de la station pour en tirer un bilan graphique horaire de chaque paramètre.

3 Prélèvement sur un dégraisseur

L'objectif recherché sur les dégraisseurs n'est pas toujours de juger de leur efficacité à retenir les matières gênantes pour l'environnement, il peut être également de mesurer simplement ce qui est rejeté.

L'efficacité des dégraisseurs peut être mesurée au moyen de prélèvements des eaux "Entrée-Sortie" de longue durée (24 h durée standard pour un bilan de fonctionnement d'un dégraisseur).

Nous définirons l'efficacité comme la masse de graisses retenues rapportée à la charge journalière admise.

Nous nous sommes rendu à Ergersheim près de Molsheim en Alsace, pour effectuer des prélèvements sur un dégraisseur d'un abattoir de volailles.

a) Installation du matériel

- A l'entrée:

Le prélèvement doit se situer dans une zone turbulente **pour cause d'hétérogénéité de l'effluent**. En l'absence de zone turbulente accessible, **il est alors nécessaire de prélever isocinétiquement une tranche verticale de l'écoulement (difficile à réaliser)**. Dans notre cas précis, nous avons installé un seau au fond de la fosse **afin** de créer une zone turbulente dans laquelle étaient placées les **crépines des préleveurs de l'amont**.

- En aval:

Le prélèvement était plus aisé à mettre en place. Les écoulements étaient plus réguliers et l'effluent plus homogène. De ce fait, les conditions d'isocinétisme et de turbulences, si elles restent en théorie à respecter, sont moins draconiennes.

Un prélèvement effectué à mi-hauteur en zone homogène (dans le canal de rejet car la vitesse y était suffisante), pouvait être suffisamment représentatif

b) Fonctionnement du dégraisseur

L'effluent contenant les graisses arrivait dans une fosse à l'entrée du dégraisseur. Cette fosse est munie de pompes de relevage commandées par des sondes de niveau à mercure (dans notre cas). Il en existe aussi à ultrasons etc..

Le relevage envoie l'effluent sur un tamis puis dans un bassin de dégraissage.

Le dégraissage est réalisé par flottation des graisses sous l'effet d'une aération depuis le fond du dégraisseur par de fines bulles d'air comprimé.

Il s'agit d'une opération purement physique qui utilise la **différence** de densité entre eau et graisses. La surface du dégraisseur est raclée, les graisses évacuées et l'effluent dégraissé s'écoule par sur-verse vers le canal de sortie.

c) Echantillonnage

- les échantillonneurs utilisés permettaient une vitesse d'avancement des particules dans le tuyau **suffisante** pour limiter les effets de paroi
- les prélèvements devaient être représentatifs du milieu dont nous voulons connaître la qualité (prélèvement en zone homogène ou prélèvement d'une tranche verticale)
- le tube de prélèvement était orienté parallèlement aux lignes de courant, dirigé vers l'amont (isocinétisme, représentativité)
- les préleveurs étaient asservis au débit, réfrigérés et munis de tuyaux de prélèvement biseauté au bout pour éviter les micro tourbillons

d) Priorités d'analyse

A partir des échantillons recueillis nous avons demandé une analyse sur des paramètres permettant d'évaluer l'efficacité du dégraisseur ainsi que la quantité de pollution rejetée dans le milieu naturel :

- **DCO**
- **DBO**
- **MEST**
- **SEC (Substances Extractibles au Chloroforme)**
- **GRAISSES et HUILES**

Ces deux derniers paramètres sont déterminés par des analyses peu différentes (solvants d'extraction et conditions **différents**) aucune des deux ne permet la détermination exacte de l'intégralité des graisses éliminées mais seulement des quantités de familles de substances extractibles par un solvant donné.

4 Tournée de prélèvements en eaux superficielles dans le cadre du R.N.B (Réseau National de Bassin)

Le Réseau National de Bassin est un réseau de surveillance de la qualité des eaux superficielles dans le bassin Rhin-Meuse.

