

Journée scientifique OPUR – 8 juin 2011 Substances prioritaires et autres contaminants dans les eaux pluviales



Observatoire des Polluants Urbains

L'analyse des micropolluants : Retour d'expérience

Catherine Lorgeoux, Johnny Gaspéri, Régis Moilleron

Suivi des micropolluants dans les eaux pluviales

Eaux des réseaux

Eaux de ruissellement

Retombées atmosphériques

Contaminants recherchés : à l'état de traces : ng/L au µg/L

⇒ **Augmentation du nombre de composés ciblés**

↪ **de propriétés physico-chimiques**

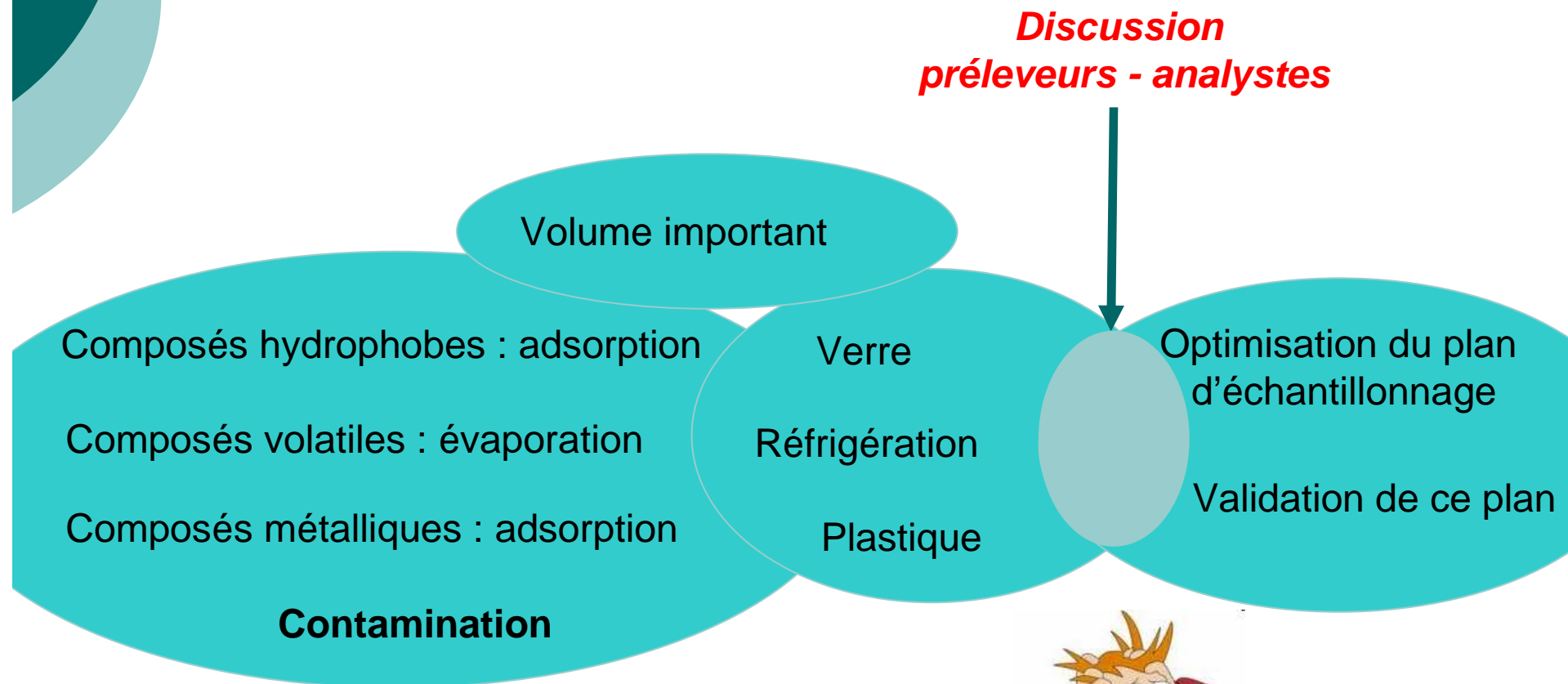
- Les précautions d'échantillonnage
 - *Le plan d'échantillonnage*
 - *La conservation*

