

Année de programmation 2015 – Domaine Risques liés aux contaminants aquatiques - Action 224

Méthodologie de campagnes de mesures pour la recherche efficiente de micropolluants sur un réseau d'assainissement

Livrable 1.4.a du projet LUMIEAU-Stra

Bénédicte LEPOT (INERIS)
Sylvie NGO (INERIS)
Julie SAVIGNAC (IRH Ingénieur Conseil)
Maxime POMIES (Eurométropole de Strasbourg)

Juin 2019

Document élaboré dans le cadre de l'appel à projets « Innovations et changements de pratiques : lutte contre les micropolluants des eaux urbaines »



En partenariat avec :

« Avec le soutien de »





- **AUTEURS**

Bénédicte LEPOT, Ingénieur Etude et Recherche (INERIS), benedicte.lepot@ineris.fr

Sylvie NGO, Ingénieur Etude et Recherche (INERIS), sylvie.ngo@ineris.fr

Julie SAVIGNAC, Chargée d'études (IRH Ingénieur Conseil), julie.savignac@irh.fr

Maxime POMIES, Chef de projet LUMIEAU-Stra (Eurométropole de Strasbourg), maxime.pomies@strasbourg.eu

- **CORRESPONDANTS**

Agence française pour la biodiversité : Pierre-François STAUB, Interlocuteur projet, pierre-francois.staub@afbiodiversité.fr



Agence de l'Eau Rhin Meuse : Claire RIOU, Interlocuteur projet, claire.riou@eau-rhin-meuse.fr et **Roger FLUTSCH**, interlocuteur projet, roger.flutsch@eau-rhin-meuse.fr

Droits d'usage : accès libre

Niveau géographique : communal

Couverture géographique : Eurométropole de Strasbourg ; nappe phréatique d'Alsace, Rhin, Ill, Bruche

Niveau de lecture : professionnels, experts


	<p>Méthodologie de campagnes de mesures pour la recherche efficiente de micropolluants sur un réseau d'assainissement <i>Livrable 1.4.a du projet LUMIEAU-Stra</i> B. Lepot, S. Ngo, M. Pomiès, J. Savignac</p>	
---	--	--

- **RESUME**

La recherche de micropolluants et de leurs sources dans un réseau d'assainissement s'avère complexe, lourde en termes d'instrumentation et coûteuse. Pour une collectivité gestionnaire du réseau d'assainissement, une priorisation est nécessaire afin d'optimiser les moyens mis en place et les résultats opérationnels qui peuvent être obtenus. Le présent livrable décrit la démarche de priorisation pour la réalisation de campagnes de mesures en réseau d'assainissement développée dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra et appliquée à l'Eurométropole de Strasbourg. La première étape consiste à déterminer une liste de micropolluants à rechercher. Cette liste doit, avant tout, répondre aux enjeux locaux du territoire et aux enjeux réglementaires. La deuxième étape repose sur l'identification des zones géographiques les plus problématiques. Cela implique une connaissance des émissions potentielles d'une grande diversité d'émetteurs, du fonctionnement du réseau d'assainissement et de la répartition des émetteurs sur le territoire. La cartographie SIG de ces données semble être un outil nécessaire. Enfin, des outils de recherche de micropolluants innovants sont désormais disponibles. Ils ne permettent pas de produire des données réglementaires mais fournissent des indications en première approche sur la présence et le niveau de concentration d'un panel de micropolluants.

- **MOTS CLES (THEMATIQUE ET GEOGRAPHIQUE)**

Micropolluants, réseau assainissement, investigation, campagne de mesure, méthode de priorisation, outils innovants

<p>AGENCE FRANÇAISE POUR LA BIODIVERSITÉ MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT</p>	<p>Méthodologie de campagnes de mesures pour la recherche efficiente de micropolluants sur un réseau d'assainissement <i>Livrable 1.4.a du projet LUMIEAU-Stra</i> B. Lepot, S. Ngo, M. Pomiès, J. Savignac</p>	<p>LUMIEAU-STRA Lutte contre les micropolluants dans les eaux urbaines à Strasbourg</p> 
--	--	---



- **METHODOLOGY FOR AN EFFICIENT INVESTIGATION OF MICROPOLLUTANTS IN SEWAGE NETWORK**
- **ABSTRACT**

Micropollutant investigation and sources in a sanitation network is complex, and expensive. For a sanitary sewer management community, a prioritization is necessary in order to optimize the resources put in place and the operational results that can be obtained.

This report describes the prioritization approach for the realization of sanitation network measurement campaigns developed in the framework of the LUMIEAU-Stra project and applied to the Eurométropole de Strasbourg. The first step is to determine a list of micropollutants to look for. This list must respond to local issues and regulatory issues. The second step is based on the identification of the most problematic geographical areas. This implies knowledge of the potential emissions of a wide variety of emitters, the operation of the sewerage network and the distribution of emitters across the territory. A mapping tool of this data seems to be necessary. Finally, innovative micropollutant research tools are now available. They do not allow the production of regulatory data but provide first-level indications on the presence and level of concentration of a relatively large panel of micropollutants.

- **KEY WORDS (THEMATIC AND GEOGRAPHICAL AREA)**

Micropollutants, sanitation network, investigation, measurement campaign, prioritization method, innovative tools

	<p>Méthodologie de campagnes de mesures pour la recherche efficiente de micropolluants sur un réseau d'assainissement <i>Livrable 1.4.a du projet LUMIEAU-Stra</i> B. Lepot, S. Ngo, M. Pomiès, J. Savignac</p>	
---	--	--

- **SYNTHESE POUR L'ACTION OPERATIONNELLE**

CONTEXTE GENERAL

L'enjeu réglementaire pour les collectivités autour de la thématique des micropolluants est essentiellement lié à la note de 12 août 2016. Celle-ci impose aux agglomérations dont les stations de traitement des eaux usées (STEU), sauf exceptions, ont une capacité nominale supérieure ou égale à 600kgDBO5/j de mettre en place des actions relatives aux micropolluants dans une optique de réduction à la source. Elle demande notamment d'établir un diagnostic vers l'amont pour rechercher les principales sources d'émissions de substances significatives (déterminées par prélèvement sur les eaux d'entrée et de sortie de STEU) dans le réseau d'assainissement et de proposer un plan d'action adéquat. Elle n'impose pas la réalisation des campagnes de mesures en réseau d'assainissement mais ces campagnes s'avèrent souvent nécessaires pour compléter les données disponibles (au niveau des STEU et/ou dans les rejets des établissements professionnels). Cependant, la réalisation de campagnes de mesures en réseau implique des compétences techniques, du matériel spécifique inerte vis-à-vis des micropolluants et des précautions particulières de sécurité. Ce matériel ainsi que les analyses sont coûteux. De plus, réaliser un grand nombre de campagnes de mesures, notamment dans le cas des agglomérations étendues, est inenvisageable aussi bien sur l'aspect opérationnel que financier.

Dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra, une démarche de diagnostic a été développée dans le but d'optimiser les moyens à mettre en œuvre pour la recherche de micropolluants en réseau d'assainissement. Cette démarche s'appuie d'une part sur le développement d'un outil logiciel de priorisation des zones d'émissions et d'autre part sur l'évaluation d'une méthodologie de mise en place d'outils de recherche de micropolluants.

METHODE

La méthodologie développée a pour objectif de répondre à plusieurs questions : quelles substances rechercher, comment cibler les zones géographiques de recherche sur le réseau d'assainissement, quels moyens d'investigation utiliser. L'idée poursuivie consiste à optimiser les moyens à mettre en œuvre tout en obtenant des données et informations fiables aidant à la prise de décision. La démarche a été appliquée au réseau d'assainissement de l'Eurométropole de Strasbourg dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra.

Identifier les substances à prioriser

Tout d'abord, une liste priorisée de substances doit être déterminée. Cette liste doit répondre aux enjeux locaux du territoire et aux enjeux réglementaires (substances significatives au sens du programme RSDE STEU, substances identifiées dans les milieux aquatiques récepteurs, etc.). Elle doit également intégrer les micropolluants jugés comme ayant un intérêt, actuel ou à venir. Cet intérêt est tributaire des connaissances scientifiques et des évolutions réglementaires ce qui implique que la liste doit pouvoir être mise à jour.

Connaitre son territoire et les émetteurs

Ensuite, afin de mettre en œuvre cette recherche de la manière la plus efficiente possible, il est nécessaire d'avoir une connaissance précise du territoire. Une cartographie SIG est un outil à privilégier pour compiler les connaissances des émetteurs en surface (typologie de secteurs géographiques, localisation des établissements professionnels), les points de rejets du système d'assainissement (STEU, DO) et les éléments du réseau d'assainissement.

Concernant les émissions (ordre de grandeur des flux, substances) des émetteurs essentiels, on peut s'appuyer sur des données mesurées sur le territoire ou sur des données externes (bases de données, bibliographie).

Prioriser les zones d'émissions

Une sectorisation de ces émissions doit permettre d'identifier les zones les plus contributrices en micropolluants. Les secteurs doivent être en adéquation avec la configuration et le fonctionnement du réseau d'assainissement, donc assimilables à des bassins versants d'assainissement. La priorisation peut s'effectuer suivant plusieurs critères en fonction de l'objectif précis recherché : diversité de micropolluants, niveaux d'émission potentiels, diversité d'émetteurs, etc.

Il faut également croiser les résultats de cette priorisation avec la connaissance du territoire (par exemple, la localisation des zones industrielles ou artisanales) pour valider la cohérence et la pertinence des zones priorisées.

Mener des campagnes de mesures par sectorisation de plus en plus précise

L'approche cartographique est un moyen d'identifier les secteurs potentiellement les plus problématiques en termes d'émissions de micropolluants. Pour valider l'approche cartographique et approfondir les résultats, des campagnes de mesures peuvent être réalisées. La démarche proposée consiste à réaliser le diagnostic d'une zone en plusieurs niveaux : un 1^{er} niveau sur des points correspondants au réseau principal de la zone (tronçons les plus gros, en aval de la zone), un 2^{ème} niveau sur une sous-zone identifiée comme la plus émettrice avec les résultats du 1^{er} niveau et enfin un 3^{ème} niveau pour être au plus près des émetteurs potentiels les plus importants dans cette sous-zone. Le nombre de points de prélèvement à chaque étape dépend évidemment de la configuration du réseau.

Rechercher les micropolluants avec des outils innovants

La logistique prévue pour les campagnes de recherche en micropolluants, avec des préleveurs dits classiques (c'est-à-dire préleveurs automatiques asservis au débit sur une période de 24 heures), s'avère lourde et chère pour garantir des données précises et fiables. Lorsque le réseau est étendu, il est pertinent d'utiliser des outils de recherche plus simples en première approche (secteurs du réseau déterminés *a priori* par la connaissance de sa configuration) permettant de limiter par la suite le nombre de campagnes de mesures mettant en œuvre des préleveurs classiques. Ces outils de recherche sont encore peu appliqués en réseau d'assainissement. Certains sont en revanche bien connus et mis en œuvre sur des matrices plus simples comme les eaux de rivière ou eaux marines.

Dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra, la mise en œuvre opérationnelle de certains de ces outils a pu être testée. Il s'agit d'échantillonneurs intégratifs : les barreaux Stir Bar Sorptive Sampler (SBSE), les cartouches de Charbon Actif (CA) (déployés tous les deux grâce à un réceptacle adapté : le Continuous Flow Integrative Sampler (CFIS)) et les cellules Prebio.

IMPLICATIONS PRATIQUES

L'outil logiciel de diagnostic développé dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra donne des indications sur les secteurs géographiques d'émissions des micropolluants. Cependant, ces résultats doivent être validés par l'expertise terrain de la connaissance du territoire d'une part et par des mesures dans le réseau d'autre part. La démarche de sectorisation par niveaux permet d'éviter de réaliser un grand nombre de mesures avec le risque de n'en ressortir que peu d'éléments d'aide à la décision. Une méthodologie progressive, par niveaux, permet d'approfondir le diagnostic sur des secteurs priorisés au préalable et d'optimiser les moyens techniques et financiers. Cet étalement des campagnes de mesures implique aussi une organisation temporelle et une prévision de moyens sur un plus long terme.

Cette recherche progressive peut permettre d'identifier des gros émetteurs par zone. En revanche, pour les micropolluants provenant d'une grande diversité de sources émettrices, cette démarche peut s'avérer insuffisante.

La réalisation de campagne de mesures peut en outre constituer un moyen de légitimer les actions que la collectivité pourra demander ou imposer aux émetteurs identifiés comme principaux.

Les outils innovants de recherche de micropolluants présentent de nombreux avantages opérationnels, de sécurité et financiers. Néanmoins, les données qui en sont issues n'ont pas de valeurs réglementaires comme les prélèvements et analyses dites classiques, encadrés par des prescriptions de qualité très précises. Ces données sont cependant très utiles en première approche pour évaluer le niveau de présence de certains micropolluants. Une utilisation dans le cadre d'un premier niveau de sectorisation est donc tout à fait adaptée et pertinente.

