

Modalités d'homogénéisation et d'échantillonnage pour le prélèvement des eaux résiduaires dans le cadre de l'autosurveillance

Ce présent document liste les exigences attendues sur la technique d'homogénéisation et d'échantillonnage pour les prélèvements d'eaux résiduaires, dans le cadre de l'autosurveillance des systèmes d'assainissement collectifs (arrêté du 21/07/2015 modifié).

La méthode par homogénéisation manuelle est désormais à proscrire pour les volumes collectés > 5l, 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.

Description de l'homogénéisation de l'échantillon par un dispositif mécanique

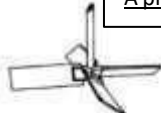
L'homogénéisation mécanique est l'alternative pour l'obtention d'un mélange homogène.


Les critères suivants doivent être respectés pour optimiser la représentativité de l'échantillon à analyser.


➤ Equipements d'homogénéisation (non exhaustif) :


- Flacon d'homogénéisation des flacons collectés dans le préleveur :
Flacon rond à col large permettant de réceptionner la totalité du prélèvement, en verre et disposant d'un robinet de préférence.
- Hélice d'agitation avec tige :
 - ✓ Générant un flux axial et ne créant pas de phénomène de vortex;
 - ✓ A 3 ou 4 pales ;
 - ✓ Dont le diamètre est a minima égal à 1/3 du diamètre ou de la largeur du flacon ;
 - ✓ En matériau inerte (tige et hélice) – souvent en acier inoxydable

A privilégier

 Quadripale rectangulaire ou hélice à 4 pales : refoule les particules à mélanger du haut du récipient vers le bas. Hélice pour une plage de vitesse moyenne à élevée.

 Hélice tripale profilée.

 Les pales vendues dans les magasins de bricolage destinées à mélanger et brasser peintures et colles ne répondent pas aux critères

 Hélice marine : refoule les particules à mélanger du haut du récipient vers le bas.

- Perceuse sans fil visseuse-dévisseuse, avec batterie chargée et pour faciliter l'opération un support ou pied pour la perceuse.

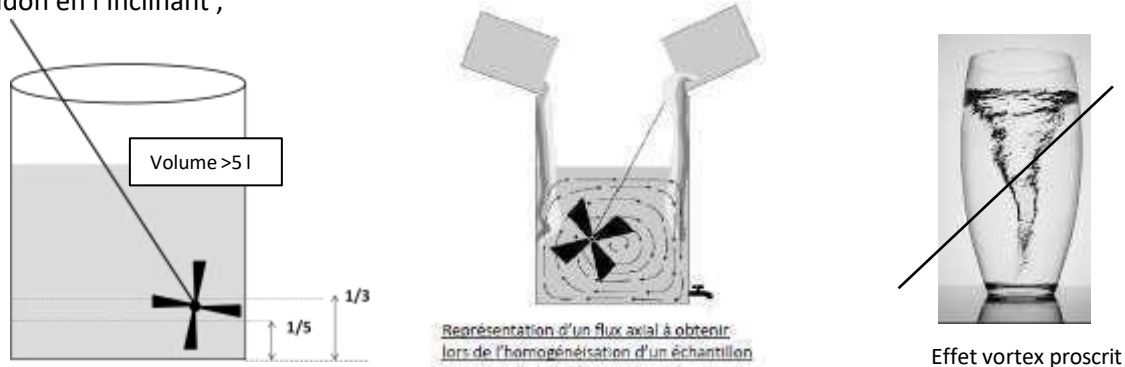
➤ Equipements de distribution :

- Le flacon d'homogénéisation est équipé d'un robinet de diamètre nominal $\geq 9\text{mm}$ 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 de purge en téflon de diamètre compris entre 9 et 15 mm et d'une pompe péristaltique dont la vitesse d'aspiration $\geq 0,5\text{ m/s}$.

Méthodologie d'échantillonnage avec une homogénéisation par un dispositif mécanique

Une fois le prélèvement achevé, vérifier des conditions de prélèvement (volume collecté, nb prélèvements, ...) et procéder à l'échantillonnage de la manière suivante :

- 1) Installer le support (ou pied) et fixer la perceuse ;
- 2) Sortir le ou les flacons du préleveur ;
- 3) Insérer la pale propre et adaptée à la taille du flacon, à une profondeur entre $1/5$ et $1/3$ par rapport au fond du bidon en l'inclinant ;



Pour des volumes collectés inférieurs ou égaux à 5 litres : appliquer la méthode d'homogénéisation du laboratoire.

- 4) A l'aide d'une perceuse, homogénéiser mécaniquement les flacons, sans créer de vortex, ni d'injection d'air et pendant un temps suffisant (quelques minutes) pour que le mélange soit **homogène** ;
- 5) Arrêter l'homogénéisation et verser sans attendre le contenu dans le flacon d'homogénéisation en l'inclinant et le long de la paroi, en évitant de créer des remous et l'injection d'air ;
- 6) Rincer l'hélice utilisée, à l'eau claire ;
- 7) Positionner l'hélice rincée dans le flacon d'homogénéisation de façon identique à l'étape 3) et homogénéiser le mélange de façon identique à l'étape 4) ;
- 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 $1/3$, jusqu'au débordement.
- 9) Nettoyer l'ensemble du matériel pour qu'il soit prêt lors de la prochaine utilisation.

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.