

Protocole mis en place pour la comparaison Quartage - Manuel

Suite à l'étude préalable sur le choix de la méthode d'échantillonnage entre le diviseur à rifle et le quartage, une étude comparative entre un sous-échantillonnage manuel et un quartage a été réalisé.



Paramètres	Méthode	moyenne	CV
TH (%)	mélange	45.1%	0.5%
	quartage	45.4%	0.4%
MV (%ms)	mélange	14.6%	2.8%
	quartage	14.8%	1.9%
Mvo (kg.m ⁻³)	mélange	2410	2.7%
	quartage	2416	0.7%
D10 (µm)	mélange	7.84	15%
	quartage	7.91	20%
D50 (µm)	mélange	47.2	13%
	quartage	52.1	21%
D90 (µm)	mélange	247.1	22%
	quartage	380.2	47%

TH : taux d'humidité, MV : matière volatile
Mvo : masse volumique des particules

Figure 6 : Résultats obtenus pour le taux d'humidité, Matière Volatile, Granulométrie (n = 9)

Figure 5 : Illustration de la comparaison des méthodes de quartage et mélange manuel.

Au vu des résultats obtenus, les méthodes de quartage et de mélange manuel peuvent être utilisées toutes les deux pour réaliser le sous-échantillonnage de l'échantillon. La méthode de quartage présente un inconvénient au niveau de la granulométrie.

■ Développements futurs

Les futures études sur l'échantillonnage des sédiments issus des bassins de rétention devraient s'orienter sur la détermination des incertitudes liée à l'échantillonnage. Ce type d'étude a par exemple été réalisé sur l'évaluation de l'incertitude du système de collecte des eaux pluviales (Bertrand-Krajewski et Bardin, 2001) : pour chaque étape d'échantillonnage des eaux pluviales, une incertitude a été évaluée. Il serait maintenant nécessaire de réaliser le même type d'étude sur les sédiments.

Une étude a été réalisée dans le cadre du programme d'activité AQUAREF I-A-01 "Amélioration des méthodes de prélèvements pour les paramètres physico-chimiques", intitulée "Incertitudes liées à l'échantillonnage : exemple d'estimation pour la mesure des micropolluants dans les sédiments" (Schivone et al, 2011). Il serait intéressant de s'appuyer sur cette étude pour évaluer les incertitudes d'échantillonnage pour la mesure des micropolluants dans les sédiments de bassin de rétention

■ Documents publiés

Schivone S., Coquery M., Ghestem JP. 2011. Incertitudes liées à l'échantillonnage: exemple d'estimation pour la mesure des micropolluants dans les sédiments. AQUAREF, 88 p., lien: http://www.aquaref.fr/system/files/Incertitudes_echantillonnage_sediments_2011_Vf.pdf

Sébastien C. (2013). Bassin de retenue des eaux pluviales en milieu urbain : performance en matière de piégeage des micropolluants. Thèse de doctorat: INSA Lyon, France, 354 p.

Bertrand-Krajewski J.-L. et Bardin J.P. (2001) Estimation des incertitudes de mesure sur les débits et les charges polluantes en réseau d'assainissement : application au cas d'un bassin de retenue - décantation en réseau séparatif pluvial. La Houille Blanche, 6/7 : 99-108

FICHE TECHNIQUE OTHU N°27

Echantillonnage des sédiments décantés dans un bassin de rétention/décantation



Résumé :

" Comment prélever, dans un lot de 500 kg de matière hétérogène, la quantité nécessaire et représentative pour mener à bien une analyse qui ne requiert que quelques dizaines de grammes, voire quelques milligrammes ? "

■ Cadre Général :

Des efforts importants ont été entrepris depuis de nombreuses années pour systématiser et améliorer les techniques d'analyse, de manière à maîtriser correctement les incertitudes analytiques. Au-delà des aspects purement instrumentaux une source importante d'incertitudes (voire primordiale) se situe au niveau du prélèvement de l'échantillon sur lequel vont être réalisées les mesures.

Le problème «échantillonnage» est marqué par :

- la nature souvent très hétérogène des matériaux à caractériser,
- les conséquences non négligeables de l'effort à consentir pour améliorer la représentativité de l'échantillon (coût financier, niveau de concentration très faible,),
- la difficulté pour trouver un support documentaire parfaitement adapté ou pour disposer de méthode admise universellement et
- la détermination des incertitudes liée à l'échantillonnage qui doit être établie selon une démarche amont se situant davantage au niveau de l'évaluation de la qualité du prélèvement que celle du traitement de l'échantillon au laboratoire.

Dans le cadre du projet ANR CABRRES*, une étude au cours du temps des sédiments accumulés dans un bassin de rétention/décantation est réalisée.