LES LIVRABLES POUR EN SAVOIR PLUS

Les références aux livrables du projet LUMIEAU-Stra en rapport avec l'outil de diagnostic et des priorisation et l'utilisation des échantillonneurs innovants sont :

- ▶ Livrable 1.3.b *Logiciel d'aide à la hiérarchisation des zones d'action sur le territoire de l'Eurométropole de Strasbourg* ;
- ▶ Livrable 1.5.a *Diagnostic territorial pour la priorisation des actions de réduction de rejets en micropolluants : éléments méthodologiques* ;
- ▶ Livrable 1.4.b. *Synthèse du retour d'expérience de l'utilisation de l'outil logiciel pour la détermination de zones de mesures* ;
- ▶ Livrable 4.1.e : *Apports des échantillonneurs intégratifs pour la recherche de micropolluants en réseau d'assainissement*.

En complément, , 2 outils innovants concernant la recherche de micropolluants dans les eaux usées ont fait l'objet d'un développement dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra. Ces développements, non abordés dans le présent livrable, sont détaillés dans les livrables suivants :

- ▶ Livrable 1.4.d. *Développement et validation d'un outil de prélèvement simplifié pour la recherche de micropolluants dans les eaux usées* ;
- ▶ Livrable 1.4.d. *Développement et validation d'un outil biologique simplifié pour caractériser la toxicité d'eaux usées : l'InSiKit*.

Sommaire

1. Introduction	10
2. Priorisation des substances à rechercher en réseau d'assainissement	10
3. Outils de recherche de micropolluants dans le réseau d'assainissement.....	11
3.1. <i>Etat de l'art des outils de prélèvement</i>	12
3.1.1. Echantillonneurs intégratifs passifs	13
3.1.1.1. Les outils pour la recherche des micropolluants métalliques	14
3.1.1.2. Les outils pour la recherche des micropolluants organiques	15
3.1.2. Les instruments de mesure en ligne ou portables	19
3.1.3. Les capteurs et électrodes	19
3.1.4. Les kits de tests chimiques.....	19
3.1.5. Les Immuno-essais	20
3.1.6. Les préleveurs de Biofilm.....	20
3.1.6.1. La cellule Prebio	21
3.1.6.2. Le préleveur Octopus.....	21
3.2. <i>Etude de certains outils de prélèvement</i>	22
4. Méthodologie de définition de zones à partir de l'outil logiciel	24
4.1. <i>Outil de diagnostic conçu dans le cadre du projet LUMIEAU</i>	24
4.2. <i>Critères de priorisation des zones</i>	25
4.3. <i>Zones retenues dans le cadre du projet LUMIEAU</i>	30
5. Méthodologie des campagnes de mesures	30
5.1. <i>Une approche par niveaux de précision</i>	31
5.2. <i>Les contraintes opérationnelles à prendre en compte</i>	31
6. Bilan et définition d'une démarche efficiente de recherche de micropolluants dans le réseau d'assainissement.....	32
7. Sigles & Abréviations	33
8. Bibliographie	34
9. Table des illustrations	35
10. Annexe 1 : Liste des substances retenues pour la phase diagnostic du projet LUMIEAU-Stra	
36	

- **METHODOLOGIE DE CAMPAGNES DE MESURES POUR LA RECHERCHE EFFICIENTE DE MICROPOLLUANTS SUR UN RESEAU D'ASSAINISSEMENT**
- **LIVRABLE 1.4.A DU PROJET LUMIEAU-STRA**

1. Introduction

Le projet LUMIEAU-Stra (Lutte contre les micropolluants dans les eaux urbaines à Strasbourg) est l'un des 13 projets retenus dans le cadre de l'appel à projet du Ministère de la Transition Ecologique et Solidaire (MTES), de l'Agence Française pour la Biodiversité (AFB) et des Agences de l'Eau afin de répondre à la problématique de la lutte contre les micropolluants des eaux urbaines.

Ce projet s'appuie sur un consortium de 8 partenaires (bureau d'études, instituts de recherche, ...) piloté par l'Eurométropole de Strasbourg. Il a démarré en 2015 pour une durée de 4 ans et a pour périmètre d'action le territoire de l'Eurométropole de Strasbourg (EMS). Son objectif principal est d'identifier des actions de réductions efficaces des micropolluants dans les réseaux d'assainissement de l'EMS. Pour identifier ces actions, différentes méthodologies sont conçues et testées. Elles visent dans un premier temps à prioriser les actions à encourager et à les évaluer. La finalité est d'obtenir une boîte à outils de méthodes et de solutions qui pourra être déployée par les collectivités et/ou sur d'autres territoires.

La première étape du projet LUMIEAU-Stra est constituée d'un diagnostic à l'échelle du territoire de la collectivité. Ce diagnostic doit permettre de dégager des priorités concernant :

- Les substances à suivre et à réduire ;
- Les zones géographiques à prioriser ;
- Les émetteurs potentiels principaux.

Le diagnostic s'appuie sur des outils de hiérarchisation informatique (voir livrables du projet LUMIEAU-Stra 1.3.b *Logiciel d'aide à la hiérarchisation des zones d'action sur le territoire de l'Eurométropole de Strasbourg* et 1.5.a *Diagnostic territorial pour la priorisation des actions de réduction de rejets en micropolluants : éléments méthodologiques*) mais aussi sur des campagnes de mesures au niveau du système d'assainissement.

Ces éléments de diagnostic peuvent constituer une aide dans la constitution d'une approche de diagnostic amont au sens de la note technique du 12 août 2016¹ relative au programme RSDE STEU².

Le présent livrable décrit la démarche menée dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra, adaptée au territoire et aux connaissances préalables de l'Eurométropole de Strasbourg. Une première partie proposera une méthodologie de priorisation des substances à rechercher en réseau d'assainissement. Une seconde partie fera un bilan des outils opérationnels d'investigation de micropolluants dans les réseaux d'assainissement. Une troisième partie présentera la méthodologie de définition des zones où mener des campagnes de mesures. Une quatrième partie s'attachera à décrire la méthodologie de mise en œuvre opérationnelle de campagnes de mesures. Enfin, une synthèse, extrapolable à d'autres territoires, proposera des préconisations pour mettre en place une démarche d'investigation de micropolluants dans le réseau d'assainissement.

2. Priorisation des substances à rechercher en réseau d'assainissement

De manière générale, une liste de micropolluants doit être établie au préalable pour débiter un diagnostic sur un réseau d'assainissement, que l'objectif soit simplement d'évaluer les micropolluants présents ou de chercher à remonter vers les sources principales. Au vu des coûts importants engendrés par l'investigation des micropolluants (prélèvements et analyses), il est nécessaire de définir une liste de micropolluants à prioriser. Cette priorisation doit s'appuyer sur les enjeux locaux, les connaissances précédemment acquises et la réglementation. Il peut s'agir notamment de :

- Paramètres significatifs au niveau d'une STEU du territoire (issus du programme RSDE STEU, note technique du 12 août 2016) ;

¹ <http://circulaire.legifrance.gouv.fr/index.php?action=afficherCirculaire&hit=1&r=41230>

² RSDE STEU : Programme de recherche de substances dangereuses dans les eaux – volet station de traitement des eaux usées

- ▶ Substances identifiées dans les boues de STEU (pouvant impacter la filière de valorisation des boues);
- ▶ Substances identifiées dans les milieux récepteurs (en aval de STEU ou de DO) ;
- ▶ Pollutions identifiées dans les eaux souterraines, les eaux de surfaces ou les sols ;
- ▶ Substances présentant un risque pour les agents travaillant dans le réseau d'assainissement (égoutiers, agents de la STEU) ;
- ▶ Substances « exemples » auprès d'un potentiel émetteur pour faciliter le changement de pratiques (ex : composés pharmaceutiques pour le grand public) ;
- ▶ Anticipation des évolutions de listes à suivre réglementairement.

Cette liste priorisée doit être mise à jour régulièrement afin d'intégrer les nouvelles connaissances et les évolutions de listes réglementaires.

La méthodologie de priorisation dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra est présentée de manière détaillée dans le livrable 1.5.a. *Diagnostic territorial pour la priorisation des actions de réduction des rejets en micropolluants : éléments méthodologiques*. Elle a pour but de croiser plusieurs sources de données, pour identifier les micropolluants potentiellement présents (quantifiés) et problématiques dans les eaux usées. Les sources de données concernent une échelle nationale ou régionale. Deux univers de données ont été étudiés et classés par classe de priorisation, au regard de l'expertise INERIS :

- ▶ Les substances de l'univers RSDE. Ont été recherchées les substances avec une fréquence de quantification >1% dans les ressources documentaires suivantes :
 - RSDE-STEUE, RSDE-ICPE, programme de surveillance 2010-2013 (Gouzy, 2014) à l'échelle bassin Rhin Meuse) ;
 - RSDE-STEUE, RSDE-ICPE (échelle nationale) ;
 - Etude DCE Artisanat (Fischer, 2014) ;
- ▶ Les substances hors de l'univers RSDE, parmi une liste de 728 substances émergentes qui ont dans un passé récent fait l'objet d'investigations de l'INERIS pour définir le degré d'opportunité qu'il faudrait accorder à leur surveillance (Botta et Dulio, 2014)

A l'issue de cette priorisation, une liste de 131 substances et paramètres a été retenue pour la phase diagnostic du projet LUMIEAU-Stra (Annexe 1).

3. Outils de recherche de micropolluants dans le réseau d'assainissement

La recherche des micropolluants dans le réseau d'assainissement implique la mise en œuvre de campagnes de prélèvement avec des outils et des méthodes adaptés d'une part aux problématiques d'un réseau d'assainissement (configuration, encombrements, colmatage par des macrodéchets, variations de débits) et d'autre part à la recherche de micropolluants (volumes nécessaires pour les analyses, précautions d'échantillonnage pour éviter les contaminations, représentativité des échantillons prélevés). Pour répondre à ces exigences, le guide AQUAREF (Eymery, 2011) préconise les bonnes pratiques d'échantillonnage en vue de la recherche de micropolluants.

Les outils y répondant sont des préleveurs automatiques réfrigérés, ayant la capacité à constituer un échantillon pondéré en fonction du débit ou à défaut du temps sur toute la période considérée (24h en général). La température de l'enceinte du préleveur doit être de 5 ± 3 °C durant toute la campagne de prélèvement et les matériaux constituant le préleveur inerte vis-à-vis des substances à rechercher.

Cependant, l'utilisation de tels préleveurs au sein du réseau d'assainissement représente certaines contraintes :

- ▶ Besoins en alimentation électrique ;
- ▶ Encombrement et difficultés de manutention (notamment si besoin de l'installer dans le réseau d'assainissement) ;
- ▶ Risque de colmatage de la crépine d'aspiration ;
- ▶ Coût d'achat ou de location du matériel ;
- ▶ Conditionnement des échantillons sur le terrain (homogénéisation et distribution dans les flacons) ;
- ▶ Volume et lourdeur des échantillons à envoyer aux laboratoires en enceintes réfrigérées ;

- Formation spécifique des agents préleveurs.








Outre ces préleveurs classiques, d'autres outils se développent actuellement permettant de lever, en partie, les contraintes citées tout en permettant d'aboutir à des informations fiables et utilisables quant à la présence ou l'absence de micropolluants dans le réseau d'assainissement.

3.1. Etat de l'art des outils de prélèvement

D'une manière générale, un inventaire des outils commercialement disponibles permettant la recherche des micropolluants doit être établi au préalable au regard des substances à rechercher. Cet inventaire doit prendre en considération les points suivants :

- L'objectif visé par la mesure (exigence réglementaire, protection de la ressource, etc.) ;
- Le ou les paramètres (ou substances) ciblés ;
- L'application pour laquelle le mesurage est destiné (réseau d'assainissement, entrée ou sortie d'usine, etc.), la description du point de mesure ainsi que les conditions d'environnement ;
- La gamme de mesure (valeur maximale, minimale et valeur moyenne courante) ;
- Les caractéristiques de l'eau à mesurer (teneur en MES, pH, température, couleur, caractère d'agressivité, caractère encrassant et les incompatibilités de l'eau afin de mesurer certains paramètres ou certaines substances) ;
- Les caractéristiques principales que doit présenter la mesure (temps de réponse, justesse, etc.) ;
- La qualification et la disponibilité du personnel d'exploitation ;
- Le coût ;
- La mise en place du matériel et sa maintenance ;
- etc.

Pour aider les opérateurs, une note spécifique à la sélection des outils de prélèvement a été élaborée par Aquaref (Guigues, 2013). Sur cette base, un inventaire des outils de prélèvement/dispositifs commercialement disponibles pour la recherche des micropolluants métalliques et organiques a été réalisé en se focalisant sur les différentes techniques de mesure et/ou prélèvement possible :

<ul style="list-style-type: none"> • Échantillonneurs intégratifs passifs 	 POCIS	 DGT
<ul style="list-style-type: none"> • Instruments en ligne ou portables basés sur des techniques de laboratoire 	 Tethys - UV 400	 Pastel UV (SECOMAM)
<ul style="list-style-type: none"> • Capteurs, électrodes 	 OTT Hydrolab DS5	
<ul style="list-style-type: none"> • Kits de tests chimiques 	 Système CHEMets avec disque comparateur de couleur	
<ul style="list-style-type: none"> • Immuno essais 	 Kit ELISA de chez Abraxis	

- Biofilm



Cellule Prebio

L'ensemble des informations a été collecté via des salons professionnels (Pollutec, Analyse Industrielle, etc), des revues spécialisées (Hydroplus, L'eau, l'industrie et les nuisances et International Environmental), les travaux Aquaref et la documentation disponible sur les sites web des fabricants et distributeurs (Gantois, 2016 ; Gantois, 2017 ; Lepot, 2013 ; Lardy-Fontan, 2014).