Avec environ 250 stations de mesures et prélèvements gérées par les trois **DIREN (Direction Régionale de l'ENVironnement)** Lorraine, Champagne-Ardenne, Alsace et l'Agence de l'Eau Rhin-Meuse, le **R.N.B** répond à un objectif : **disposer d'une information détaillée et à jour sur l'état des eaux superficielles.**

Tous les points font l'objet d'un prélèvement mensuel pour les analyses physico-chimiques.

Les stations de mesure du bassin Rhin-Meuse, concernant le R.N.B, sont localisées suivant la carte référencée en Annexe n° 4.

a) Prélèvement manuel

Les prélèvements effectués, lors des sorties sur le terrain avec une personne de l'**IRH** Nancy, dans un cours d'eau se sont tous pratiqués à partir d'un pont et relève d'une technique particulière.

Il faut se placer du **côté** aval du pont de manière à ce que le matériel de prélèvement soit emporté par le courant et que l'échantillonnage soit représentatif. Pour cela, il faut éviter les zones turbulentes, se placer au milieu (ligne de courant la plus élevée) et prélever à mi-hauteur si possible.

Nous disposerons alors d'un certain matériel (**cf. Annexe n° 6**) pour effectuer ce prélèvement et les mesures des données supplémentaires nécessaires pour l'interprétation des résultats dans des conditions particulières à l'instant du prélèvement.

Ainsi nous pourrons apprécier la reproductibilité des résultats d'analyses.

b) Principe

Il s'agit de ramener au laboratoire des échantillons permettant de mesurer des paramètres qui ne devront pas évoluer entre le **prélèvement** et l'analyse. Pour se faire nous prendrons soin de conserver les échantillons dans une glacière à 4°C.

Une feuille de prélèvement demande pour chaque tournée de préciser.

- la date et l'heure des prélèvements
- les mesures réalisées **in situ** (sur place)
- le lieu
- le nom du cours d'eau
- les remarques et observations éventuelles

Matériel

* de prélèvement utilise lors de la campagne

- un seau
- une corde avec un système de fixation
- une glacière
- des pains de glaces gelé ou une camionnette réfrigérée (comme dans le cas présent)
- les flacons préparés avec étiquettes et solutions de **conservation** si nécessaire

* de mesures

- un pH-mètre
- un conductimètre
- un oxyrnètre
- deux thermomètres

d) Mode opératoire

Le déroulement de cette méthode n'est pas à suivre impérativement dans cet ordre mais toutes ses actions ont été réalisées successivement.

- installer le thermomètre destiné à la température de l'air (à l'ombre)
- rincer le seau et rejeter l'eau hors du cours d'eau
- remplir le seau à nouveau sans racler le fond ni le pont avec la corde
- ramener le seau près de la voiture
- plonger les électrodes et remplir le flacon pour l'analyse de la DB05 sans faire de bulles
- remplir les autres flacons à l'aide d'un
- mesure du pH, conductivité, oxygène dissous, température de l'eau en agitant légèrement le seau
- placer tous les flacons dans la glacière en notant l'heure et le n° du prélèvement associé
- rincer les électrodes à l'eau distillée
- relever la température de l'air et la hauteur d'échelle (pour déterminer le débit à l'aide de la courbe de **tarage** effectuée chaque année)
- compléter la feuille de prélèvement

5 Prélèvement d'eaux usées dans une Lagune (à PONTROY)

Une lagune est au village ce que la station est à la ville.

Elle recueille des eaux **usées** d'un ou plusieurs villages, eaux de pluie et d'orage puis restituée au milieu naturel des eaux propres en produisant des boues.

Cette lagune se compose, de trois bassins en cascade (pour favoriser la décantation et l'écoulement de l'eau à la surface):

- un premier bassin permettant le développement de microphytes (algues...) et la décantation de l'effluent entrant
- un deuxième bassin permettant le développement de microphytes (algues...)
- un troisième bassin permettant le développement de macrophytes (roseaux...)

Les microphytes et les macrophytes permettent l'épuration par des moyens **différents** (écosystème).

L'objectif des mesures est de contrôler le rendement de cette lagune (entrée-sortie) et la **pollution** résiduelle qu'elle rejette dans le milieu naturel (exutoire).