De nombreux paramètres sont analysés sur ces sédiments (masse volumique des particules, granulométrie, teneur en métaux, en HAPs, ...) et nécessite donc un protocole d'échantillonnage représentatif des sédiments en place.

Pour obtenir des données représentatives de l'échantillon prélevé, il est primordial de savoir prélever un échantillon fiable.

Deux propriétés sont essentielles:

- la reproductibilité de la prise d'échantillon et
- la représentativité de l'échantillon initial.

Une mesure n'est pas représentative sans un échantillonnage parfaitement maîtrisé.

■ Objectifs:

Dans le cas de notre étude, nous sommes confrontés à des échantillons hétérogènes. L'enjeu de l'étude est de comparer différentes méthodes de sous-échantillonnage - Diviseur à rifle / Méthode de quartage / Mélange manuel - pour évaluer (i) l'homogénéisation de l'échantillon et (ii) le sous-échantillonnage pour réaliser les différentes analyses par différents laboratoires.

L'objectif de cette étude est de comparer 3 méthodes de sous-échantillonnage vis-à-vis des 3 paramètres globaux - taux d'humidité (AFNOR EN 12880), matière volatile (Norme XP P 94-047) et la granulométrie (NF ISO 13320-1). La comparaison entre les différentes méthodes d'échantillonnage n'a pu être réalisée vis-à-vis des micropolluants à cause du coût des analyses et des contaminations possibles du matériel

■ Contacts :

Carolina GONZALEZ-MERCHAN, Céline BECOUZE-LAREURE
INSA de Lyon, DEEP, 34 avenue des Arts, 69621 VILLEURBANNE CEDEX.

(* ANR CESA CABRRES : CAractérisation chimique, microbiologique, écotoxicologique, spatio-temporelle des contaminants des Bassins de Retenue des eaux pluviales urbaines – évaluation et gestion des Risques Environnementaux et Sanitaires associés - 2012/2016. Programme de recherche développé en appui sur les données de l'OTHU – plus d'informations <http://www.cabres.org>

■ Les avancées de l'OTHU : Principaux résultats

Echantillonnage – Erreurs

Entre l'échantillon initial et les sous-échantillons destinés à l'analyse, il existe toute une série d'erreurs d'échantillonnage :

- Erreurs de préparation et de prélèvement : le choix du matériel pour réaliser l'échantillonnage va être choisi en fonction des paramètres qui veulent être suivis. Dans le cadre du projet CABRES (pelle en inox, flacons en verre et en plastique, étiquetage, ...),
- Erreur de ségrégation : l'homogénéisation de la totalité de l'échantillon permet de réduire cette erreur.

Différentes méthodes d'échantillonnage

• DIVISEUR A RIFLE

Le diviseur à rifles est utilisé pour réduire un échantillon global sec ou en poudre afin d'obtenir un ou plusieurs sous-échantillons. Cette méthode nécessite au minimum 4 divisions successives pour assurer une bonne homogénéisation.

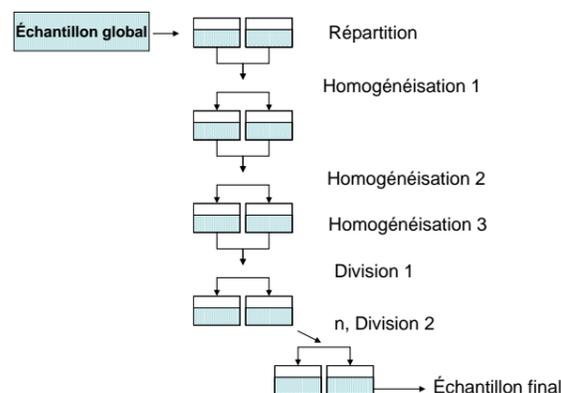


Figure 1 : Protocole d'échantillonnage en utilisant le diviseur à rifle

• METHODE DE QUARTAGE

L'homogénéisation et le sous-échantillonnage par quartage se déroule en plusieurs étapes:

- 1) Etaler l'échantillon sur une toile de plastique;
- 2) À l'aide d'une pelle, faire un tas de forme régulière et diviser le tas en quatre ;
- 3) Jeter les deux quarts opposés ;
- 4) Combiner les deux quarts restants et répéter le procédé au moins 3 fois jusqu'à l'obtention d'un échantillon composé du volume souhaité.



(1) Zone de mélange

(2) Division en 4 du tas

(3) Mélange des 2 quarts opposés

Figure 2 : Protocole d'échantillonnage avec la méthode de quartage.

MELANGE MANUEL

Une homogénéisation suivie d'un sous-échantillonnage manuel peuvent également être utilisés pour des échantillons peu hétérogènes.