Parmi cet état de l'art, seuls les outils présentant les critères de sélection suivants ont été retenus :

- Recherche de plusieurs substances ou famille de substances organiques et métaux ;
- Outil autonome (c'est-à-dire sans nécessité d'avoir un accès à l'électricité) ;
- Simple d'utilisation par les opérateurs.

3.1.1. Echantillonneurs intégratifs passifs

Les échantillonneurs intégratifs passifs (EIP) sont généralement des outils de petite dimension, qui permettent d'obtenir une concentration en substance « intégrée » dans le temps, c'est-à-dire moyennée sur la durée d'exposition. Ils sont exposés dans le milieu à échantillonner de quelques jours à quelques mois puis analysés en laboratoire. L'échantillonnage se fait par diffusion sans apport d'énergie (Figure 1)

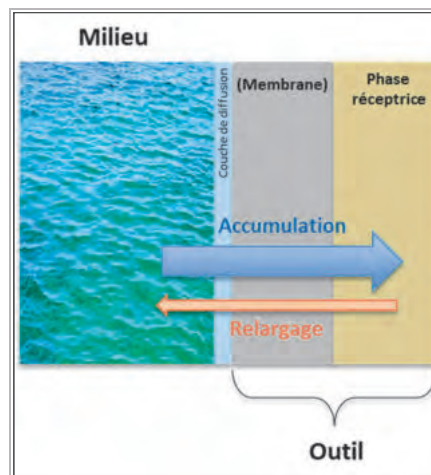


Figure 1 : Phénomène d'accumulation/relargage entre le milieu et le sorbant.

L'échantillonnage intégratif passif repose sur un processus d'extraction par diffusion passive des substances d'intérêts vers une phase réceptrice (sorbant). La quantité de composé sorbée sur la phase réceptrice dépend du temps d'exposition et suit l'évolution temporelle présentée en Figure 2 :

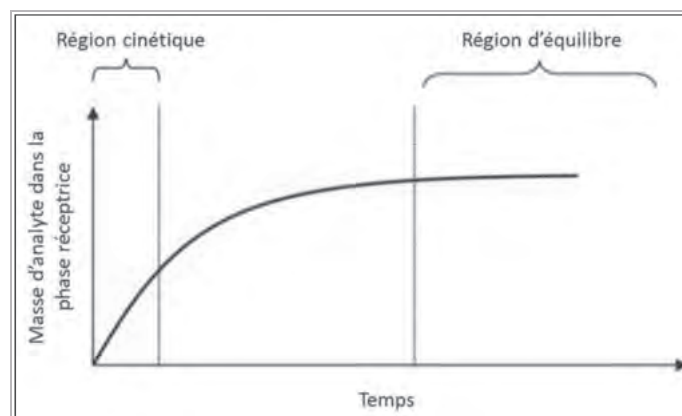


Figure 2 : Evolution de la masse d'analyte dans la phase réceptrice en fonction du temps d'exposition

Ainsi, à partir des données issues de l'analyse des EIP (masse de composé par EIP), il est possible de calculer la concentration du composé présente dans la fraction soluble d'un échantillon intégrée sur la période d'exposition (cf *Livrable 1.4 e Apports des échantillonneurs intégratifs innovants pour la recherche de micropolluants en réseau d'assainissement*).

De nombreux échantillonneurs intégratifs passifs sont disponibles. Toutefois, ces outils ont été très peu déployés dans les milieux complexes tels que les eaux résiduaires (eaux d'entrée de station d'épuration, eaux de réseau d'assainissement). Selon les substances visées, les échantillonneurs intégratifs passifs seront différents. Ils sont généralement déployés pendant environ 1 à 3 semaines et de ce fait, prennent mieux en compte la variabilité temporelle que les autres techniques d'échantillonnage à court terme comme l'échantillonnage ponctuel ou l'échantillonnage moyenné sur 24 h (asservi au temps ou au volume).

Un focus est présenté sur les principaux dispositifs.

3.1.1.1. Les outils pour la recherche des micropolluants métalliques

L'échantillonneur passif Diffusive Gradients in Thin films (DGT®) (Figure 3) est disponible commercialement. En fonction de la phase réceptrice sélectionnée, le DGT® permet d'échantillonner des métaux dissous labiles (Ag, Al, Se, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Zn).



Figure 3 : DGT®

Le dispositif est composé d'une résine fixante (par exemple Chelex), d'un gel de diffusion, d'une membrane en polycarbonate (PC) qui limite le biofilm et d'une membrane en polyéthersulfone (PES) qui protège le gel. Le tout est installé sur un support en plastique (Figure 4).

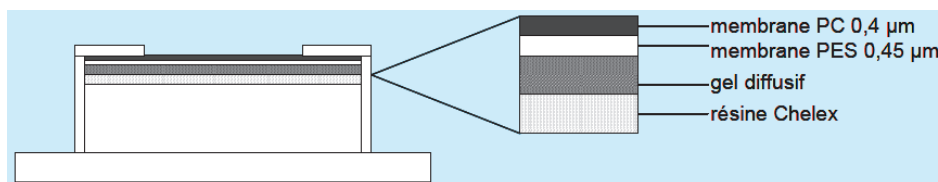


Figure 4 : Schéma d'un dispositif DGT (Source : AQUAREF)

Les cations métalliques migrent à travers le gel de diffusion et se fixent de façon irréversible sur la résine fixante (Figure 5). L'accumulation est linéaire au cours du déploiement.

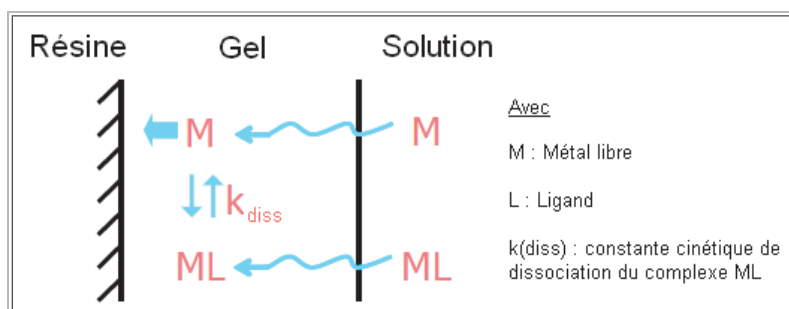


Figure 5 : Principe de diffusion des métaux à travers le gel (Source : AQUAREF)

Durant le déploiement, les DGT sont fixés sur un support exempt de métal pour éviter toute contamination puis placés dans une cage plastifiée (Figure 6). La durée optimale de déploiement des DGT est de 1 à 3 semaines.

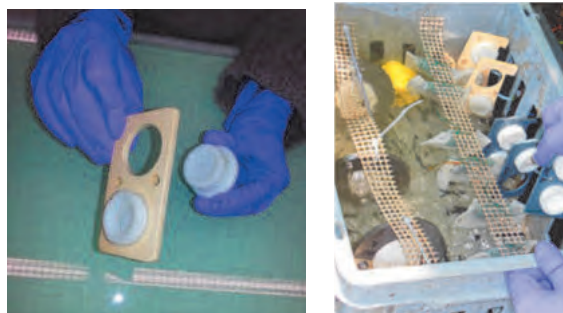


Figure 6 : DGT sur 1 support et insertion d'une 2ème DGT sur le support (gauche) et fixation des supports avec DGT dans une cagette (droite) (Source : Irstea)

Les coefficients de diffusion pouvant varier avec la température de l'eau, celle-ci doit donc être contrôlée. En pratique, il est recommandé d'effectuer des blancs pour ce type de dispositif (la qualité du gel et des membranes pouvant se révéler variables entre deux dispositifs). La principale incertitude sur la mesure DGT est liée à la couche limite d'eau au voisinage de la résine. De façon à éviter la formation de cette couche au voisinage du gel, il est recommandé de mettre les dispositifs dans un milieu bien agité.

Une norme sur le sujet est en cours de publication (Ghestem, 2014).

3.1.1.2. Les outils pour la recherche des micropolluants organiques

Selon les propriétés intrinsèques des substances organiques à rechercher, les outils à déployer seront différents (Figure 7).

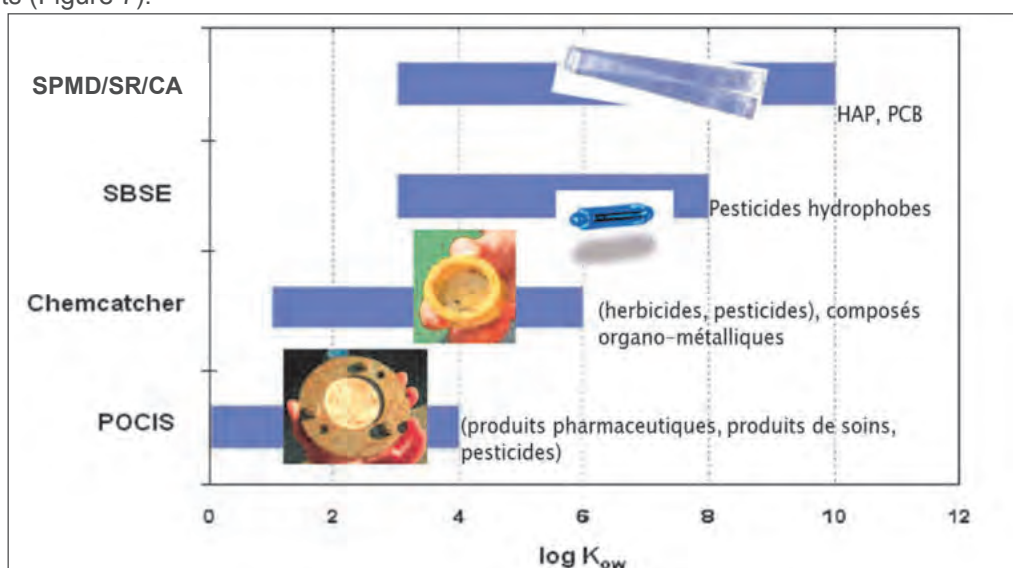


Figure 7 : Type d'outil en fonction du log Kow, solubilité différentielle de composés chimiques dans deux solvants (coefficient de partage octanol/eau), des substances à rechercher

3.1.1.2.1. Polar organic chemical integrative sampler (POCIS)

L'échantillonneur passif POCIS a été conçu afin d'échantillonner les composés organiques hydrophiles ou légèrement hydrophobes ($\log(K_{ow})$ de 0 à 4, Figure 8). Plusieurs dispositifs sont disponibles commercialement (« Pharm », « Pest », « Glyphosate »). Le choix des dispositifs dépend de la famille de substances à rechercher. La phase réceptrice est un adsorbant situé entre deux phases de polyéthersulfone (PES) (Figure 8).

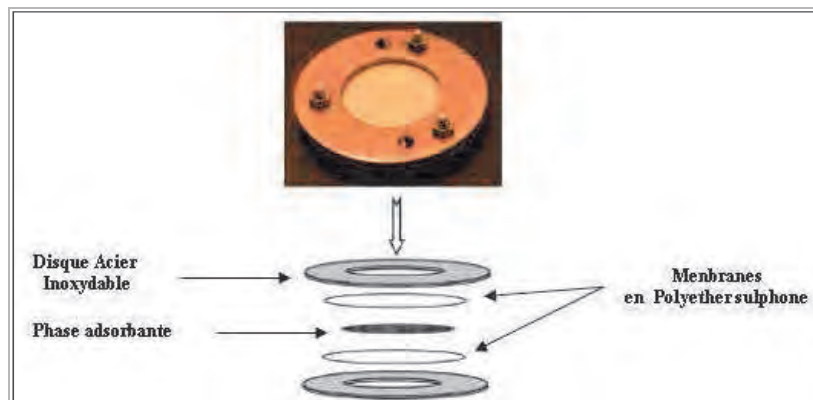


Figure 8 : Vue éclatée d'un POCIS (Source : Projet PEPS La Réunion, IFREMER, 2009)

L'accumulation s'effectue linéairement jusqu'au temps correspondant à la moitié de l'accumulation maximale dans la phase réceptrice (t_{50}). Un équilibre est ensuite atteint entre le milieu et l'échantillonneur. Lors du déploiement, les POCIS sont disposés avec une cage de protection (dispositif grillagé en polyéthylène ou inox, **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**) afin d'éviter le percement ou la perte de la phase adsorbante dans le milieu.

Le suivi de la température ainsi que de la vitesse du courant s'effectue en dehors et dans le système grillagé. En effet le taux d'échantillonnage est influencé par ces paramètres. L'utilisation d'étalons interne (PRC) permet de corriger cette influence lors de la calibration. De plus, le taux d'échantillonnage ainsi que la constante d'élimination sont également à déterminer pour chaque composé.

La durée optimale de déploiement des POCIS est de 1 à 3 semaines.



Figure 9 : POCIS disposés dans un dispositif grillagé (Source : <http://www.est-lab.com>)

3.1.1.2.2. Semi permeable membrane device (SPMD) ou Silicone Rubber (SR)

Les SPMD ou SR sont des dispositifs d'échantillonnage intégratifs utilisés pour concentrer un grand nombre de produits chimiques organiques hydrophobes. Théoriquement, ils peuvent échantillonner n'importe quelle substance organique non-ionique présentant un $\log K_{ow} > 0$. Cependant, il s'avère que la SPMD ou SR est compatible avec des substances chimiques dont le $\log K_{ow}$ est supérieur à 3.

