

Les agences de l'eau vous informent :

Optimisation de la démarche d'homogénéisation et d'échantillonnage pour le prélèvement des eaux résiduaires dans le cadre de l'autosurveillance des rejets

Afin de pouvoir garantir une bonne représentativité des échantillons soumis à analyse, il convient de porter une importance à la méthode d'homogénéisation de l'échantillon moyen 24 heures avant la mise en flaconnage. Cette présente plaquette a pour objectif de décrire les exigences-type relatives à la technique d'homogénéisation et d'échantillonnage pour les prélèvements d'eaux résiduaires, dans le cadre de l'autosurveillance des rejets chez les collectivités (arrêté du 21/07/2015 modifié).

Homogénéisation de l'échantillon par un dispositif

La méthode par homogénéisation manuelle est désormais à proscrire, car l'utilisation de cette méthode engendre une source d'erreur importante :

- Homogénéisation partielle et discontinue durant la distribution du volume collecté dans les différents flacons destinés à l'analyse ;
- Non-représentativité des matières en suspension (MES) réparties dans les différents flacons destinés à l'analyse.

NOUVEAUTÉS

L'homogénéisation mécanique est l'alternative pour l'obtention d'un mélange homogène, elle doit être effectuée pendant un temps suffisant (pendant quelques minutes).

Les critères suivants doivent être respectés pour optimiser la représentativité de l'échantillon :

➤ Équipement d'homogénéisation :

- Caractéristique du flacon d'homogénéisation :

Flacon à col large permettant de réceptionner la totalité du prélèvement et de l'homogénéiser efficacement et sans perte d'analyte.

- Caractéristique de l'hélice d'agitation :

- ✓ A flux axial sans atteindre le vortex ;
- ✓ A 3 ou 4 pâles ;
- ✓ Dont le diamètre est a minima égal à 1/3 du diamètre ou de la largeur du flacon collecteur ;
- ✓ Matériau compatible, inerte (ne réagit pas avec l'effluent).

- Positionnement de l'hélice dans le volume collecté :

- ✓ A une hauteur comprise entre 1/5 et 1/3 par rapport au fond du flacon collecteur ;
- ✓ En l'inclinant afin d'éviter les phénomènes de vortex.

➤ Équipement de distribution :

- ✓ Le flacon d'homogénéisation est équipé d'un robinet de diamètre nominal ≥ 9 mm sans crépine et positionné à 2 cm au-dessus du fond du flacon ;

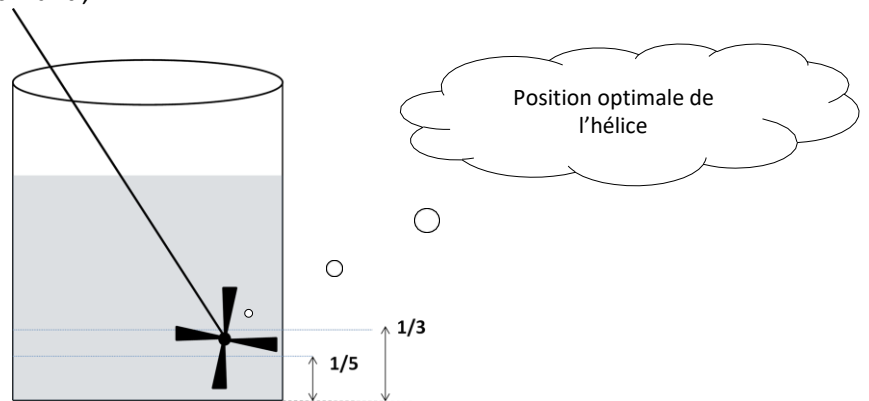
OU

- ✓ Le flacon d'homogénéisation n'est pas équipé de robinet, la distribution est effectuée à l'aide d'un tuyau en téflon de diamètre ≥ 9 mm et d'une pompe péristaltique dont la vitesse d'aspiration $\geq 0,5$ m/s.