- Les difficultés analytiques
 - *L'analyse de traces*
 - *Critères qualité*
 - *Analyse dissous / particulaire*

- Conclusions

Les précautions d'échantillonnage

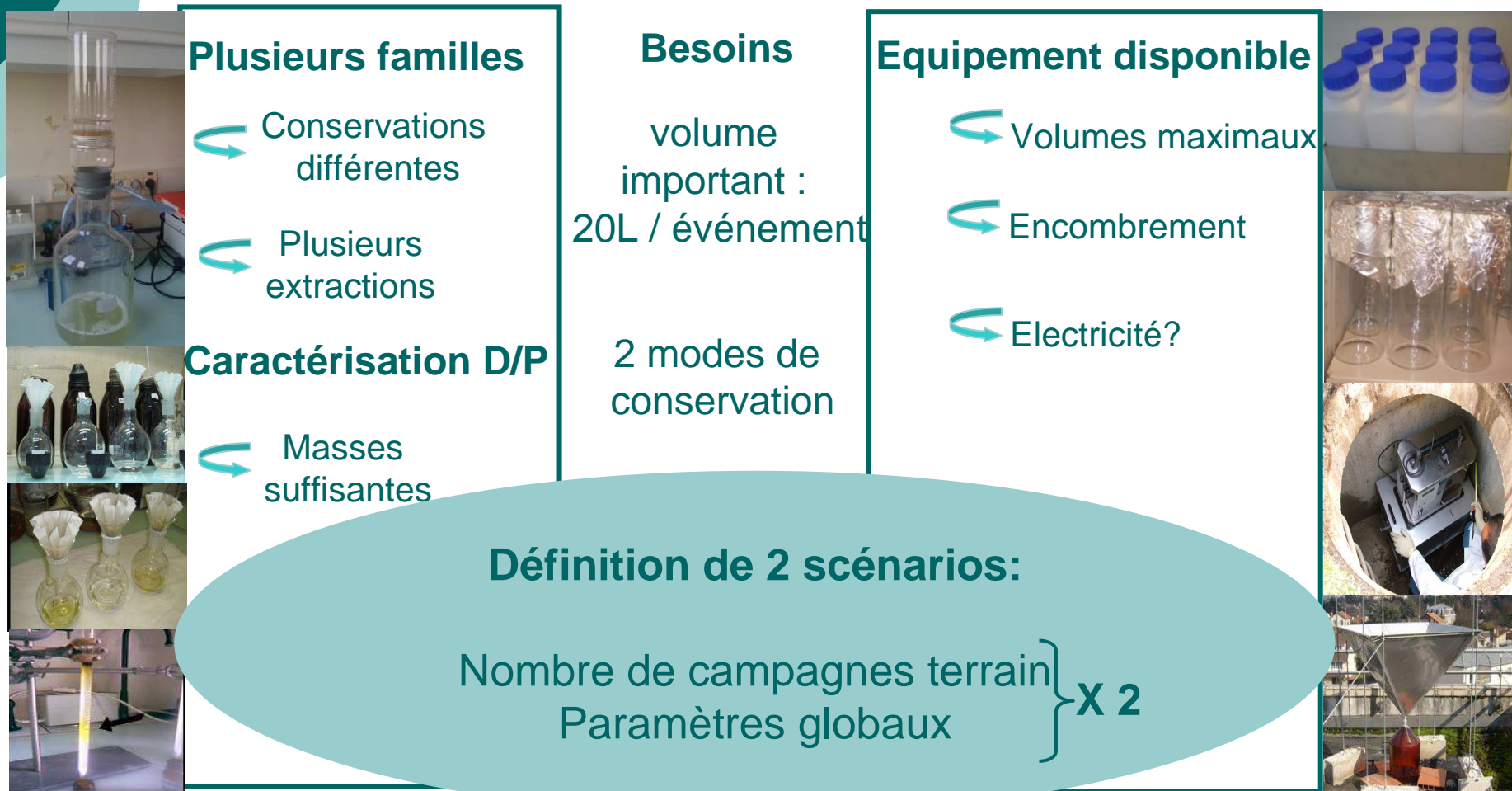
Le plan d'échantillonnage



Les précautions d'échantillonnage

Le plan d'échantillonnage

ANR INOGEV