Nous avons donc disposé plusieurs **préleveurs** asservis au débit à l'entrée et sortie de chaque bassin pendant une durée de 24h.

Nous avons également installé un pluviomètre et un bac pour mesurer l'évaporation des bassins.

Ainsi nous pourrons établir un bilan hydrique (bilan matière en eau sur la lagune), dans le but d'évaluer l'étanchéité des bassins par l'intermédiaire d'un coefficient de perméabilité.

On demandera une analyse pour mesurer les paramètres principaux suivants:

- chlorophylle
- bactériologie
- **DCO**
- DB05
- COD
- phosphore total
- phosphates
- nitrates et nitrites
- azote Kjeldhal

B Recherche bibliographique

Pour commencer à se documenter nous recherchons s'ils existent déjà des normes officielles sur les prélèvements en exploitant le recueil de normes édité par l'**AFNOR** (Association Française de **NOR**malisation) en 1994.

Nous rassemblons alors, toutes les informations qui concernent l'échantillonnage. C'est donc entre la page 168 et 228 que le travail se concentrera et s'effectuera.

Les informations principales que nous pourrons soutirer sont les suivantes:

- la norme NF 90-100 nous renseigne sur les précautions pour effectuer, conserver et traiter les prélèvements.
Un classement suivant le milieu dans lequel nous prélevons apparaît déjà. Nous trouvons les prélèvements dans les eaux superficielles (cours d'eau et canaux, lacs) et les prélèvements dans les effluents.
Nous trouvons également les précautions générales pour la conservation et le transport des échantillons ainsi que les déterminations devant être faites sur place.
- la norme ISO 5667 /1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage.
Nous retiendrons surtout les différents types de prélèvements particuliers dans les eaux naturelles (mers et océans, rivières et cours d'eau, canaux, lacs, eaux souterraines, sédiments,...) puis dans les effluents.

- la norme ISO 5667 /2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage.
Il est détaillé les différents types d'échantillons ainsi que le matériel d'échantillonnage relatif à un type particulier.
 - . échantillon ponctuel
 - . échantillon prélevé sur un intervalle de temps fixe (dépendant du temps)
 - . échantillon prélevé à volume écoulé **fixe** (dépendant du volume)
 - . échantillon prélevé à intervalle de temps **fixes** (dépendant du débit)
 - . échantillon prélevé en continu
- la norme ISO 5667 /3 ou encore NF T 5 13: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.
Nous trouvons dans ce chapitre tous les éléments nécessaires à la conservation des échantillons prélevés quelque soit la méthode de prélèvement : remplissage, nettoyage des récipients, utilisation du récipient approprié, réfrigération, ajout d'agents de préservation.
Un tableau rappelle les techniques généralement convenables pour la conservation des échantillons.

Intéressons nous maintenant à une étude qui **fut** demandée par l'Agence de l'**Eau** sur les méthodes de prélèvement et d'analyses utilisées par des laboratoires différents (5 au total).

Un rapport d'audit, qui **fut** publié à la suite des résultats, consistait à comparer les méthodes d'analyses et de prélèvements pratiquées par les laboratoires.

A qualité d'analyses identiques, nous remarquons des disparités dans le prélèvement et plus particulièrement dans le "mode opératoire" in **situ** (ordre des opérations et les précautions dans le flaconnage). C'est donc sur ce point que nous insisterons et les précautions éventuelles de façon à ce que le prélèvement soit représentatif

Nous pouvons citer par exemple: le préleveur a posé sur le tapis de la voiture , qui présentait des traces de terre, les flacons qu'il a ensuite rempli en les plongeant dans le seau.

D'autres documents, cités en annexe, nous ont apporté des éléments supplémentaires notamment sur la **fraction** prélevée dans le milieu **in-situ** etc...

Nous pouvons donc nous porter sur la question de savoir quels critères retenir pour établir la classification des méthodes de prélèvements.

II) CRITERES DE CLASSIFICATION

Un prélèvement est caractérisé par le lieu et la fraction que l'on prélève qui eux implique, le matériel à utiliser, les précautions à prendre et le choix de l'asservissement.