Le principe d'accumulation est la diffusion passive des composés à travers les membranes non poreuses en polyéthylène basse densité biphasique (SPMD) ou monophasique (SR) avant qu'ils ne soient piégés dans la trioléine. Ainsi, la capacité des SPMD ou SR à concentrer des contaminants organiques est un avantage considérable. La durée optimale de déploiement est d'environ 2 à 3 semaines.

Les SPMD se présentent sous la forme de produits standardisés et disponibles commercialement, tandis que les SR ne sont pas encore commercialement disponibles mais sont les plus utilisés par les équipes de recherche. Le schéma de la Figure 10 en présente une illustration.

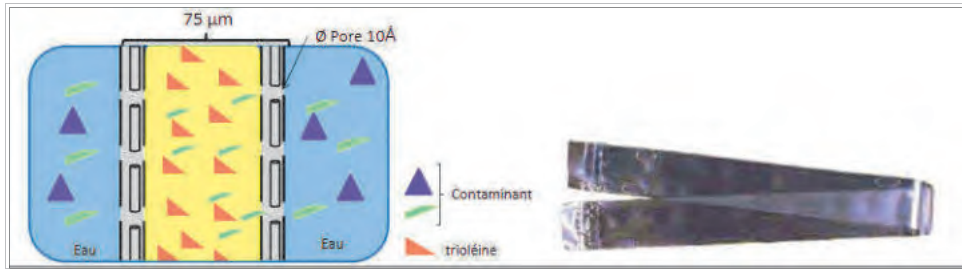


Figure 10 : figure schématique d'une SPMD (d'après USGS)

Cet échantillonneur passif SPMD a fait l'objet de plusieurs études sur des eaux usées (Stuer-Lauridsen, 2000 ; Wang, 2001 ; Gourlay, 2008) et une méthode validée sur les eaux usées a été réalisée par AQUAREF (Aquaref, 2012).

Les conditions environnementales (température, présence de biofilm, etc.) jouent un rôle important sur l'accumulation. Il est donc indispensable d'avoir une calibration in situ avec l'utilisation de composés de référence et de performance (ou PRC).

Durant le déploiement, les SPMD sont placées dans une cage métallique (Figure 11) afin de les protéger d'éventuelles agressions extérieures et de les préserver de la lumière pour éviter tout photo-dégradation des contaminants accumulés.

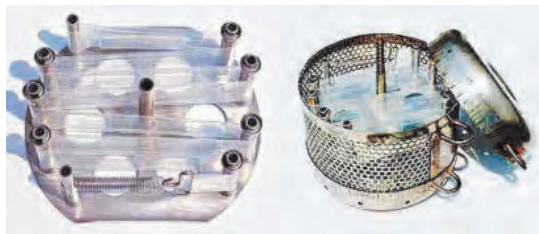


Figure 11 : Echantillonneurs passifs SPMD (source : <http://www.est-lab.com>)

Des points sensibles sont à prendre en compte avec l'utilisation de la SPMD. Le traitement de l'échantillon est long et complexe. Il est également nécessaire d'obtenir divers paramètres (comme le taux d'échantillonnage ou la constante d'élimination) de chaque substance à surveiller.

Ces dispositifs sont de plus sensibles au biofouling. Dans le cas d'une utilisation pour des effluents industriels, l'encrassement de l'échantillonneur devient dès lors un paramètre encore plus critique qu'il convient de surveiller continuellement.

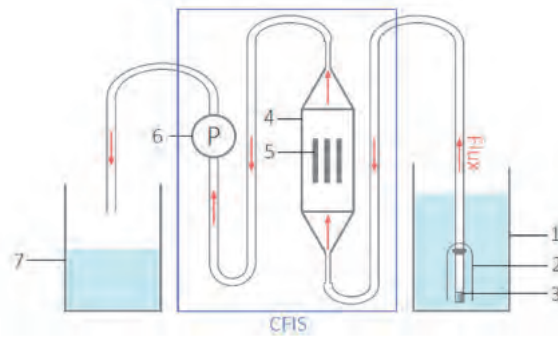
3.1.1.2.3. Barreau Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) et Cartouche de Charbon Actif (CA) couplés à Continuous Flow Integrative Sampler (CFIS)

Le déploiement des supports Barreau Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) et Cartouche de Charbon Actif (CA) directement dans le milieu est difficilement envisageable (support fragile, très léger, de très petite dimension). Aucun modèle de cage pour leur déploiement dans le milieu comme pour les autres supports présentés (DGT, POCIS, SPMD) n'existe. Néanmoins ces supports peuvent être couplés à un échantillonneur nommé le Continuous Flow Integrative Sampler (CFIS). Le CFIS est un échantillonneur intégratif à flux continu. Il est équipé d'une pompe permettant de prélever de l'eau à un débit constant. Une crépine est disposée en amont du prélèvement afin d'éliminer la fraction grossière des matières en suspension (maillage de 0,45 mm). Cette eau, grossièrement filtrée, est envoyée vers une cellule en acier inoxydable contenant des adsorbants (Figure 12).

Le CFIS est alimenté par une batterie lui laissant une autonomie annoncée de 7 à 21 jours. Sa hauteur maximale d'aspiration est de 2m. Son déploiement nécessite que la crépine soit immergée tout au long du prélèvement. De plus, ce dispositif est équipé d'une sonde de température et d'une carte mémoire enregistrant les données relatives au prélèvement. Ainsi, le débit d'eau en contact avec les sorbants étant contrôlé, en mesurant en continu la température et en connaissant la durée exacte du prélèvement, il devient possible d'estimer la concentration de substances dans le milieu moyennée sur 4 jours (durée de déploiement).



©INERIS



©INERIS

Figure 12 : Photo d'un CFIS (à gauche), du système interne (au milieu) et schéma de son fonctionnement (à droite)

NB : Schéma de fonctionnement du CFIS : (1) eau prélevée, (2) cloche protégeant la crépine, (3) crépine, (4) cellule en acier, (5) sorbants, (6) pompe péristaltique, (7) eau en sortie du CFIS

Une présentation détaillée du fonctionnement du CFIS est décrite dans le livrable *1.4.f Protocole d'utilisation du CFIS* du projet LUMIEAU-Stra.

Le CFIS peut accueillir 2 types de sorbants : barreau Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) et Cartouche charbon actif (CA).

Le barreau Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) est un barreau aimanté recouvert d'une couche d'absorbant permettant de procéder à une extraction sur phase solide de micropolluants présents dans la fraction dissoute d'échantillons aqueux. Les substances extraites par cette technique dépendent de la nature de la phase absorbante. Il en existe plusieurs types dont le polydiméthylsiloxane (PDMS) qui est la phase la plus utilisée et maîtrisée. Des études montrent que la couche d'adsorbant (PDMS) est adaptée pour l'extraction de substances dont le $\log K_{ow}$ est supérieur à 3.



©INERIS

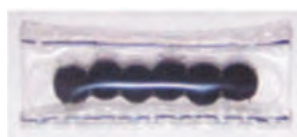
Figure 13 : Photo d'un barreau SBSE (source : INERIS)

Après déploiement du CFIS/SBSE, les substances accumulées sur le barreau SBSE peuvent être :

- Soit extraits par extraction liquide pour être analysés (par chromatographie) ;
- Soit thermodésorbés en ligne avec l'analyse par chromatographie gazeuse, technique permettant une meilleure sensibilité.

Les cartouches de charbon actif (Figure 14) sont constituées de billes d'un mélange de charbon actif en poudre et d'alginate enveloppées d'une membrane de LDPE (Low Density PolyEthylene : Polyéthylène à basse densité). La capacité d'adsorption du charbon actif étant très importante, cette membrane permet :

- de sélectionner les composés organiques qui s'adsorbent sur le charbon actif afin d'éviter des phénomènes de compétition, voire de saturation ;
- de ralentir la cinétique d'adsorption des composés organiques, afin d'allonger leur période d'accumulation linéaire (région cinétique) ;
- d'éviter la dégradation des billes lors de l'échantillonnage.



©INERIS

Figure 14 : Photo d'une cartouche de charbons actifs (source : INERIS)

La présence de cette membrane de LDPE ne permet la diffusion que des composés hydrophobes ($\log K_{ow}$ compris entre 3 et 10) dissous dans l'eau vers le charbon actif.

Pour de plus amples informations sur ces deux supports (SBSE et CA), se référer au livrable du projet LUMIEAU-Stra 1.4.e *Apports des échantillonneurs intégratifs innovants pour la recherche de micropolluants en réseau d'assainissement*.

3.1.2. Les instruments de mesure en ligne ou portables

Un autre type d'outils pourrait être déployé dans le réseau d'assainissement pour la recherche des substances métalliques et organiques. Il s'agit d'instruments de mesure en ligne. Toutefois, ces instruments nécessitent généralement une maintenance régulière et un apport en énergie.

Peu d'outils permettent l'analyse en ligne de plusieurs substances ou famille de micropolluants. La majorité des outils développés permet la mesure des nutriments ou des paramètres indiciaires (carbone organique total, indice phénol...). Quelques instruments de mesure en ligne ont été développés en vue de la recherche des métaux et les hydrocarbures (Gantois, 2016).

Le principe de mesure des analyseurs en ligne pour les micropolluants organiques tels que les hydrocarbures, est basé sur une étape d'extraction suivie d'une détection optique. Tandis que les principes de mesure des analyseurs en ligne pour la détermination des métaux sont variés : la colorimétrie, la titrimétrie, la potentiométrie (avec électrodes sélectives) et la voltampérométrie. Les trois premières techniques sont adaptées à des teneurs de l'ordre du mg/L alors que la voltampérométrie permet de mesurer des concentrations de l'ordre du µg/L. Par ailleurs la voltampérométrie présente l'avantage d'être une technique multi élémentaire, par comparaison aux autres méthodes qui ne permettent d'analyser qu'un seul métal à la fois.

3.1.3. Les capteurs et électrodes

Un capteur est un dispositif électronique qui détecte un état physique ou un composé chimique et qui délivre un signal électronique proportionnel à la caractéristique observée. Les capteurs pouvant être déployés sur le terrain et disponibles dans le commerce sont des sondes immergeables vendues, soit seules soit avec un boîtier transmetteur (poste fixe) pouvant accueillir une ou plusieurs sondes.

Les 2 principaux types de mesure pour les substances sont :

- la mesure à une ou plusieurs longueurs d'onde prédéterminées (notamment pour compenser la turbidité ou les matières organiques) ;
- la mesure sur l'ensemble du spectre UV-visible. Une déconvolution du signal ou un modèle de régression multilinéaire permet ensuite de déterminer les concentrations des différentes espèces après étalonnage avec des échantillons analysés au laboratoire.

L'intérêt de mesurer la totalité du spectre UV-visible est que l'utilisateur peut avoir une information quantitative par l'estimation de la concentration des paramètres surveillés en fonction de l'étalonnage réalisé. Ceci suppose que le modèle d'étalonnage intègre l'ensemble des paramètres susceptibles d'absorber dans l'UV-visible. Par ailleurs, l'utilisateur peut aussi avoir une information qualitative, car le spectre est comparé au modèle numérique interne et chaque résultat peut être alors validé par un écart de restitution ce qui permet de détecter l'apparition d'anomalies ou de substances indésirables.

Concernant les micropolluants, l'inventaire a mis en évidence l'existence de quelques sondes in situ pour les HAP et les hydrocarbures ainsi que les métaux (Gantois, 2016) mais les applications concernent essentiellement les eaux marines et les eaux douces. Dans le cas des métaux (Cu, Cd, Pb, Zn, Mn, Fe), les sondes inventoriées sont des sondes dont le principe de mesure est la voltampérométrie anodique cyclique à impulsions carrées surimposées ou voltampérométrie anodique et cathodique. En ce qui concerne les HAP et les hydrocarbures, il existe quelques fabricants de sondes in situ. Ces sondes fonctionnent selon l'un des principes décrits ci-dessus.

3.1.4. Les kits de tests chimiques

Un autre type d'outils pourrait être utilisé dans le réseau d'assainissement pour la recherche des substances métalliques et organiques. Il s'agit des kits de tests chimiques. Ces outils permettent de faire une cartographie à un instant donné sur le réseau étudié et d'identifier les sources de contamination ou de pollution. Ils nécessitent la présence d'opérateurs sur le terrain réalisant les opérations de prélèvement ponctuels et les analyses sur kits.

De nombreux kits basés sur des phénomènes physico-chimiques sont commercialisés (Gantois, 2017). La majorité d'entre eux repose sur une réaction spécifique en présence d'un indicateur coloré ou au cours de laquelle l'analyte est transformé en un composé coloré, suivi de sa détection par mesure colorimétrique ou spectrophotométrique. En attribuant une valeur à une couleur associée à une échelle de référence, la concentration correspondante de l'analyse peut être lue au moyen d'un comparateur de couleur sous forme de carte ou de disque ou au moyen d'un instrument photométrique.

Ces kits s'adressent essentiellement à la mesure des nutriments (nitrates, ammonium, ...). Toutefois, quelques kits ont été inventoriés pour la mesure des métaux (zinc, aluminium, brome, cadmium, cuivre, fer, nickel) (Gantois, 2017).