Protocole mis en place pour la comparaison diviseur à Rifle - Quartage

Le schéma ci-dessous présente le protocole mis en œuvre pour évaluer la représentativité et la reproductibilité de la méthode du diviseur à rifle et de la méthode de quartage pour sous-échantillonner notre échantillon initial.

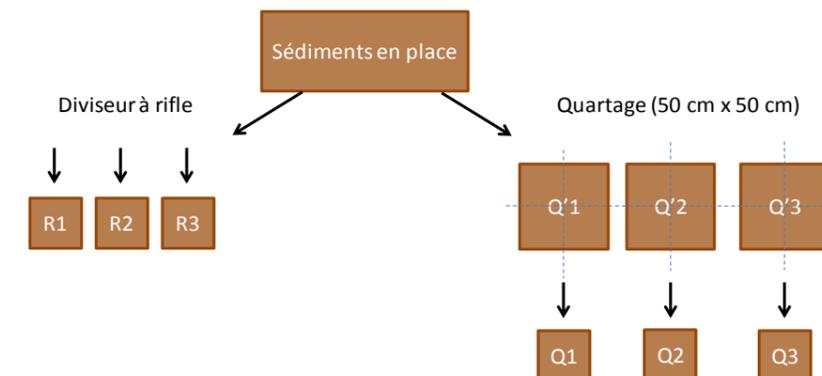


Figure 3 : Schéma récapitulatif du protocole mis en place pour comparer les 2 méthodes d'échantillonnage.

Pour le taux d'humidité et la teneur en matière volatile, les résultats sont représentés sous la forme d'un box-plot. Pour réaliser ce graphique, il a été utilisé l'ensemble des données acquises pour chaque méthode de sous-échantillonnage soit n = 9. Pour la granulométrie, les résultats présentent les courbes de distribution pour chaque sous-échantillon pour chaque méthode. Les données présentées entre parenthèse représentent le coefficient de variation.

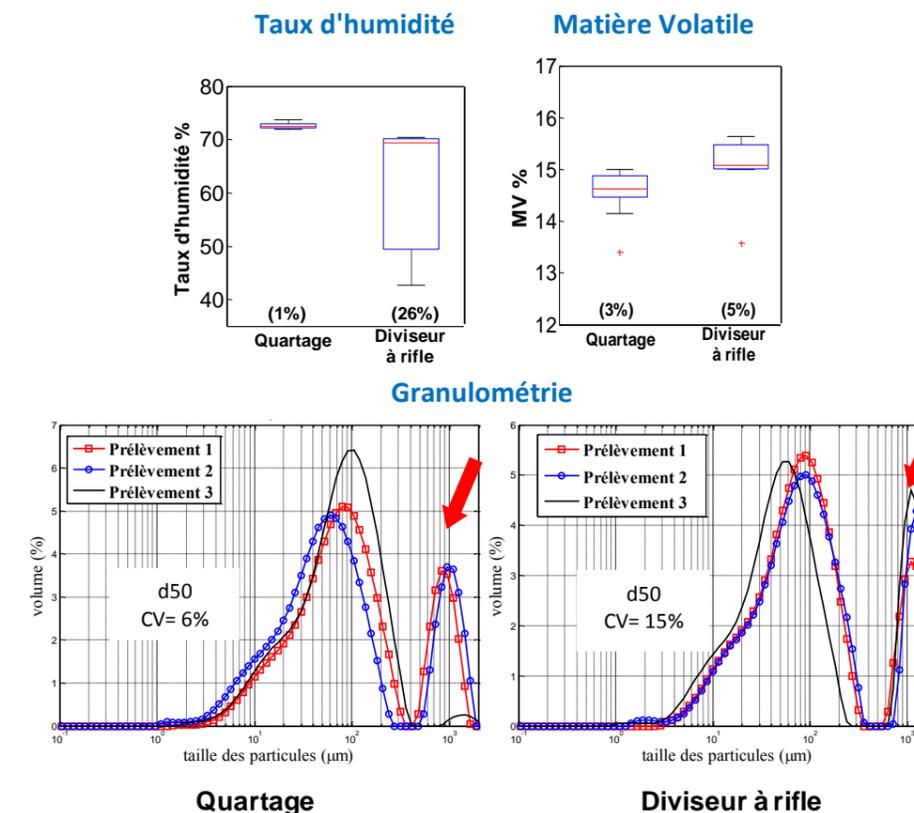


Figure 4 : Résultats obtenus pour le taux d'humidité, la matière volatile et la distribution granulométrique pour l'échantillonnage par quartage et le diviseur à rifle.

Au vu des résultats obtenus, la méthode de sous-échantillonnage réalisée par le quartage présente les coefficients de variations les plus faibles. De plus, suite au terrain, il s'est avéré que la technique du diviseur à rifle était difficile à mettre en œuvre pour les sédiments issus du bassin de rétention/décantation (échantillon trop humide).