Les précautions d'échantillonnage

La conservation



Les grandes idées : métaux = plastique
organiques = verre

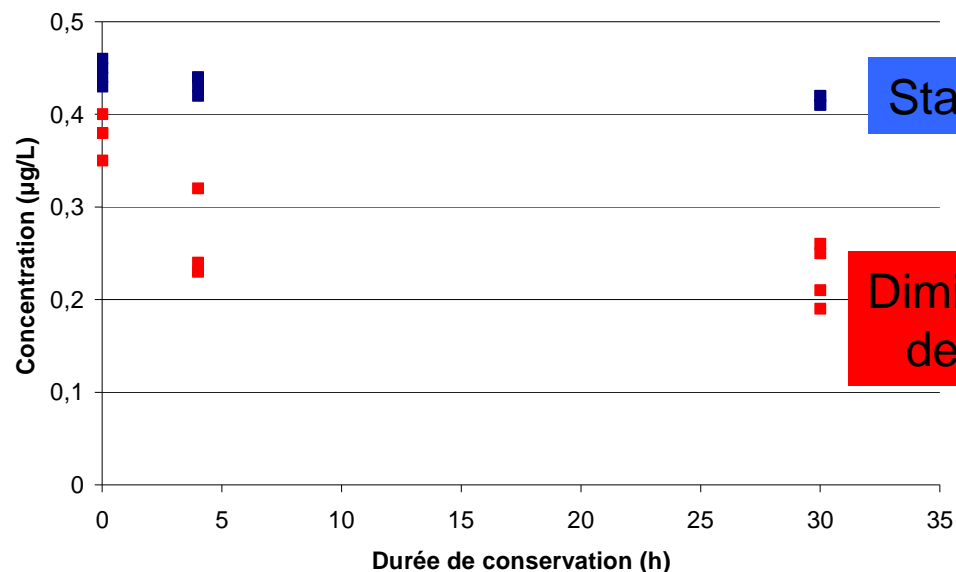
Idées reçues????

Tests réalisés au SIAAP (d'après G. Varrault)

Métaux

Conservation des eaux brutes au frigo dans du plastique
Analyse en duplicat: initial, 4h et 30h