3.1.5. Les Immuno-essais

D'autres outils basés sur la détection des effets biologiques tels que la toxicité, la génotoxicité, ou l'oestrogénicité, qui sont différentes expressions de la toxicité ou encore d'évaluer des paramètres globaux peuvent également fournir une information sur la caractérisation des eaux du réseau d'assainissement. Ces outils permettent de faire une cartographie à un instant donné sur le réseau étudié et d'identifier les sources de contamination ou de pollution. Ils nécessitent la présence d'opérateurs sur le terrain réalisant les opérations de prélèvement ponctuels et les analyses sur kits.

Les kits basés sur le test ELISA (acronyme d'Enzyme Linked ImmunoSorbent Assay) sont nombreux, faciles d'utilisation et utilisables sur le terrain. Ils permettent l'analyse de nombreuses substances (toxines, protéines, molécules organiques...) dont certains micropolluants organiques (Togola, 2009). Le principe de la mesure repose sur la reconnaissance structurale de la molécule cible.

Les kits prennent la forme soit de plaques de culture au format de 96 puits sur lesquelles le complexe molécule pesticides / enzyme est greffé ou soit de tubes dans lesquels le complexe molécule pesticides /enzyme est greffé sur des particules magnétiques mises en suspension.

Certains kits très élaborés vont permettre de sélectionner des composés de structure très proche (exemple kits atrazine qui réagit essentiellement pour l'atrazine et ses métabolites), d'autres sont beaucoup plus globaux (kit « perturbateurs endocriniens », kit HAP, kit PCBs...). Pour ces kits plus « globaux », tous les analogues structuraux de l'œstradiol, (avec plus ou moins de sélectivité) peuvent répondre positivement : les œstrogènes, mais aussi les alkylphénols, les xéno-œstrogènes, certains phtalates, HAPs ou autres substances de structure proches.

Les limites de quantification, qui étaient jusqu'ici un des obstacles majeurs à l'utilisation des mesures ELISA ont baissé au fur et à mesure, cela étant plus lié à l'augmentation de la demande qu'à l'existence de réels verrous technologiques. Ces avancées permettent désormais d'envisager l'utilisation de ces kits pour des applications environnementales plus larges : programme de surveillance réglementaire, localisation de sources de pollutions...

3.1.6. Les préleveurs de Biofilm

Le biofilm est une communauté de micro-organismes composé d'agrégats de bactéries, de substances polymériques extracellulaires (biopolymères produit par les bactéries), d'algues et de champignons qui se développent sur un support. Son processus de formation composé de plusieurs étapes est schématisé en Figure 15. Le développement du biofilm est influencé par les conditions météorologiques, hydrologiques, physico-chimique (tel que le pH) et l'apport de polluants dans le milieu.

Peu d'études existent sur la cinétique d'accumulation des polluants par le biofilm. Néanmoins, l'état de l'art révèle que plus le temps de contact entre le biofilm et les polluants est long, et plus l'accumulation de polluants dans le biofilm sera importante (cf. livrable 1.4 e *Apports des échantillonneurs intégratifs innovants pour la recherche de micropolluants en réseau d'assainissement*).

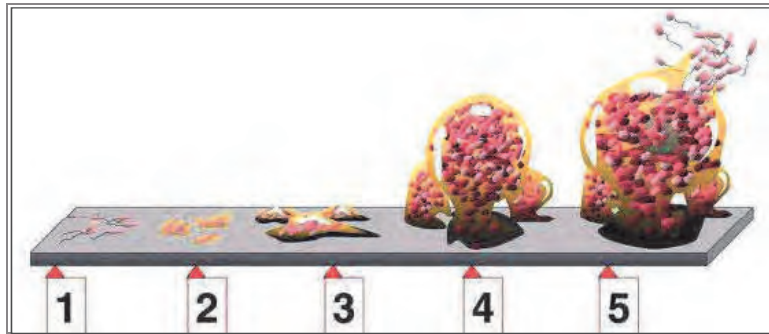


Figure 15 : Etapes de formation du biofilm sur un support

NB : (1) Phase de fixation des cellules sur le support ; (2) Production de substances polymériques extracellulaires permettant une adhésion plus forte des cellules sur le support ; (3) Début de la croissance et évolution de l'architecture du biofilm avec le développement des micro-colonies primaires ; (4) Maturation du biofilm avec le développement des colonies de biofilm ; (5) Dispersion de colonies de biofilm en réponse aux conditions hydrodynamiques.

Deux préleveurs ont été développés afin de permettre le développement d'une quantité suffisante de biofilm et aux polluants métalliques et/ou organiques de s'accumuler. Ces outils sont immergés directement dans le réseau d'assainissement et ne nécessitent aucune source d'alimentation électrique pour fonctionner.

3.1.6.1. La cellule Prebio

La cellule Prebio (Figure 16) est constituée d'un tube cylindrique maillé en plastique (longueur environ 70 cm et diamètre environ 3 cm) dans lequel est inséré une mousse. Cette cellule est placée dans le réseau d'assainissement afin de permettre le développement d'une quantité suffisante de biofilm et aux polluants métalliques et organiques de s'accumuler (livrable 1.4.e *Apports des échantillonneurs intégratifs innovants pour la recherche de micropolluants en réseau d'assainissement*).



Figure 16 : Photo de cellules Prebio (source : IRH Antea group)

La durée de déploiement est d'au moins 3 semaines. Cette durée dépend de la nature de l'eau échantillonnée (eau plus ou moins chargée, conditions hydrologiques et physicochimiques) favorisant plus ou moins le développement du biofilm. Elle doit ainsi être adaptée selon les situations (présence d'eaux claires parasites, grosses pluies, ...).

Le biofilm et /ou le dépôt est traité et analysé pour mesurer la concentration des métaux et des micropolluants organiques visés.

3.1.6.2. Le préleveur Octopus

Basé sur le même principe que la cellule Prebio, le préleveur Octopus est un outil de prélèvement passif de 1,5 mètre de longueur présentant 8 tentacules en polymère. Il est placé dans le réseau d'assainissement pendant plusieurs semaines. Un biofilm et/ou dépôt se forme sur sa surface et permet de prélever les pollutions métalliques présentes dans le réseau. Le biofilm et /ou le dépôt est traité et analysé pour mesurer la concentration des métaux visés.



Figure 17 : Photo d'un préleveur Octopus (source Véolia)

3.2. Etude de certains outils de prélèvement

Dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra, nous avons sélectionné certains de ces outils pour évaluer leur mise en œuvre opérationnelle dans le réseau d'assainissement de l'Eurométropole de Strasbourg. La sélection des outils s'est basée sur les points suivants :

- mesure d'un large spectre de substances,
- *a minima* mesure semi-quantitative,
- rapport coût/efficacité,
- simplicité de déploiement,
- disponibilité commerciale.

Les outils déployés dans le réseau d'assainissement ont été :

- le Continuous Flow Integrative Sampler (CFIS) contenant :
 - des barreaux Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) ;
 - des cartouches de Charbon Actif (CA) ;
- la cellule Prebio.

Les familles de substances recherchées par ces outils sont présentées dans le Tableau 1. La liste détaillée des substances par famille est consultable dans le livrable 1.4 e *Apports des échantillonneurs intégratifs innovants pour la recherche de micropolluants en réseau d'assainissement*.

Tableau 1 : Liste des substances recherchées par les divers outils déployés et durée de déploiement

	CFIS - SBSE	CFIS - CA	Cellule PREBIO
Famille de substances recherchées dans le cadre du projet Lumieau - stra	Alkylphénols Chlorobenzènes HAP PCB Pesticides	BTEX Chlorobenzènes COHV HAP	Alkylphénols BTEX Chlorobenzènes Chlorophénols COHV HAP Métaux Organoétains PBDE PCB Pesticides Plastifiants Autres substances organiques (Méthanol et PFOS)
Durée de déploiement dans le réseau d'assainissement	4 jours	4 jours	30 jours

Plusieurs campagnes de prélèvement et de mesure ont été réalisées sur des zones de typologies différentes (zone industrielle, zone pavillonnaire, zone mixte etc...) du réseau d'assainissement de l'Eurométropole de Strasbourg et au niveau de canalisations ayant des spécificités variées (configuration, diamètre et accès à la matrice différents). Elles ont été l'occasion de déployer les outils de prélèvements innovants (déploiement durant 30 jours pour les cellules Prebio et durant 4 jours pour le dispositif CFIS équipé de barreaux SBSE et de cartouches CA) et de les évaluer dans ces différentes configurations.

L'organisation et le déroulement de ces campagnes sont détaillés dans le *livrable 4.1.e : Apports des échantillonneurs intégratifs pour la recherche de micropolluants en réseau d'assainissement*. Les conclusions opérationnelles de cette évaluation sont présentées le Tableau 2.

Tableau 2 : Avantages et limites de ces outils dans le cadre de leur déploiement dans un réseau d'assainissement

	CFIS (SBSE et CA)	Cellule Prebio
Avantages	<p>Calcul des concentrations des substances dans le milieu possible grâce à un prélèvement à débit constant et à l'enregistrement de la température ;</p> <p>Possibilité de placer différents types de sorbants au sein du CFIS :</p> <ul style="list-style-type: none"> ⇒ Modulation possible des substances recherchées au regard de l'affinité de ces dernières pour les sorbants sélectionnés ; ⇒ Grandes variétés de substances étudiées selon les sorbants choisis ; <p>Réduction du poids et de la taille des échantillons transportés par rapport au prélèvement classique (plusieurs litres d'eau contre quelques grammes correspondant aux poids des sorbants) ;</p> <p>Les sorbants sont réutilisables après conditionnement, le portoir des sorbants et les tubes du CFIS sont réutilisables après lavage ;</p> <p>Le CFIS est équipé d'une crépine qui filtre l'eau du milieu échantillonné et est indépendant des variations de débit</p> <ul style="list-style-type: none"> ⇒ Conditions favorables pour l'absorption des substances sur les sorbants. 	<p>Large gamme de substances recherchées ;</p> <p>Simple d'utilisation, demande peu d'entretien et peu de consommables, cellules réutilisables (si mousse changée) ;</p> <p>Si la configuration du point de prélèvement le permet, intervention non nécessaire d'opérateurs dans le réseau lors de l'installation et du retrait</p> <ul style="list-style-type: none"> ⇒ Intervention en zone H₂S possible sans équipement de protection spécifique ; ⇒ Pas de nécessité d'être plusieurs opérateurs ; <p>Pas d'électronique et fonctionne sans alimentation électrique</p> <ul style="list-style-type: none"> ⇒ Déploiement en zone ATEX possible.
Limites	<p>Dispositif trop miniaturisé</p> <ul style="list-style-type: none"> ⇒ Opérations de maintenance, d'installation et de retrait des sorbants rendues difficiles et peu pratiques pour l'opérateur ; <p>Fragilité du portoir des sorbants, de la carte électronique à nue, des barreaux SBSE ;</p> <p>Le CFIS est sensible aux faibles températures : durcissement des tuyaux, arrêt de la pompe ;</p> <p>Pas de moyen de contrôler le bon fonctionnement du CFIS au cours du déploiement ni au moment de la relève de l'outil ;</p> <p>Problématique milieu agressif : risque de corrosion du CFIS par le H₂S</p> <p>Les mailles de la crépine sont fines</p> <ul style="list-style-type: none"> ⇒ Risque de bouchage par les macrodéchets. 	<p>Technique semi-quantitative (masse de substances par masse de biofilm)</p> <p>Nécessite d'être en permanence immergée pour permettre le développement et la survie du biofilm</p> <p>Le temps de déploiement est à adapter en cas d'eaux claires parasites, de grosses pluies dans les réseaux unitaires (nécessite parfois d'être rallongé) ;</p> <p>Encrassement par accumulation de macrodéchets (lingettes)</p> <ul style="list-style-type: none"> ⇒ Perturbation de l'écoulement des eaux, montée en charge du réseau ; ⇒ Perte possible des cellules (décrochage à cause du poids) ; <p>Préférer une installation dans des collecteurs de gros diamètres.</p>

D'un point de vue opérationnel, le coût de la cellule Prebio (achat, déploiement et analyse des substances recherchées) est moindre par rapport au prélèvement moyen 24 heures. De plus, grâce à sa simplicité d'utilisation, la cellule Prebio a l'avantage de ne nécessiter aucune formation particulière pour son déploiement. Une sensibilisation (retour d'expérience) est toutefois utile pour assurer le bon déroulement du prélèvement (diamètre de réseau préférentiel, présence ou non de macrodéchets, technique d'accroche ...). En effet, bien que son installation soit simple, le choix du lieu de déploiement est très important pour assurer la récupération des cellules et du biofilm. Son immersion constante est primordiale pour le développement du biofilm. Il faut privilégier l'installation dans des collecteurs de diamètres suffisamment larges pour accueillir les cellules Prebio (supérieurs à 300-400 mm) afin d'éviter la montée en charge du réseau qui pourrait entraîner leur décrochage.

Le principe du dispositif CFIS (débit constant d'eau apportée vers les sorbants) est intéressant car il permet d'obtenir une information quantitative sur les substances recherchées pour un coût total inférieur à celui d'un prélèvement moyen 24 heures. Toutefois, une formation spécifique est nécessaire pour déployer et interpréter les résultats issus de ce dispositif. Comme pour le prélèvement moyen 24 heures, il faut éviter son déploiement dans les zones présentant beaucoup de macrodéchets.