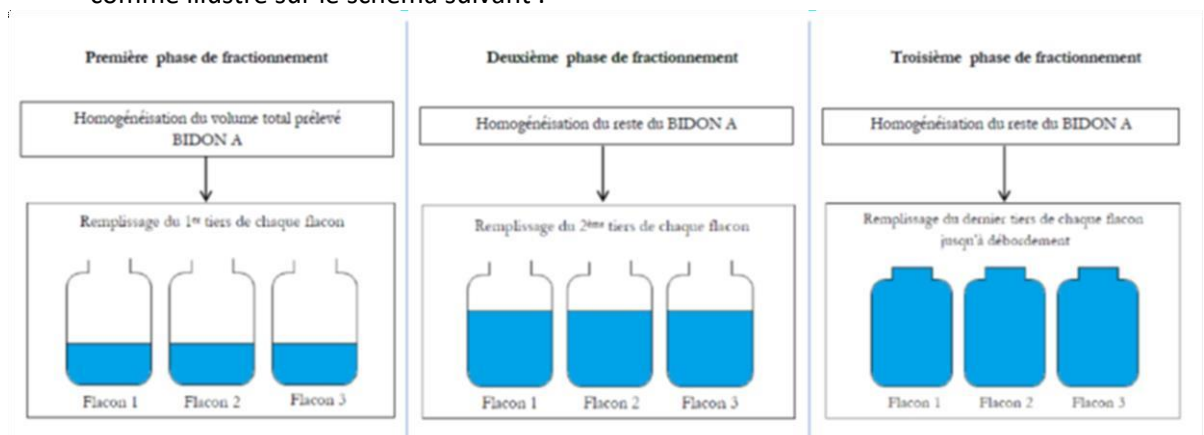
L'utilisation de toute autre méthode d'homogénéisation doit faire l'objet d'une validation initiale par prélèvement à différentes hauteurs d'au moins 5 échantillons tests (d'une solution dont la concentration en MES est connue, avec, par exemple, une injection de masse connue de cellulose microcristalline). L'écart maximum toléré est $\pm 10\%$ par rapport à la concentration théorique.

Une fois la période de prélèvement achevée, l'échantillonnage doit être réalisé de la manière suivante :

- 1) Sortir le ou les bidons du préleveur ;
- 2) Insérer la pôle propre adaptée, dans le bidon à une profondeur entre $1/5$ et $1/3$ par rapport au fond du bidon en l'inclinant ;



- 3) A l'aide d'une perceuse, homogénéiser mécaniquement le ou les bidons, sans créer de vortex ni d'injection d'air, et pendant un temps suffisant pour que le mélange soit **homogène** ;
- 4) Arrêter l'homogénéisation et verser sans attendre le contenu du bidon dans un flacon d'homogénéisation en l'inclinant et le long de la paroi, en évitant de créer des remous et l'injection d'air ;
- 5) Rincer l'hélice utilisée, à l'eau claire ;
- 6) Positionner l'hélice rincée dans le flacon d'homogénéisation de façon identique à l'étape numéro 2 et homogénéiser le mélange de façon identique à l'étape numéro 3 ;
- 7) Nettoyer l'ensemble du matériel pour qu'il soit prêt lors de la prochaine utilisation.
- 8) En maintenant l'homogénéisation, purger en ouvrant le robinet du flacon d'homogénéisation, puis remplir les différents flacons de laboratoire en fractionnant par remplissage au $1/3$ comme illustré sur le schéma suivant :



Maintien de l'homogénéisation manuelle

L'utilisation de toute autre méthode d'homogénéisation doit faire l'objet d'une validation initiale selon le protocole suivant :

- 1) Remplir précisément (utiliser de préférence une fiole jaugée ou, à défaut une éprouvette graduée) le flacon collecteur avec un volume d'eau de consommation (sans matière en suspension)
- 2) Le volume introduit devra être proche du volume généralement collecté lors des opérations sur le terrain ;
- 3) Ajouter une masse connue de cellulose microcristalline préalablement conditionnée en s'appuyant sur les recommandations de la norme NF EN 872, afin d'obtenir une concentration dans le flacon collecteur, se rapprochant de la valeur terrain ;
- 4) Mettre en œuvre les techniques d'homogénéisation et de flaconnage du site en remplissant 5 flacons d'une quantité suffisante pour effectuer 5 analyses en matières en suspension (MES);
- 5) Procéder tout de suite après le prélèvement, à l'analyse des MES sur les 5 échantillons selon la méthode NF EN 872 ;
- 6) Comparer les 5 concentrations avec la concentration « étalon », avec la formule de l'écart à la moyenne :

$$\text{Ecart (\%)} = \frac{(a-c)}{c} \times 100$$

Avec :

« a » : résultat d'analyse produit pour la hauteur considérée,

« b » : résultat d'analyse produit par l'étalon,

« c » : moyenne arithmétique des 2 résultats soit $c = \frac{(a+b)}{2}$.

L'écart maximum toléré est fixé à 10% ;

Pour que le protocole soit validé, les 5 essais doivent se trouver dans l'intervalle compris entre 90% et 110% de la concentration étalon en MES.