1. Type *de* milieu

Pour **différencier** les types de milieux, il faudra s'intéresser aux facilités ou difficultés d'accès du point de mesure, le débit ou encore la concentration du milieu.

2. Fraction prélevée

Une fois que nous sachons où nous prélevons et dans quoi, il conviendra de savoir ce que nous allons prélever. Voilà ce que l'on appelle la fraction prélevée. Elle dépendra de la nature du milieu et des analyses envisagées, pour la caractérisation **et/ou** pour l'objectif de qualité du site.

Il semblerait absurde de prélever par exemple, des poissons dans un effluent.

3. Paramètres au conditionnement particulier

Nous nous sommes rendu compte que seuls **certains** paramètres nécessitaient un traitement particulier ou conditionnement, et donc il nous a semblé intéressant de les insérer dans la liste des critères.

Dans la plupart des cas (ce qui est vrai pour 80 % environ des paramètres), le conditionnement n'est pas utile et le flaconnage n'est pas **spécifique**. Vous pouvez prélever les chlorures dans un récipient en verre ou en plastique, les résultats d'analyses seront les mêmes. Il sera choisi le plastique pour son moindre coût et pour son aspect pratique lors des opérations (incassable).

Par contre, si vous prélevez la chlorophylle dans un récipient en verre transparent, la photosynthèse se produit et l'analyse ne révélera donc aucune valeurs significatives et représentatives quant à la qualité du site au moment du prélèvement.

4. Type d'asservissement

Le type d'asservissement apparaît lui aussi incontournable pour intégrer la liste de critères.

En effet, vous n'asservirez pas de la même manière si vous êtes dans un effluent ou dans un cours d'eau où le débit ne varie pas beaucoup pendant l'échantillonnage.

5. Choix du prélèvement

Nous recensons deux voir trois choix de prélèvements différents de par leur matériel (le manuel, **l'automatique et/ou** le continu).

Il est important de connaître le matériel utilise pour effectuer tel ou tel prélèvement. Vous n'allez pas prendre un préleveur-échantillonneur pour prélever des boues ou des sédiments. Il apparaît évident de le pratiquer manuellement.

6. Paramètres mesurés sur place

Nous avons pu remarquer que certaines déterminations devaient être faites sur le terrain. Il est donc recommandé de mesurer la température de l'eau, de l'air, le pH, la conductivité et l'oxygène dissous. Nous pouvons ajouter la hauteur d'échelle (détermination du débit) et la turbidité (particulièrement pour la méthode par centrifugation).

7. Précautions

Certaines précautions s'ajoutent à celles de l'homogénéisation, du rinçage des flacons sauf ceux qui présentent un ajout de réactif de prélever au milieu du cours d'eau et de placer les flacons en même temps dans la glacière.

Que se soit dépendant du milieu, de la **fraction** prélevée ou d'un paramètre en particulier il paraît indispensable de les souligner, toujours dans le but d'être le plus représentatif

III) NON CRITERES DE CLASSIFICATION

Les critères de conservation, fiacionnement, “conditionnement” ainsi que le rapport de prélèvement sont valables et identiques aux particularités prés, c’est pourquoi nous les différencions des précédents énumérés.

Ils apparaissent logiquement à la **fin** de la fiche car ils ne sont pas ce qui détermine la méthode mais aident à sa caractérisation.

Voyons ces différents critères :

1 conservation

- . placer tous les flacons en même temps si possible dans la glacière
- . température de la glacière à 4 °C
- . de 24 h à 7 jours suivant le paramètre
- . à l’obscurité

Ce critère mérite cependant quelques compléments d’informations :

Entre le moment où un échantillon est prélevé sur le terrain et celui où il est analysé au laboratoire, des changements physiques et des réactions chimiques et biochimiques peuvent se produire dans le récipient qui renferme l’échantillon avec, comme conséquence, l’altération de la qualité originale de l’échantillon d’eau.

Il est donc indispensable de **faire** subir aux échantillons un traitement de conservation avant leur expédition, de façon à éviter ou à minimiser ces altérations.