Toutefois, aucun de ces deux outils innovants ne permet un rendu de résultats pour des mesures réglementaires. Néanmoins, leurs déploiements permettent la recherche de sources de substances dans le réseau d'assainissement à un coût du même ordre de grandeur voire plus faible que les méthodes conventionnelles.

4. Méthodologie de définition de zones à partir de l'outil logiciel

Les campagnes de mesures sur le réseau d'assainissement sont un moyen de rechercher les sources émettrices principales de micropolluants. Néanmoins, en fonction de la taille du réseau d'assainissement et de la précision de la recherche, le nombre de campagnes de mesures à mettre place devient important ainsi que le budget associé. En fonction de la complexité du réseau et de la répartition spatiale des émissions, il n'est pas toujours possible d'aboutir à des résultats clairs sur les émetteurs ou les branches les plus émettrices à partir de campagnes de recherche de micropolluants dans le réseau d'assainissement³. Il est ainsi nécessaire de déterminer une démarche de priorisation pour définir les lieux les plus pertinents pour mettre en œuvre des prélèvements. Pour cela, la connaissance du réseau d'assainissement et du territoire est un préalable qui se traduit en général par la création d'un outil cartographique SIG. Cette cartographie est d'ailleurs demandée dans le cadre des diagnostics amont de la note technique du 12 août 2016 concernant le programme RSDE STEU. A partir de cette cartographie, la réflexion pour déterminer les lieux de prélèvements doit s'appuyer sur les connaissances et les données de rejets déjà établies sur le territoire. Ces données sont, la plupart du temps, limitées. Dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra, un outil logiciel a été développé pour combler ce manque de données à l'échelle locale.

4.1. Outil de diagnostic conçu dans le cadre du projet LUMIEAU

Un logiciel d'aide à la définition d'un plan hiérarchisé d'intervention à l'échelle de la collectivité a été élaboré dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra. Celui-ci se décompose en deux modules :

- Un module de diagnostic à une échelle locale des émissions vers le réseau d'assainissement et d'évaluation de la pression du système d'assainissement sur le milieu récepteur (cf. *Livrable 1.5.a : Diagnostic territorial pour la priorisation des actions de réduction des rejets en micropolluants : éléments méthodologiques*).
- Un module de simulation de scénarios de mise en place d'actions sur le territoire (cf. *Livrable 4.2.a : Logiciel d'aide à l'élaboration et à la mise à jour d'un plan hiérarchisé d'intervention*).

Les micropolluants concernés sont ceux de la liste priorisée établie (Annexe 1).

Le module de diagnostic permet d'estimer l'émission de micropolluants (Indice de flux IF) dans les rejets au réseau d'assainissement de chaque émetteur :

- Emetteurs professionnels (industriels ou artisans) ;
- Emetteurs domestiques ;
- Emissions par les eaux pluviales ruisselées.

L'estimation est possible uniquement lorsque des données sont disponibles (bases de données ou données mesurées).

Le territoire de l'Eurométropole de Strasbourg est découpé en zones correspondant aux bassins versants (BV) d'assainissement. Le découpage a été réalisé dans le cadre de la modélisation du fonctionnement du réseau du schéma directeur d'assainissement fait apparaître 767 BV (qui peuvent être regroupés en 18 grands BV). La géolocalisation spatiale de chaque émetteur permet de sommer les émissions de micropolluants dans le réseau d'assainissement à l'échelle de chaque BV.

Le module de diagnostic permet de cartographier les émissions par zones :

- Par source d'émission :
 - ruissellement ;
 - et/ou établissements ;
 - et/ou domestique ;
- ☐ Par substance :
 - Pour une substance spécifique ;
 - ou pour la totalité des substances ;
 - ou, plus spécifiquement, pour tous les micropolluants du projet, i.e. toutes substances sans les paramètres indiciaires et les paramètres macropolluants (IF^{micropolluants}).

L'outil permet aussi de déterminer des indications comme :

- Nombre de substances potentiellement émises sur un BV ;

³ Rapport RSDE STEU : contenu des diagnostics amont – analyses chimiques en réseau – Retours d'expérience et préconisations. Lien : <https://www.eaurmc.fr/upload/docs/application/pdf/2018-03/2017-note-analyses-chimiques-reseaux-vf.pdf>

- Nombre de code APE potentiellement contributeur sur un BV.

4.2. Critères de priorisation des zones

Dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra, parmi les zones à prioriser issues de l'outil de diagnostic, notre choix de zones de réalisation de campagnes de prélèvement avait un double objectif :

- ▶ Vérifier la cohérence des résultats issus de l'outil de priorisation avec des mesures dans le réseau (voir Livrable 1.4.b. *Synthèse du retour d'expérience de l'utilisation de l'outil logiciel pour la détermination de zones de mesures*) ;
- ▶ Déployer des outils innovants de prélèvement en parallèle des préleveurs dits classiques.

Différentes échelles, différents paramètres dont les valeurs sont extraites des résultats fournis par l'outil, différentes méthodes et différents critères ont été testés pour prioriser les zones de prélèvement des campagnes de mesure. Pour satisfaire les objectifs cités ci-dessus, nous avons cherché à identifier les zones où transitent des flux et une diversité de micropolluants importants. Pour une large gamme de substance, une zone mixte domestique/établissement et comprenant une activité industrielle et artisanale variée et conséquente est préférable.

Nous avons opté pour le découpage à l'échelle des 18 grands bassins versants définis dans le cadre du schéma directeur (cf. Figure 18), et non pas à l'échelle des 767 sous bassins versants. En effet, un découpage trop précis des bassins versants induit des difficultés opérationnelles pour mettre en place les outils innovants de prélèvements (réseaux secondaires avec des diamètres plus faibles). De plus, les imprécisions de l'outil diagnostic ont plus d'impact à une échelle plus précise.

Par ailleurs, ces grands bassins versants sont actuellement utilisés par l'Eurométropole de Strasbourg pour des campagnes de prélèvements annuelles sur le réseau (mesures de débits, de macropolluants et de certains micropolluants).

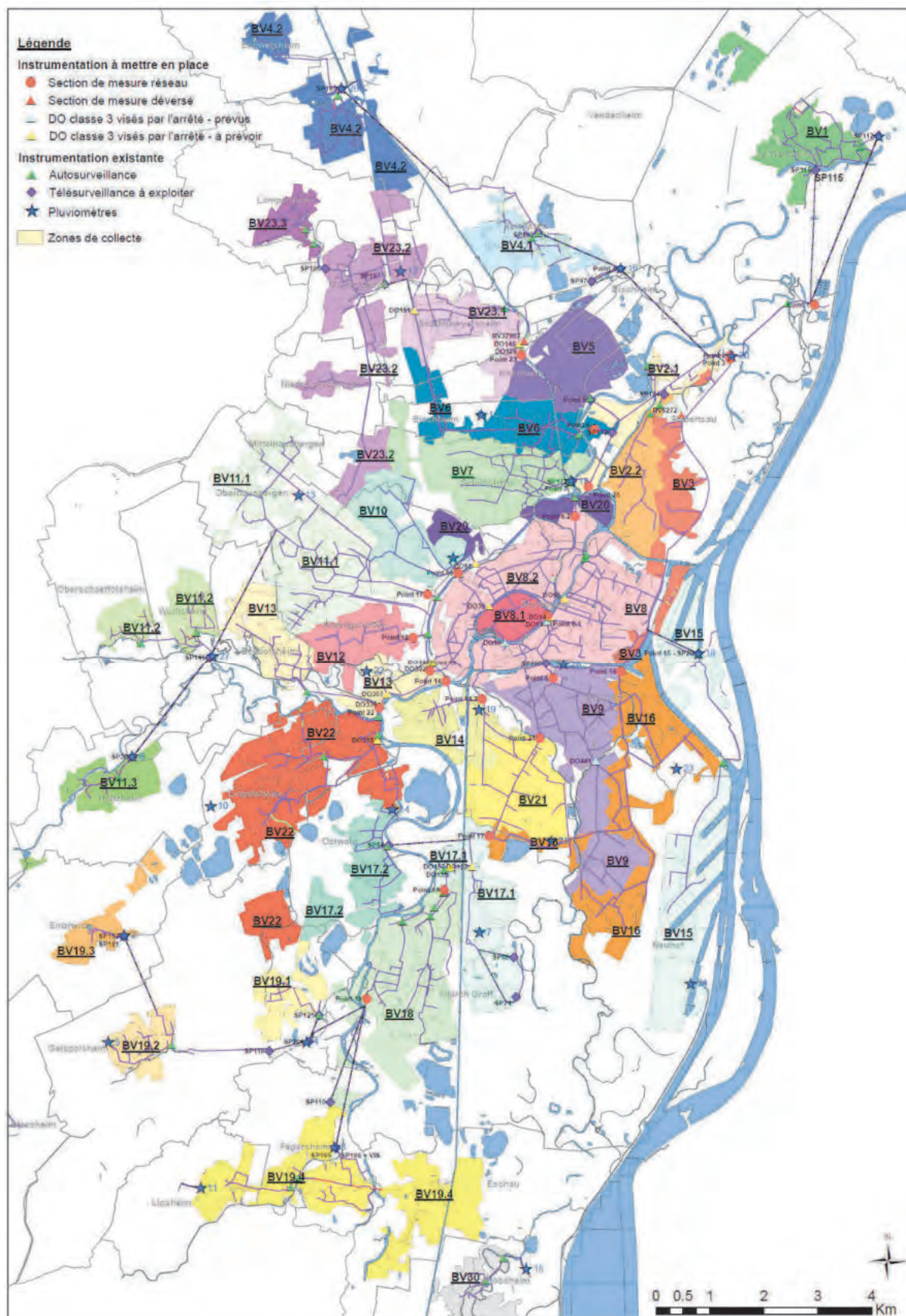


Figure 18 : Représentation cartographique des bassins versants retenus pour la définition de zones de prélèvement

L'outil de diagnostic a la capacité de mettre en évidence plusieurs ordres de priorisation des zones en fonction des critères choisis. Cette priorisation peut donc s'adapter aux objectifs poursuivis, ce qui implique de les avoir bien déterminés au préalable.

Le paramètre calculé qui a permis de répondre à nos besoins était : le ratio entre l'Indice de Flux de micropolluants (IF incluant uniquement les micropolluants et excluant les paramètres indiciaires) et macropolluants) du bassin versant et le nombre d'établissements sur le bassin versant.

L'Indice de flux de micropolluants représente la quantité estimée des émissions de micropolluants (cf. **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**) sur le bassin versant par les différents émetteurs. Lorsque ce ratio est faible, cela signifie que les établissements semblent être d'importants contributeurs aux émissions de micropolluants sur la zone concernée.

Ce ratio a été couplé à la bonne connaissance du territoire par les personnels techniques de l'Eurométropole de Strasbourg. Cela a permis de confirmer ou d'infirmer l'intérêt des zones identifiées par l'outil comme les plus pertinentes en termes, par exemple, de mixité d'émetteurs. Cette confrontation a également pu permettre de choisir des zones où la réalisation des mesures/prélèvements était la plus aisée en termes d'accessibilité et de faisabilité.

Sur la base de ce ratio, il est apparu que les zones classées les plus pertinentes de définir avec facilité les niveaux 1, 2 et de confirmation de nos différentes campagnes de mesure (cf. paragraphe 5). De plus, elles avaient l'avantage :

- De permettre une sectorisation assez aisée : configuration du réseau claire, différents apports définis ;
- D'avoir une modélisation hydraulique qui semble assez cohérente avec la réalité terrain.

Le Tableau 3 présente la liste des zones prioritaires avec la valeur du critère retenu, ainsi que les données utiles pour chaque zone collectée par les points de mesure.

Tableau 3 : Zones prioritaires par ordre décroissant d'intérêt

N° du point de mesure*	Données Zone de collecte de chaque point de mesure - pour information					
	Ratio IF ^{micropolluants} / Nombre d'établissement potentiellement émetteur	IF ^{micropolluants}	Nombre d'établissements potentiellement émetteurs	Nombre de micropolluants recensés parmi ceux du projet	Population (nombre d'habitants)	Nombre de codes APE différents
1	2,7E-09	1,9E+13	51103	106	465677	24934
2	3,0E-09	1,6E+13	47816	106	421943	22708
3	4,4E-09	3,1E+12	13673	103	146197	7884
15	1,9E-10	2,8E+12	526	102	1966	346
5	2,1E-09	1,6E+12	3429	104	29459	1919
11	2,3E-09	1,4E+12	3365	106	43959	2148
4	2,5E-09	5,0E+11	1224	101	11104	895
13	2,5E-09	1,4E+12	3345	103	40932	2091
18/19	2,6E-09	8,5E+11	2235	102	20092	1386
12	3,1E-09	4,1E+11	1266	102	14438	545
9	3,6E-09	2,7E+12	9916	103	99607	5566
17	4,3E-09	1,2E+12	5113	103	52871	3371
6	4,3E-09	4,0E+11	1726	103	26766	1029
8	4,8E-09	6,7E+12	32063	103	242448	13746
10	5,0E-09	2,8E+11	1394	102	20672	641
14	6,7E-09	9,9E+11	6651	103	64856	4192
16	1,9E-08	6,4E+11	11931	103	129072	6856
7	3,0E-08	4,5E+11	13790	103	162095	7814

* Le numéro de point de mesure correspond au point aval de chaque bassin versant défini sur la Figure 19.

