



HAL
open science

Impact du prélèvement sur la qualité des données de la surveillance

Bénédicte Lepot, Fabrizio Botta

► **To cite this version:**

Bénédicte Lepot, Fabrizio Botta. Impact du prélèvement sur la qualité des données de la surveillance. Rapport Scientifique INERIS, 2013, 2012-2013, pp.48-49. ineris-01869461

HAL Id: ineris-01869461

<https://ineris.hal.science/ineris-01869461>

Submitted on 6 Sep 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Impact du prélèvement sur la qualité des données de la surveillance

CONTRIBUTEURS



Bénédicte
Lepot

Fabrizio
Botta

La directive 2000/60/CE vise à atteindre un bon état des masses d'eaux en 2015 pour l'ensemble des milieux aquatiques européens. À l'intérieur de ce cadre réglementaire, la qualité et la maîtrise des données acquises ont une importance capitale, non seulement pour comparer des résultats à des valeurs seuils, mais également pour identifier avec un degré de confiance suffisant les tendances des niveaux des concentrations en polluants. Les notions de comparabilité des données et d'estimation des incertitudes de mesures sont abordées par les laboratoires à travers notamment la participation aux essais d'aptitude analytique. Cependant, de tels essais portant sur les aspects « échantillonnage » sont pour l'instant encore rares. Depuis 2007, le consortium Aquaref s'est focalisé sur l'amélioration et l'harmonisation des pratiques d'échantillonnage. Un essai collaboratif sur l'échantillonnage d'eau en plan d'eau a été organisé en 2010 pour étudier l'impact des opérations de prélèvement sur la qualité des résultats d'analyse. Coordinateur et promoteur de l'étude, l'INERIS a réalisé, en partenariat avec le LNE⁽¹⁾ et l'Inra⁽²⁾, ces travaux financés par l'Onema⁽³⁾.

Méthodologie

L'étude a porté sur les métaux, les nutriments et quelques pesticides. Le lac de Paladru, en Isère, a été retenu du fait de sa morphologie, de son accessibilité et de la présence des subs-

tances visées. Dix organismes de prélèvement ont participé à cet essai. Ils ont été sélectionnés en partenariat avec les agences de l'eau, en priorisant les préleveurs retenus pour le réseau de surveillance des plans d'eau. Chaque organisme a transmis, préalablement à l'essai, la liste du matériel et leurs pratiques d'échantillonnage.

Avant départ sur le lieu de prélèvement, des blancs de système de prélèvement ont été effectués par chaque participant pour les métaux. L'objectif était de vérifier l'absence de contamination du matériel spécifique aux participants, mais également de tester la capacité à réaliser « en routine » ce type de contrôle qualité sur site.

Les opérations d'échantillonnage ont duré une journée, le 22 juin 2012. Chaque organisme a réalisé, selon sa procédure habituelle, des prélèvements en double. Le flaconnage ainsi que le transport et l'analyse de la totalité des échantillons ont été pris en charge par l'INERIS afin de réduire les risques de contamination et d'estimer la variabilité liée à l'échantillonnage par rapport à celle de l'analyse. L'estimation de la variabilité liée à l'échantillonnage a été obtenue par comparaison entre la variabilité globale obtenue par l'approche NF ISO 5725-5 et la variabilité analytique déterminée le jour de l'essai. Elle a été obtenue par la somme quadratique :

$$(\text{variabilité globale})^2 = (\text{variabilité échantillonnage})^2 + (\text{variabilité analytique})^2.$$

NOTES

- (1) Laboratoire national de métrologie et d'essais.
- (2) Institut national de la recherche agronomique.
- (3) Office national de l'eau et des milieux aquatiques.

Références

Cotman M., Pintar A. *Sampling uncertainty of wastewater monitoring estimated in a collaborative field trial*. TrAC Trends in Analytical Chemistry 2013, 51, pp. 71-78.

Botta F., Lepot B., Leoz-Garziandia E., Morin A. *Estimation of sampling uncertainty in lake-water monitoring in a collaborative field trial*. Trends in Analytical Chemistry, 2012, 36, pp. 176-184

Miege C., Mazzella N., Schiavone S., Dabrin A., Berho C., Ghestem J. P., Gonzalez C., Gonzalez J.-L.; Lalère B., Lardy-Fontan S., Lepot B., Munaron D., Tixier C., Togola A., Coquery M. *An in situ intercomparison exercise on passive samplers for monitoring metals, polycyclic aromatic hydrocarbons and pesticides in surface waters*. Trends in Analytical Chemistry, 2012, 36, pp. 128-143.

Photos 1

Exemples de système de prélèvement d'eau pour la surveillance des plans d'eau.



Principaux résultats

Le questionnaire d'enquête et les observations de terrain ont mis en évidence des pratiques et des matériels variés (Photos 1). Par exemple, la nature des systèmes de prélèvement n'est pas toujours appropriée à la recherche de micropolluants.