Le plomb dans deux matrices : rejet Seine Centre et Seine



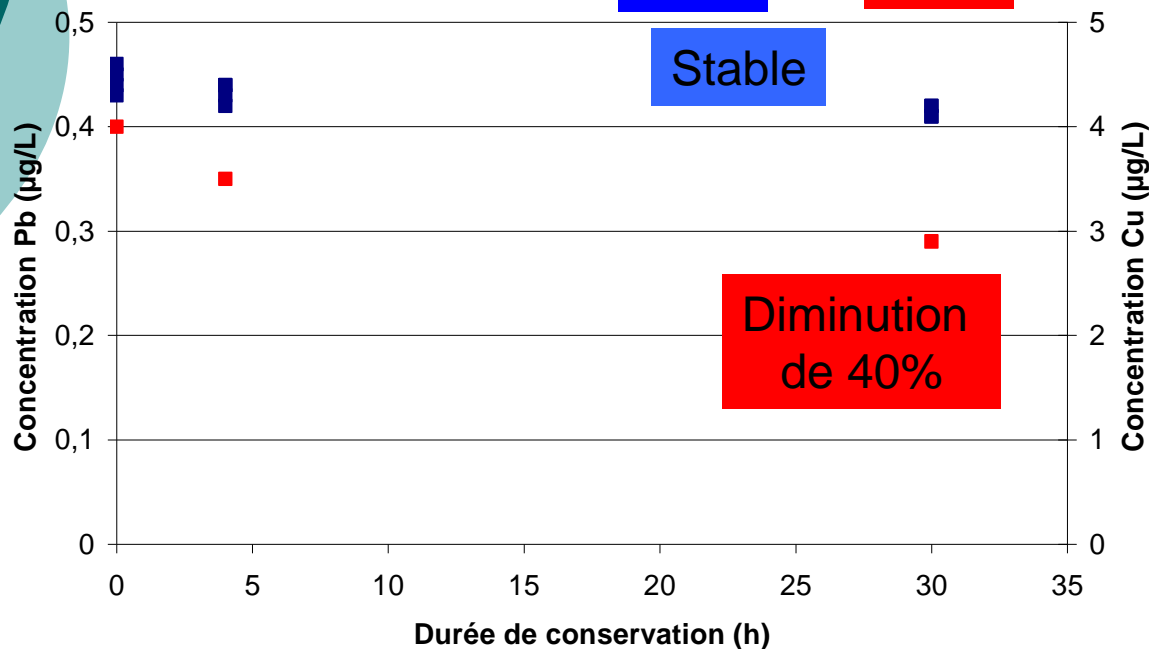
Importance de la matrice

Les précautions d'échantillonnage

La conservation



Rejet de Seine Centre : le plomb et le cuivre



Comportement différent suivant l'élément

Importance de vérifier ces comportements dans sa matrice et ses récipients
Résultats à relativiser mais il est important de les connaître

Les précautions d'échantillonnage

La conservation

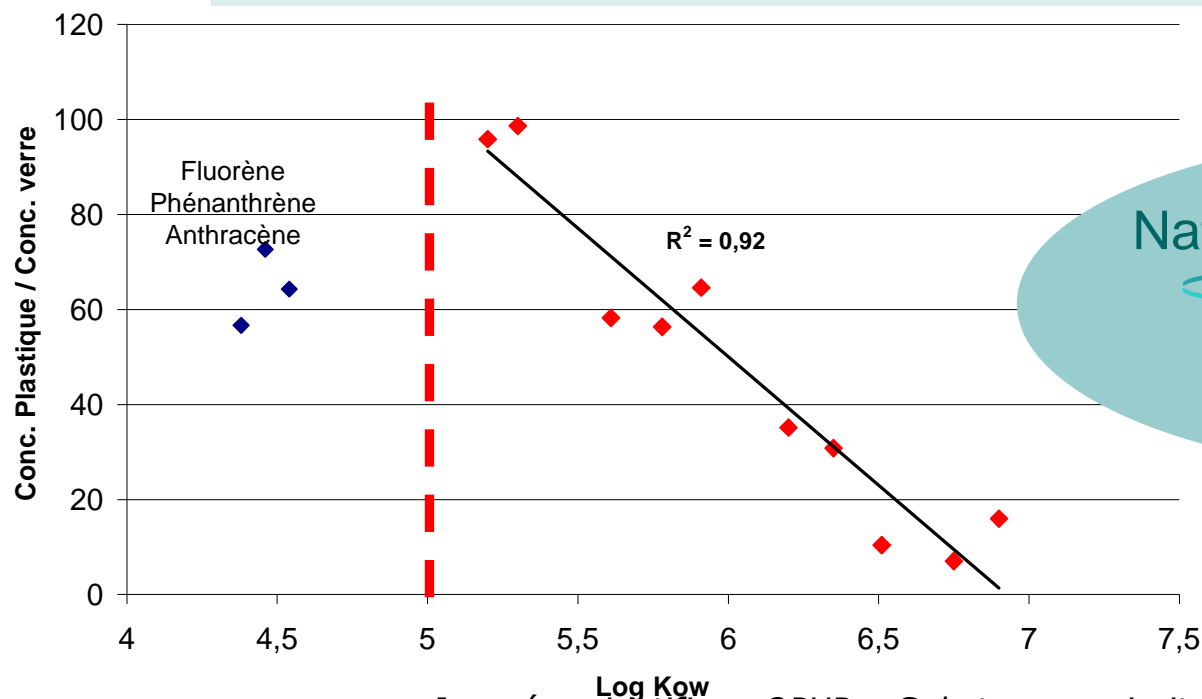


Organiques Verre ou plastique : eaux usées conservées 24h à 4°C : analyse du dissous

HAP-plastique jusqu'à 90% de perte pour les composés lourds (OPUR)

Parabènes : pas d'impact significatif du plastique (D. Geara)

Importance de l'hydrophobicité : cas de HAP



Nature du flacon

Famille de composés

du composé

- Les précautions d'échantillonnage
 - *Le plan d'échantillonnage*
 - *La conservation*

- Les difficultés analytiques
 - *L'analyse de traces*
 - *Critères qualité*
 - *Analyse dissous / particulaire*