Il faut noter que les points de mesure 1, 2 et 3 ont été écartés avant cette hiérarchisation car ils collectent des zones trop importantes et n'auraient pas permis une campagne de mesure efficace.

Un certain nombre de critères testés ont été éliminés car trop peu discriminants ou trop compliqués à utiliser. Le Tableau 4 liste ces critères.

Tableau 4 : Paramètres calculés testés mais non conservés comme critères pertinents

Paramètre calculé	Description	Commentaire	Pour quelle raison ?
IF ^{micropolluants}	-	Mise en évidence des zones pour lesquelles les émissions sont potentiellement les plus importantes	Peu pertinent Favorise les BV ayant la surface la plus grande.
Nombre d'établissements	-	Mise en évidence des zones pour lesquelles le nombre d'établissement est le plus élevé	Peu pertinent. Non conservé car donne trop de poids aux petits artisans et commerçants.
Nombre de micropolluants	-	Mise en évidence des zones pour lesquelles le plus grand nombre de micropolluants est modélisé	Non discriminant
Population	-	Mise en évidence des zones les plus peuplées	Caractérise uniquement la répartition de la population mais des émissions vis-à-vis des autres émetteurs.
"Classe nombre d'APE"	Le nombre de codes APE différents du territoire a été rangé en 10 classes d'effectifs égaux. Chaque zone collectée a ainsi une classe de nombre d'APE	Mise en évidence de la diversité des activités	Non conservé car donne trop de poids aux petits artisans et commerçants
Classe IPP ⁴	Les indices de pression potentielle (IPP) pour l'ensemble des émetteurs et tous les micropolluants sur le territoire ont été rangés en 10 classes d'effectifs égaux. Chaque zone collectée a ainsi une classe d'IPP		Proche du critère IF ^{micropolluants} , mais plus compliqué à manipuler
« Classe IF ^{micropolluants} » x « Classe Nombre de substances »	Classe IF ^{micropolluants} = Les valeurs d'IF ^{micropolluants} pour l'ensemble du territoire ont été rangées en 10 classes d'effectifs égaux. Classe Nombre de substances = Le nombre de substances prédites par l'outil a été rangé en 10 classes d'effectifs égaux. Chaque zone collectée a ainsi une classe d'IF ^{micropolluants} et une classe de nombre de substances. Ces deux classes sont ensuite multipliées pour les combiner et donner une hiérarchisation des zones collectées.	Mise en évidence des BV avec beaucoup de rejets	Difficile à utiliser et peu intuitif. La classification pouvant être faite de manières différentes (plus ou moins de classes, en nombre de valeurs (effectifs égaux), en intervalles égaux, en rupture naturelles, etc...). Ce critère nous a semblé peu fiable.
« Classe IF ^{micropolluants} » / Nombre d'équivalents habitant »	Classe IF ^{micropolluants} = Les valeurs d'IF ^{micropolluants} pour l'ensemble du territoire ont été rangées en 10 classes d'effectifs égaux. Classe nombre d'équivalents habitant = Le nombre d'équivalents habitant de chaque zone collectée pour l'ensemble du territoire a été rangé en 10 classes d'effectifs égaux. Chaque zone collectée a ainsi une classe d'IF ^{micropolluants} et une classe de nombre d'équivalents-habitant. Ces deux classes sont ensuite divisées pour les combiner et donner une hiérarchisation des zones collectées.	Mise en évidence des BV à dominante industrielle	Proche du critère retenu, mais plus compliqué à manipuler La classification pouvant être faites de manière différentes (nombre de classes, Effectifs égaux, Intervalles égaux, Rupture naturelles, etc...). Ce critère nous a semblé moins fiable que celui retenu.

Classes d'effectifs égaux = chaque classe a le même nombre de valeurs

⁴ IPP : Indice de pression potentielle : voir livrable 1.5.a : *Diagnostic territorial pour la priorisation des actions des rejets en micropolluants : éléments méthodologiques.*

4.3. Zones retenues dans le cadre du projet LUMIEAU

Dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra, nous avons choisi de sélectionner 4 zones aux typologies différentes afin de mener des campagnes de recherche de micropolluants. Les 4 zones correspondent à :

- ▶ Zone 1 : zone mixte (habitation, zone artisanale) ;
- ▶ Zone 2 : zone industrielle ;
- ▶ Zone 3 : zone mixte (habitations, zone industrielle et artisanale, zone commerciale) ;
- ▶ Zone 4 : zone d'habitation uniquement.

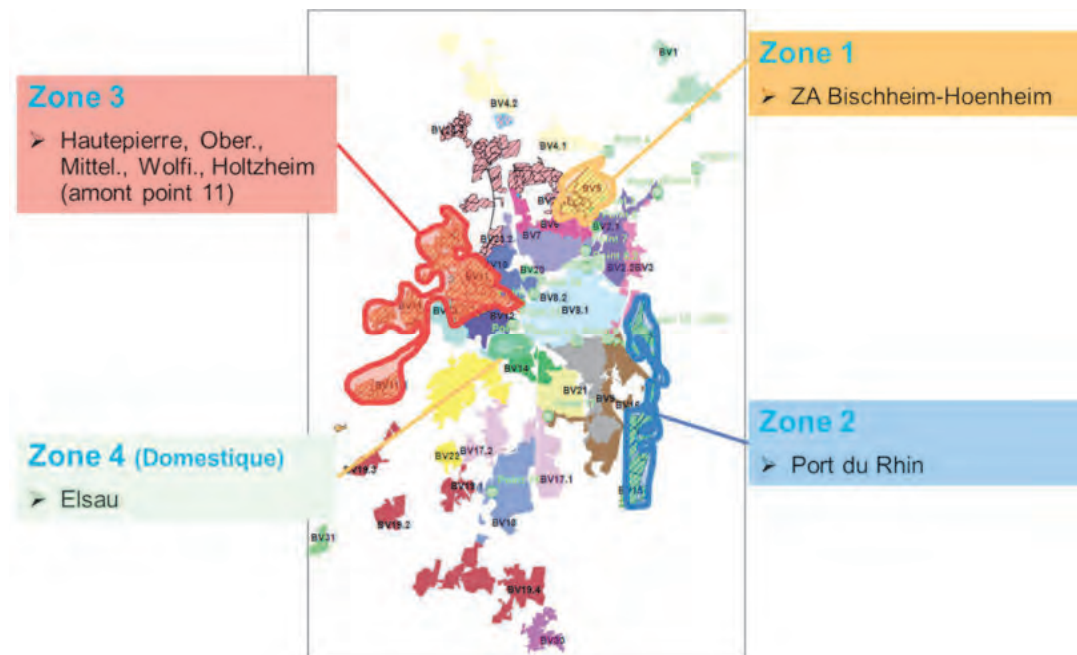


Figure 19 : Cartographie des zones d'étude sélectionnées dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra

5. Méthodologie des campagnes de mesures

Les moyens techniques et financiers doivent être adaptés à la taille de la zone du réseau d'assainissement à étudier. Dès lors qu'une branche de réseau est identifiée, il faut se pencher plus précisément sur la sectorisation de cette branche pour distinguer au mieux les principaux émetteurs de micropolluants. Cette sectorisation s'appuie essentiellement sur la connaissance du réseau de la collectivité, qu'elle soit macroscopique (distinction des zones industrielles, artisanales, commerciales, résidentielles) ou plus précise via un outil SIG. Cette sectorisation est dépendante de chaque cas, la configuration des réseaux étant extrêmement diversifiée. La démarche générale doit suivre les idées suivantes :

- ▶ Identifier les typologies de zones sur la branche du réseau sélectionnées : industrielles, artisanales, commerciales, résidentielles ;
- ▶ Identifier les éléments du réseau et émetteurs connus du secteur : les établissements industriels importants (établissements ICPE, établissements pour lesquels des données relatives à leurs effluents ont déjà été produites), stations de pompage, déversoirs d'orages ;
- ▶ Identifier les plus gros collecteurs.

Ces éléments permettront d'avoir une vision synthétique de la configuration du réseau d'assainissement sur la branche sélectionnée et de choisir des points de prélèvement pertinents.

5.1. Une approche par niveaux de précision

Dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra, la stratégie proposée a comporté une approche en 3 niveaux de précision pour sectoriser chaque zone sélectionnée. Sur les 4 zones choisies, les contraintes techniques, pratiques et temporelles nous ont amenés à adapter la stratégie de prélèvement à chaque zone.

► Niveau 1 : nœuds principaux du réseau ;

La stratégie proposée prévoyait d'installer sur 3 nœuds principaux du réseau de la zone choisie : des préleveurs classiques d'échantillonnage sur 24h avec mesure de débit ainsi que des échantillonneurs intégratifs innovants. Le choix des zones de niveau 1 se base sur le critère de choix retenu (cf. paragraphe 4.2) couplé à des caractéristiques du réseau d'assainissement (taille des collecteurs, accessibilité).

► Niveau 2 : nœuds secondaires du réseau ;

La stratégie proposée prévoyait d'installer sur 2 nœuds secondaires du réseau de la zone choisie : des préleveurs classiques d'échantillonnage sur 24h avec mesure de débit ainsi que des échantillonneurs intégratifs innovants. La branche devait être définie au regard des résultats du niveau 1 couplés à la connaissance du tissu artisanal et industriel.

► Niveau de confirmation : à l'exutoire des émetteurs potentiels principaux.

La stratégie proposée prévoyait d'installer sur plusieurs exutoires d'établissements considérés comme potentiellement émetteurs principaux de la zone choisie : des préleveurs classiques d'échantillonnage sur 24h avec mesure de débit. Ces établissements devaient être définis au regard des résultats des niveaux 1 et 2 ainsi que des résultats de l'outil.

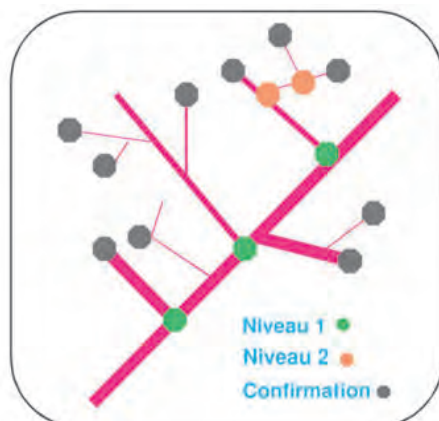


Figure 20: Schéma de la sectorisation en 3 niveaux de précision dans les zones sélectionnées

Les résultats des campagnes de mesures sont présentés dans les livrables 1.4.b. *Synthèse du retour d'expérience de l'utilisation de l'outil logiciel pour la détermination des zones de mesures* et 1.4.e. *Apports des échantillonneurs intégratifs innovants pour la recherche de micropolluants en réseau d'assainissement*.

5.2. Les contraintes opérationnelles à prendre en compte

Il est nécessaire, après avoir fait le choix des zones pertinentes de prélèvement, d'effectuer une reconnaissance terrain afin de valider la faisabilité technique et opérationnelle des mesures.

Cette reconnaissance terrain permettra de choisir les regards pour installer le matériel en prenant en compte les contraintes liées à la configuration du réseau et à la sécurité des hommes, mais aussi les contraintes liées aux outils de prélèvement (voir 3.2). Les contraintes opérationnelles prises en compte lors des reconnaissances terrain effectuées dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra étaient :

► La sécurité des techniciens préleveurs :

- Profondeur du réseau (risque de chute) ;
- Présence de gaz (H_2S , CO_2 , CO , O_2 , CH_4) ;
- Accès : présence d'échelons, regard sur voirie (risques liés à la circulation automobile) ;
- Exiguïté du regard.

Il faut noter que des plans de prévention préalables ont été rédigés et signés à chaque reconnaissance terrain afin d'identifier les risques et instaurer des mesures de prévention et de protection.

► La faisabilité technique des prélèvements :

- Tampons accessibles et opérationnels (en bon état) ;
- Espace disponible dans le regard suffisant pour l'installation de l'ensemble du matériel (ici préleveur classique, préleveurs innovants, mesure de débit), sinon le matériel peut être placé en surface à condition d'être clairement identifié (risques liés à la circulation). Dans ce cas-là, le risque de vol est possible ;
- Accès à l'électricité pour le préleveur classique pour assurer une réfrigération dans le cas de prélèvement pour l'analyse de micropolluants ;
- Profondeur du réseau dans le cas où le matériel est placé hors du regard (perte de charge lors du prélèvement) ;
- Conditions de débit pour réaliser une mesure correcte :
 - Préférer une canalisation sans virage en amont ;
 - Chercher une zone du réseau sans turbulence mais avec suffisamment de vitesse d'écoulement ;
 - Curer le réseau au préalable ;
 - Prévoir d'installer une mesure de débit 24h avant le prélèvement pour vérifier les conditions et obtenir une bonne calibration du préleveur ;
- Niveau d'eau dans le réseau suffisant pour permettre un prélèvement correct avec l'ensemble des outils mis en place.

6. Bilan et définition d'une démarche efficiente de recherche de micropolluants dans le réseau d'assainissement

La recherche de micropolluants dans un réseau d'assainissement implique des compétences techniques et des connaissances spécifiques ainsi qu'un budget associé. La démarche à mettre en place doit intégrer plusieurs éléments.