Les valeurs quantifiées dans les blancs de systèmes de prélèvement mettent en évidence l'absence de nettoyage du matériel avant un départ sur site et/ou un relavage très important de métaux par les outils utilisés. Plus de 50% des métaux sont retrouvés dans les blancs. Les métaux les plus quantifiés sont le zinc (64,2 µg/l), l'aluminium (38,9 µg/l) et le plomb (7,5 µg/l). En particulier, pour le zinc (Figure 1), 9 participants sur 10 présentent une contamination dans leur système de prélèvement. Tous les préleveurs utilisant des matériaux en PVC ou en silicone présentent des teneurs non négligeables en métaux dans leur blanc.

Les résultats montrent que la variabilité liée à l'échantillonnage représente plus de 90% de la variabilité globale (48,9%) pour les paramètres azotés et phosphorés, les pesticides (DEA) et certains métaux (Al, Co, Ni) (Figure 2). En revanche, pour d'autres paramètres (Ca, Mg, Na), les pratiques d'échantillonnage n'influencent pas les résultats, la variabilité globale provient majoritairement de la variabilité analytique.

Conclusion et perspectives

Cet essai a montré l'impact des opérations de prélèvement sur la qualité des données pour certaines substances. La variabilité liée aux opérations de prélèvement est significative, et parfois plus importante que celle observée sur l'analyse, en cohérence avec des essais collaboratifs antérieurs. L'analyse des blancs de système de prélèvement permet de démontrer des contaminations avant même le démarrage de l'échantillonnage. Cet essai a conforté les missions d'Aquaref d'harmonisation des pratiques au niveau national afin de réduire l'impact sur la qualité des données.

Ces travaux ont conduit à poursuivre ce type d'essais collaboratifs sur des matrices différentes (rejet canalisé piloté par l'INERIS en 2012, sédiment prévu en 2014), à intégrer de nouvelles recommandations dans les prescriptions techniques nationales et à mettre en place des référentiels de formations « échantillonnage ».

Figure 1

Comparaison des concentrations de zinc mesurées dans le blanc du matériel (avant échantillonnage) et dans l'échantillon collecté (LQ: 0,54 µg/l).

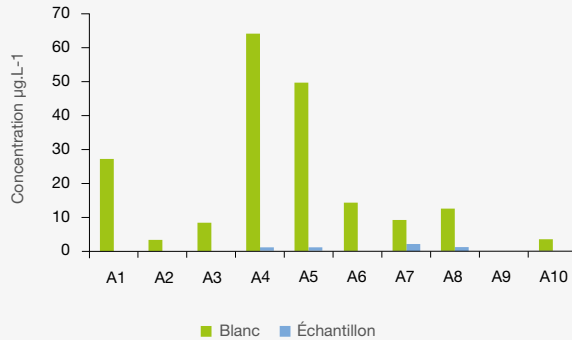
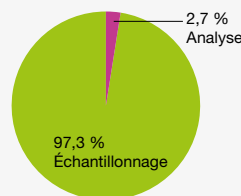
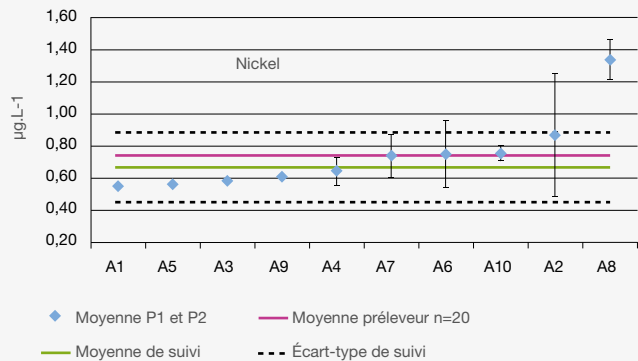


Figure 2

Résultats obtenus par les participants pour le nickel et estimation de la variabilité « échantillonnage ».



Estimation de la variabilité (%)

Analyse	8
Échantillonnage	48,3
Global	48,9

ABSTRACT

A collaborative sampling trial was performed by AQUAREF (French national reference laboratory for water and the aquatic environment) at Paladru Lake, Isere, France. This trial was the first national test aiming at improving

knowledge of the effect, in lake water, of sampling on global variability. Ten sampling teams regularly involved in Water Framework Directive monitoring of lake water were asked to participate, in agreement with the Regional Water Agencies. All the samples were collected and analyzed by INERIS in order to minimize the analytical impact on global variability. Overall results for a few metals (cobalt and nickel) showed predominance (>90%) of sampling uncertainty compared

to analytical variability. For other metals (zinc, lead and aluminium), the initial blank tests showed possible contamination of sampling systems, and really pointed to the importance of blank sampling. Finally, this trial highlighted the need for general guidelines for sampling that could minimize the risk of misclassification of lake-water status.