- Conclusions

Les difficultés analytiques

Analyse de traces



Obtention d'une concentration ➡ Sensibilité des détecteurs



Grands volumes

Phase dissoute :
Extraction jusqu'à
2L par cartouche

Phase particulaire :
Filtration jusqu'à 20L pour
obtenir de l'ordre de 50 mg

Préparation

Analyse

Homogénéisation avant filtration

Augmentation du temps

Augmentation des risques

↪ **de contamination**
blancs analytiques réguliers

↪ **de pertes**
utilisation de traceurs

Effets matrices



**Concentration
des interférents**

↙
**Perturbation de
la préparation**

↘
**Suppression du
signal**

Les difficultés analytiques

Critères qualité



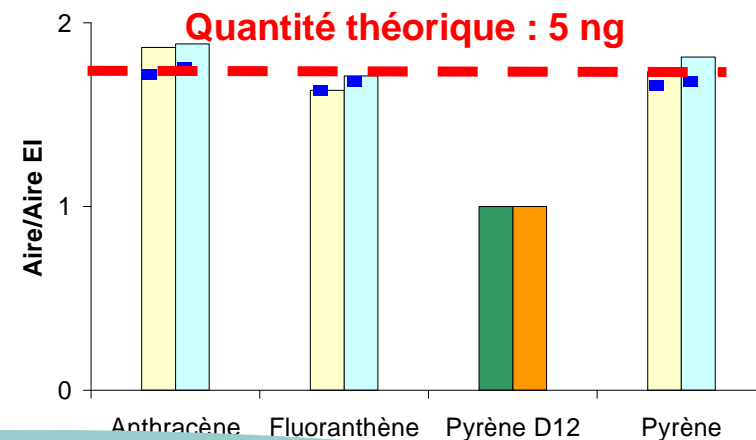
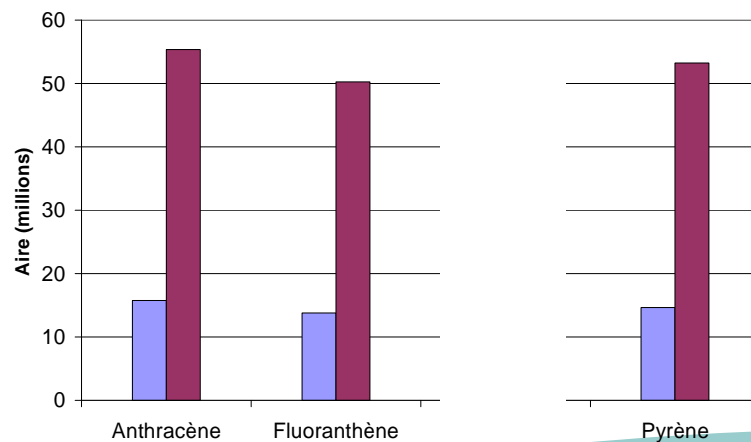
Traceur = étalon interne { Non présent dans la matrice
Mêmes propriétés physico-chimiques

Composés de synthèse = molécules deutérées

Avant extraction ou avant injection

Dans gamme étalonnage

Point de contrôle à 5ng dans une même série



Etalonnage interne indispensable

correction des biais analytiques

Les difficultés analytiques

Critères qualité



Attention à bien valider la méthode dans son ensemble

Difficulté de transposition d'une méthode

Optimisation matrice propre → Test matériau certifié → Modification conditions

PCB dans les particules

Deux matrices → Objectif = même sensibilité → Deux méthodes

HAP lourds dans les eaux usées

Effets matrices → Valider la méthode sur les matrices
Dopage? Echantillons certifiés?

Importance de la validation de méthode

Juste équilibre entre temps - sensibilité - précision

Les difficultés analytiques

Caractérisation Dissous / Particulaire



Réglementation : extraction des composés sur la matrice totale ou sur le dissous seul

Particulaire négligeable???