Un traitement de conservation peut faire appel à diverses méthodes, comme, par exemple: stockage des échantillons à l’obscurité; addition d’agents de conservation chimiques; abaissement de la température pour retarder les réactions; congélation des échantillons; extraction chromatographique sur colonne effectuée sur le terrain ou une combinaison de ces méthodes.

a) Addition de produits chimiques

Cette méthode, qui comprend l’acidification, sert à la conservation des échantillons d’eau destinés à diverses analyses, y compris les dosages de la plupart des métaux dissous.

Il ne faut utiliser que des produits de qualité “réactif” pour éviter de contaminer l’échantillon d’eau avec des impuretés contenues dans l’agent de conservation ajouté.

Il ne faut pas oublier également, l’alcalinisation (pour les cyanures), ou un traitement particulier pour certains paramètres.

b) Réfrigération

La réfrigération à 4 °C est **une** technique de conservation qui est couramment utilisée sur le terrain. Cependant elle n’assure pas l’intégrité complète de tous les constituants.

c) Aspects pratiques de la conservation

Un des aspect importants de la conservation est l'utilisation de méthodes normalisées pour s'assurer que tous les échantillons à traiter reçoivent immédiatement le traitement de conservation qui s'impose.

Cela est particulièrement important dans le cas de l'addition d'un agent de conservation chimique, du fait que ce type d'addition peut entraîner **un** changement d'apparence de l'échantillon, facilement **délectable**.

2 fractionnement

Le fractionnement consiste à prélever une partie de l'échantillon puis la mettre dans un flacon défini par le paramètre à analyser

Nous n'oublions pas d'homogénéiser le milieu.

3 conditionnement

Pour l'essentiel des paramètres il n'est pas nécessaire et le flaconnage reste alors au bon vouloir du préleveur qui doit néanmoins être consciencieux.

4. rapport

En ce qui concerne le **rapport de prélèvement** on précisera sur la fiche les informations suivantes, de sorte que le prélèvement soit caractérisé sous toutes ses formes:

- emplacement du site
- date du prélèvement
- durée du prélèvement
- numéro du prélèvement
- observations sur l'aspect de l'échantillon telles que l'odeur, la couleur, le trouble, le dépôt et les matières flottantes
- conditions météorologiques
- noter sur le flacon le paramètre destiné à l'analyse

Maintenant que nous avons déterminé les différents critères permettant de classer les méthodes de prélèvements, nous pouvons donc aborder les diverses occurrences envisageables.

IV) OCCURRENCES POSSIBLES POUR CHAQUE CRITERE DE LA FICHE DE SYNTHESE

Détaillons toutes les possibilités relatives à chaque critère.

1 Type de milieu dans lequel s'effectue le prélèvement

Il a semblé intéressant de séparer les méthodes par "catégories" de milieux. Nous avons remarqué, en listant tous les types de milieux, que nous pouvions effectuer des regroupements de certains types. Ainsi nous en avons choisi trois :

- les eaux superficielles
- les eaux souterraines
- les eaux usées (effluents)

Les eaux superficielles sont séparées selon la circulaire n° 91-50 du 12 Février 1991 p 31 du Bulletin **Officiel** du Ministère de **l'Environnement**, relative à la **codification** hydrographique et au repérage spatial des milieux aquatiques superficiels en France métropolitaine, comme suit :

- les cours d'eau ou bras naturels ou aménagés (rivières)
- les voies d'eau artificielles (canaux et conduites)
- les plans d'eau (lacs)
- les zones humides (marais)

Les deux occurrences suivantes :

- les effluents
- les eaux souterraines (**accès** naturel ou artificiel)

doivent être ajoutés pour leurs **différences**, respectivement au niveau de la concentration des rejets ou de l'accès et du matériel.

2 Fraction prélevée

Pour le critère de la fraction prélevée nous nous sommes appuyés sur une étude préalable faite à l'Agence liant le support et la **fraction** lors d'un prélèvement.

Nous en avons alors dégagé les occurrences suivantes:

- eau
- sédiments
- boues (liquides ou déshydratées)
- végétaux
- invertébrés benthiques
- bryophytes (mousses par exemple)
- diatomées benthiques (algues)
- phytoplanctons
- poissons

3 Paramètres nécessitant un conditionnement particulier

La liste de ces paramètres recensés résulte d'une synthèse auprès de chaque paramètre afin de déterminer les conditions dans lesquelles nous devons prélever.

{MES, hydrocarbures et volatils, graisses et matières flottantes, bactériologie, AOX, azote Kjeldhal, chlorophylle, cyanures, DCO, détergents, manganèse, mercure, métaux lourds, phénols, phosphore total, pétroles et dérivés, SEC, sucres, **sulfites**, toxicité, sulfures, sulfites)

Nous avons recense 5 types de conditionnement qui nécessite soit l'ajout de réactifs soit un traitement particulier.

Nous y trouvons:

- l'acidification
 - . **HNO₃** utilisé pour les **AOX**, les métaux lourds et le mercure (s'il est associé avec du **KMnO₄**)
 - . HCl utilise pour le Fer II et l'**Hydrazine**
 - . **H₂SO₄** pour les détergents, la DCO, les pétroles et dérivés, les graisses, les SEC, le phosphore total, le manganèse et l'azote Kjeldhal
- l'alcalinisation
 - . NaOH exclusivement pour les cyanures
- la fixation
 - . **des sulfites** par l'**EDTA**
 - . de l'oxygène par la méthode de Wmckler (ajout d'une solution de sulfate de manganèse et du **réactif** alcalin compose de 15 g d'iodure de potassium, de 35 g d'hydroxyde de sodium et **d'1 g d'azoture** de sodium dans 100 ml d'eau distillée)
- le traitement
 - . **sucres** par un Formaldéhyde à 30 %
 - . **sulfures** par un mélange de **(CH₃CO₂)₂Zn** et de **NaOH**
 - . **phénols** par un mélange de **CuSO₄** et de **H₃PO₄**
- la stérilisation pour l'analyse de la bactériologie

Un verre brun est demandé pour le prélèvement de la chlorophylle, du mercure, des phénols et la toxicité de façon à garder l'échantillon dans de bonnes conditions.

4 Type d'asservissement

L'asservissement dépend du fait que le prélèvement est manuel ou automatique.

- sans asservissement: cela correspond à un prélèvement ponctuel à un instant donné
- au temps: il est nécessaire de préciser:
 - . l'intervalle entre deux flacons
 - . le mode de confection à savoir la pondération de l'échantillon (exemple : échantillon bihoraire)
 - . durée de référence (24 h en général)
- au débit: il est nécessaire de préciser:
 - . durée de référence et pour la constitution d'un flacon
 - . le mode de confection (pondération)
 - . le volume total écoulé durant l'échantillonnage

5 Choix du prélèvement

Nous avons **simplifié** en deux issues possibles à savoir:

Un prélèvement sera donc manuel ou automatique suivant ce que l'on recherche ou les conditions de l'étude envisagée.

Le matériel se verra adapté en fonction de ces considérations (**cf.** en annexe).

6 Paramètres à mesurer sur place

Les paramètres à mesurer **in situ** dépendent du lieu de prélèvement mais en général il est nécessaire de donner le pH, la conductivité, la température de l'eau et de l'air, et le taux d'oxygène dissous.

Cependant nous avons vu que pour la centrifugation nous avons besoin de la hauteur d'échelle et de la turbidité. Il ne faudra donc pas oublier de les mentionner dans le rapport.

7. Précautions

Voici les principales précautions à respecter pour les prélèvements particuliers :

- échantillons espaces (sédiments ou lacs)
- renouvellement du pompage pour avoir un échantillon représentatif (nappe souterraine)
- isocinétisme (effluent)
- prélever en zone turbulente (effluent)
- prélever à différentes hauteurs (boues)
- éviter l'ajout de **stabilisants** pour ne pas favoriser la fermentation (boues)
- prélever à la surface de l'eau (chlorophylle)
- prélever une tranche verticale complète de l'écoulement si possible (graisses)
- flacons remplis à moitié et scellés (hydrocarbures)
- préciser la masse de matières recueillie (MES)

V) PRESENTATION DE LA FICHE DE SYNTHESE

Cette fiche a été établie à partir de toutes les informations recueillies dans la bibliographie, lors des campagnes effectuées ainsi que de l'expérience des préleveurs de l'Agence.