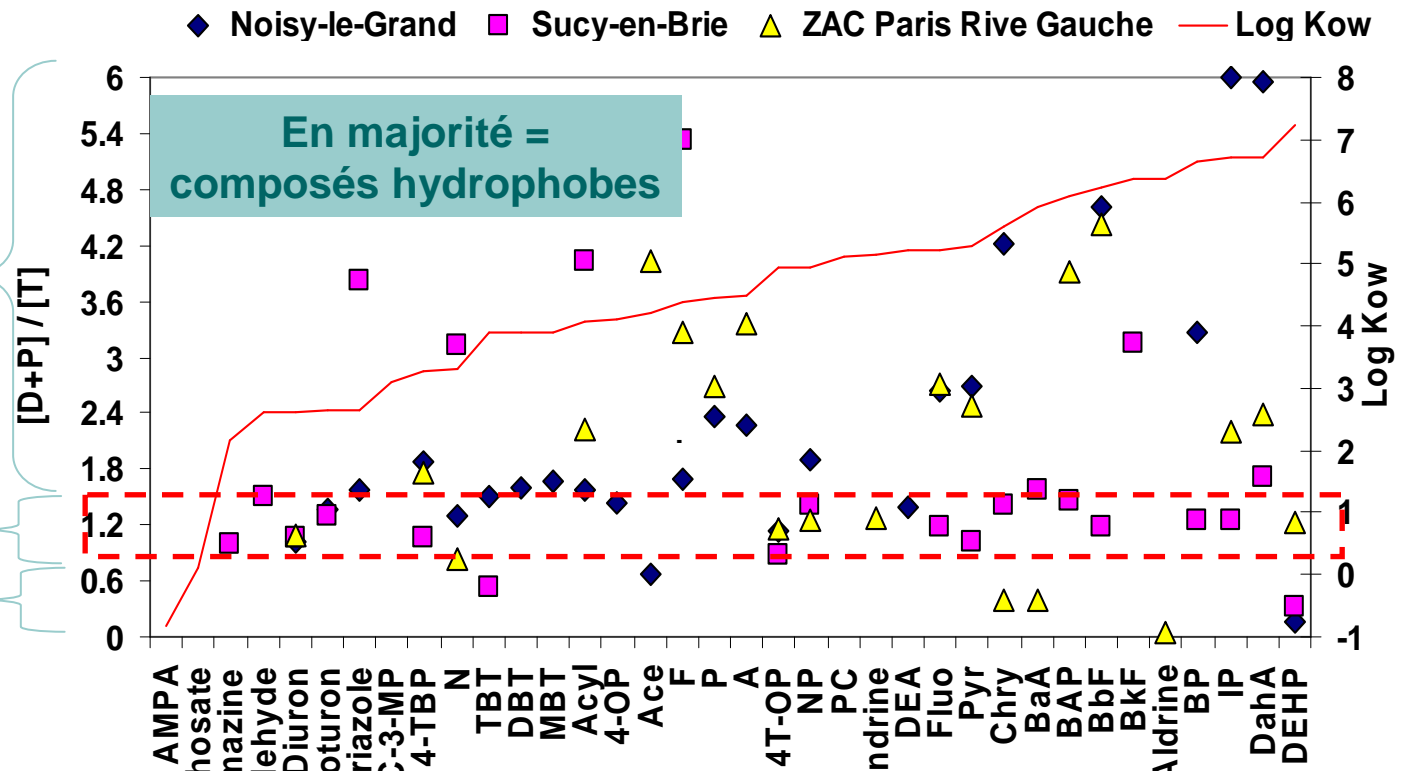
Comparaison des 2 approches (S. Zgheib) : Total vs Dissous + Particulaire

Eaux pluviales
(3 échantillons
65 composés)

T = Sous-estimation
70 % des résultats

T = D + P 23 %

T = Surestimation
7 %



Importance de l'analyse séparée des phases D et P

Conclusions

Les précautions d'échantillonnage



Besoin de concertation terrain - laboratoire

Pas de règles universelles mais des précautions

Conservation  **Tests dans les conditions d'usage**

 **Avec les matrices**

 **Avec les flacons**

**Prévoir des campagnes tests permettant de valider
l'ensemble de la chaîne**

**Prévoir des campagnes de blancs sur l'ensemble de la
chaîne**

Analyse séparément le dissous et le particulaire

Validation sur la matrice

↪ Importance de l'étalon interne

Analyse de traces = manipulation de grands volumes

↪ Attention contaminations et pertes

Travail au cas par cas = maîtrise de sa méthode



Journée scientifique OPUR – 8 juin 2011

Substances prioritaires et autres contaminants dans les eaux pluviales



Merci de votre attention !!!!