Elle reprend donc ce qui est expliqué auparavant d'une manière synthétique et simplifiée. En effet cette fiche sera informatisée et permettra au préleveur de préciser tout ce qui est nécessaire à l'interprétation des résultats d'analyses et au stockage des données.

Une fois cette fiche constituée, nous dénombrerons les combinaisons possibles des méthodes de prélèvements sous la forme d'un tableau en cascade (**cf.** Annexe n° 7) en suivant l'ordre de la fiche de synthèse.

Présentation de la fiche de synthèse

1/ Typa de milieu

2/ Fraction prélevée

3/ Paramètres nécessitant un conditionnement particulier

Nom du paramètre

Conditionnement

4/ Type d'asservissement

5/ Choix du prélèvement

6/ Paramètres à mesurer sur place

7/ Précautions

Partie commune à chaque méthode

8/ Conservation

9/ Rapport

Exemple de fiche de synthèse

1/ Type de milieu

Cours d'eau

2/ Fraction prélevée

.eau

3/ Paramètres nécessitant un conditionnement particulier

Nom du paramètre

.chlorophylle

Conditionnement

.verrebrun

4/ Type d'asservissement

sans asservissement

5/ Choix du prélèvement

.manuel

6/ Paramètres à mesurer sur place

.pH

.température eau et air

.conductivité

.O2 dissous

.débit

7/ Précautions

.prélever à la surface de l'eau

.homogénéisation

Partie commune à chaque méthode

8/ Conservation

.obscurité

.température 4 °C

9/ Rapport

.emplacement du site

.date du prélèvement

.aspect de l'échantillon

CONCLUSION

La recherche bibliographique est une considération théorique alors que sa réalisation sur le terrain n'est pas toujours possible. En effet, beaucoup de paramètres interviennent : par exemple, la diversité du milieu naturel ou artificiel fait que nous devons adapter l'installation du matériel.

Nous avons pu remarquer que le prélèvement requiert des précautions afin de ne pas engendrer des modifications sur les échantillons et la non omission des informations recueillies sur le terrain.

Nous avons donc modélisé **une** fiche permettant de reprendre les méthodes de prélèvements à partir d'un ensemble de critères. Il n'a pas été facile de choisir ces différents critères.

J'ai dû me renseigner sur les méthodes, ainsi que sur les rapports de prélèvements, afin d'en extraire, de manière judicieuse, tout ce qui était commun.

L'utilisation de cette fiche est destinée principalement aux préleveurs. Cependant, elle peut être consultée pour une information ou une autre sur telle ou telle méthode.

Cette première expérience professionnelle technique m'a permis d'acquérir de nouvelles connaissances, dans un domaine qui m'était **inconnu**. **La structure** de l'Agence de l'Eau Rhin-Meuse m'a donné satisfaction. Je ne m'attendais pas à ce qu'il y ait autant de procédés dans le but précis : la gestion de la qualité des cours d'eau dans le bassin.

La précédente fiche peut néanmoins être améliorée dans son contenu. Nous pourrions détailler dans chaque méthode le type précis de matériel utilisé par exemple. Ainsi, pour les préleveurs automatiques, nous recenserions plus d'une vingtaine de préleveurs possédant des caractéristiques différentes.

Nous n'oublierons pas de compléter la fiche sur les prélèvements hydrobiologiques qui n'ont pu être tenus en compte lors de cette **classification** dans le détail-

LISTE DES ANNEXES

Annexe n° 1 : Schéma d'organisation et de réalisation d'une campagne de prélèvement

Annexe n° 2 : Prélèvement de MES par **centrifugation**

Annexe n° 3 : Prélèvement en continu : la station automatique de Lauterbourg

Annexe n° 4 : Les tournées dans le bassin Rhin-Meuse dans le cadre du RNB

Annexe n° 5 : Assainissement naturel : la Lagune

Annexe n° 6 : Matériel de prélèvement manuel et automatique

Annexe n° 7 : Tableau des combinaisons des méthodes de prélèvements

Bibliographie