Tout d'abord, une liste priorisée de substances doit être déterminée. Cette liste doit répondre aux enjeux locaux du territoire et aux enjeux réglementaires (substances identifiées dans les milieux aquatiques récepteurs, substances significatives au sens du programme RSDE STEU, etc.). Elle doit également intégrer les micropolluants jugés comme ayant un intérêt, actuel ou à venir. Cet intérêt est tributaire des connaissances scientifiques ce qui implique que la liste doit pouvoir être mise à jour.

Ensuite, afin de mettre en œuvre cette recherche de la manière la plus efficiente possible, il est nécessaire d'avoir une connaissance précise du territoire. Une cartographie SIG est un outil à privilégier pour compiler les connaissances des émetteurs en surface (typologie de secteurs géographiques, localisation des établissements professionnels), les points de rejets du système d'assainissement (STEU, DO) et les éléments du réseau d'assainissement.

Concernant les émissions (ordre de grandeur des flux, substances) des émetteurs essentiels, on peut s'appuyer sur des données mesurées sur le territoire ou sur des données externes (bases de données, bibliographie).

Il est préférable de produire des données provenant de campagnes de mesures sur le réseau d'assainissement pour valider l'approche cartographique et légitimer les actions qui pourront découler de cette recherche. La logistique prévue pour ces campagnes, avec des préleveurs dits classiques, s'avère lourde et chère pour garantir des données précises et fiables. Lorsque la taille du réseau est étendue, il est pertinent d'utiliser des outils de recherche plus simples en première approche (secteurs du réseau déterminés *a priori* par la connaissance de sa configuration) permettant de limiter par la suite le nombre de campagne utilisant des préleveurs classiques à mettre en œuvre. Les outils de type échantillonneurs intégratifs sont adaptés à cette utilisation.

Une sectorisation de plus en plus précise sur les branches d'un réseau doit permettre d'identifier les principaux contributeurs de certains micropolluants. En revanche, pour les micropolluants provenant d'une grande diversité de sources émettrices, cette démarche peut s'avérer insuffisante.

7. Sigles & Abréviations

C : Cancérogénicité

CA : cartouche à charbon actif (type d'échantillonneur intégratif)

CFIS : Continuous flow integrative sampler (réceptacle capable d'accueillir des échantillonneurs intégratifs passifs)

EIP : Echantillonneur intégratif passif

ELISA : kit dévaluation d'effets biologiques d'Enzyme Linked ImmunoSorbent Assay

DCE : Directive cadre sur l'eau

DGT : Diffusive gradient in thin films (type d'échantillonneur passif)

DO : Déversoir d'orage

FQ : Fréquence de quantification

ICPE : Installation classée pour l'environnement

Kow : Coefficient de partage octanol/eau

LUMIEAU-Stra : Projet de Lutte contre les micropolluants dans les eaux urbaines à Strasbourg

M : Mutagénicité

NQE : Norme de qualité environnementale

ONEMA : Office national de l'eau et des milieux aquatiques, devenu Agence française pour la biodiversité en 2017

PDM : Programme de mesure

PE : Perturbateur endocrinien

PBT : critère de caractérisation d'une substance définissant sa persistance, bioaccumulation, toxicité

PNEC : Concentration prédite sans effet

POCIS : Polar organic chemical integrative sampler (type d'échantillonneur passif)

R : Reprotoxicité

RSDE : Programme de recherche de substances dans les eaux

SBSE : Barreau Stir Bar Sorptive Extraction (type d'échantillonneur intégratif)

SPMD : semi permeable membrane device (type d'échantillonneur intégratif)

SR : silicone rubber (type d'échantillonneur intégratif)

STEU : Station de traitement des eaux usées

VGE : Valeur guide environnementale

8. Bibliographie

AQUAREF, consulté en juillet 2012. *Application de la SPMD pour la quantification des contaminants organiques hydrophobes dissous dans l'eau.* Réf : ME 02 - HAP/SPMD/eaux douces, marines et usées. Disponible sur <http://www.aquaref.fr/system/files/Fiche+ME2+-echantillonneurs-passifs-SPMD-corrige.pdf>

Botta, F. et Dulio, V., 2014. Résultats de l'étude prospective 2012 sur les contaminants émergents dans les eaux de surface continentales de la métropole et des DOM. Rapport Final, DRC-13-136939-12927A, 139 pp.

Dulio, V., Andres, S., 2012. Référentiel méthodologique pour la priorisation des micropolluants des milieux aquatiques. 60p.

Eymery, F., Choubert, J.-M., Lepot, B., Gasperi, J., Lachenal, J., Coquery, M., 2011. Guide technique opérationnel : Pratiques d'échantillonnage et de conditionnement en vue de la recherche de micropolluants prioritaires et émergents en assainissement collectif et industriel, Première version. Irstea/Cemagref, 85p.

Fisher, M.-P., 2014. Caractérisation des rejets artisanaux et premiers résultats, lors du Colloque « Artisans et Collectivités, un défi commun », Nancy.

Gantois, F., Guigues, N., Lepot, B., Gal, F., 2016. Panorama de l'existant sur les capteurs et analyseurs en ligne pour la mesure des paramètres physico-chimiques dans l'eau, rapport Aquaref.

Gantois, F., Raveau, S., Guigues, N., Lepot, B., Togola, A., 2017. Panorama de l'existant sur les kits pour la mesure des substances réglementées par la DCE dans l'eau - Rapport Aquaref.

Ghestem, J.-P., Yari, A., Lardy-Fontan, S., Guigues, N., Dabrin, A., Gonzalez, J.-L., 2014. Proposition de document normatif pour l'échantillonnage passif des métaux dans l'eau – Rapport AQUAREF.

Gourlay, C., Lorgeoux, C., Tusseau-Vuillemin, M.H., 2008. *Polycyclic aromatic hydrocarbon sampling in wastewaters using semipermeable membrane devices: Accuracy of time-weighted average concentration estimations of truly dissolved compounds.* Chemosphere, vol. 73, p. 1194-1200.

Gouzy, A., Denize, C. et M. Jéhanne, M., 2014. Classification des substances et programmes de mesures - Eléments d'aide à la décision. Convention INERIS-ONEMA 2013-2015, DRC-14-136882-01394A.

Guigues, N., Cabillic J., 2013. Comment choisir un dispositif de mesure en continu – Note Aquaref. 16p.

Lardy-Fontan, S., Cabillic, J., Guigues, N., 2014. Guide pour la mise en œuvre opérationnelle des Semi Permeable Membrane Device (SPMD) dans des milieux aquatiques – Rapport Aquaref.

Lepot, B., Poulleau, J., 2013. Méthodes de mesurage des polluants rejetés à l'atmosphère ou dans les eaux. Surveillance des rejets de polluants organiques et inorganiques dans les milieux fluides. Métrologies existantes et en développement.

Stuer-Lauridsen, F., Kjolholt, J., 2000. *Identification of selected hydrophobic organic contaminants in wastewater with semipermeable membrane devices (SPMDs).* Water Research , vol. 34, p. 3478-3482.

Wang, Y., Wang, Z., Ma, M., Wang, C., Mo, Z., 2001. *Monitoring priority pollutants in a sewage treatment process by dichloromethane extraction and triolein-semipermeable membrane device (SPMD).* Chemosphere, vol. 43, p. 339-346.

Togola, A., 2009. Applicabilité des kits ELISA dans le cadre de la surveillance des eaux souterraines et eaux superficielles Rapport AQUAREF.

9. Table des illustrations

Figure 1 : Phénomène d'accumulation/relargage entre le milieu et le sorbant.....	13
Figure 2 : Evolution de la masse d'analyte dans la phase réceptrice en fonction du temps d'exposition	13
Figure 3 : DGT®	14
Figure 4 : Schéma d'un dispositif DGT (Source : AQUAREF)	14
Figure 5 : Principe de diffusion des métaux à travers le gel (Source : AQUAREF)	14
Figure 6 : DGT sur 1 support et insertion d'une 2ème DGT sur le support (gauche) et fixation des supports avec DGT dans une cagette (droite) (Source : Irstea)	15
Figure 7 : Type d'outil en fonction du log Kow, solubilité différentielle de composés chimiques dans deux solvants (coefficient de partage octanol/eau), des substances à rechercher	15
Figure 8 : Vue éclatée d'un POCIS (Source : Projet PEPS La Réunion, IFREMER, 2009)	16
Figure 9 : POCIS disposés dans un dispositif grillagé (Source : http://www.est-lab.com).....	16
Figure 10 : figure schématique d'une SPMD (d'après USGS)	17
Figure 11 : Echantillonneurs passifs SPMD (source : http://www.est-lab.com)	17
Figure 12 : Photo d'un CFIS (à gauche), du système interne (au milieu) et schéma de son fonctionnement (à droite).....	18
Figure 13 : Photo d'un barreau SBSE (source : INERIS).....	18
Figure 14 : Photo d'une cartouche de charbons actifs (source : INERIS).....	18
Figure 15 : Etapes de formation du biofilm sur un support	21
Figure 16 : Photo de cellules Prebio (source : IRH Antea group)	21
Figure 17 : Photo d'un préleveur Octopus (source Véolia)	22
Figure 18 : Représentation cartographique des bassins versants retenus pour la définition de zones de prélèvement.....	26
Figure 19 : Cartographie des zones d'étude sélectionnées dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra ...	30
Figure 20: Schéma de la sectorisation en 3 niveaux de précision dans les zones sélectionnées.....	31

Tableau 1 : Liste des substances recherchées par les divers outils déployés et durée de déploiement	22
Tableau 2 : Avantages et limites de ces outils dans le cadre de leur déploiement dans un réseau d'assainissement	23
Tableau 3 : Zones prioritaires par ordre décroissant d'intérêt.....	28
Tableau 4 : Paramètres calculés testés mais non conservés comme critères pertinents	29
Tableau 5 : Liste des substances retenues pour la phase Diagnostic du projet LUMIEAU-STRA.....	36
Tableau 6 : Groupements de substances avec codes SANDRE fictifs ajoutés dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra	38

10. Annexe 1 : Liste des substances retenues pour la phase diagnostic du projet LUMIEAU-Stra

Tableau 5 : Liste des substances retenues pour la phase Diagnostic du projet LUMIEAU-STRA

Code sandre ⁵	Numéro CAS	Nom groupe de substances	Priorisation
1959	140-66-9	4-tert-Octylphenol	P3 RSDE
5474	104-40-5	4-n-nonylphénol	P2 RSDE
6366	26027-38-3 28679-13-2 27986-36-3	NP1OE (4-nonylphénol monoéthoxylate)	P2 RSDE
6369	20427-84-3 27176-93-8 156609-10-8	NP2OE (4-nonylphénol diéthoxylate)	P2 RSDE
6370	2315-67-5	OP1OE (4-octylphénol monoéthoxylate)	P2 RSDE
6371	2315-61-9	OP2OE (4-octylphénol diéthoxylate)	P2 RSDE
6598	25154-52-3 84852-15-3	Nonylphénols linéaire ou ramifiés (mélange sans 4-n-nonylphénol)	P1 RSDE
6600	1806-26-4 140-66-9	p-octylphénols (mélange de 4-t-OP et 4-n-OP)	P2 RSDE
1591	106-47-8	4 chloroaniline	P2 RSDE
1592	108-42-9	3 chloroaniline	P2 RSDE
1593	95-51-2	2 chloroaniline	P2 RSDE
1815	1163-19-5	Décabromodiphényléther (BDE 209)	P2 RSDE
2910	207122-16-5	Heptabromodiphényléther BDE 183	P3 RSDE
2911	207122-15-4	Hexabromodiphényléther BDE 154	P3 RSDE
2912	68631-49-2	Hexabromodiphényléther BDE 153	P3 RSDE
2915	189084-64-8	Pentabromodiphényléther (BDE 100)	P3 RSDE
2916	60348-60-9	Pentabromodiphényléther (BDE 99)	P3 RSDE
2919	5436-43-1	Tétabromodiphényléther BDE 47	P3 RSDE
2920	41318-75-6	Tribromodiphényléther BDE 28	P3 RSDE
1114	71-43-2	Benzène	P1 RSDE
1633	98-82-8	Isopropylbenzène	P2 RSDE
1780	1330-20-7	Xylènes (Somme o,m,p)	P2 RSDE
1497	100-41-4	Ethylbenzène	P2 RSDE
1278	108-88-3	Toluène	P2 RSDE
1283	120-82-1	1,2,4 trichlorobenzène	P2 RSDE
1467	108-90-7	Chlorobenzène	P2 RSDE
1631	95-94-3	1,2,4,5 tétrachlorobenzène	P2 RSDE
1235	87-86-5	Pentachlorophénol	P1 RSDE
1471	95-57-8	2 chlorophénol	P2 RSDE
1486	120-83-2	2,4 dichlorophénol	P2 RSDE
1548	95-95-4	2,4,5 trichlorophénol	P2 RSDE
1549	88-06-2	2,4,6 trichlorophénol	P2 RSDE
1636	59-50-7	4-chloro-3-méthylphénol	P2 RSDE
1650	106-48-9	4 chlorophénol	P2 RSDE
1651	108-43-0	3 chlorophénol	P2 RSDE
1272	127-18-4	Tétrachloroéthylène	P1 RSDE
1286	79-01-6	Trichloroéthylène	P1 RSDE
1135	67-66-3	Chloroforme (=trichlorométhane)	P1 RSDE
1161	107-06-2	1,2 dichloroéthane	P3 RSDE
1168	75-09-2	Chlorure de méthylène (=dichlorométhane)	P1 RSDE
1276	56-23-5	Tétrachlorure de carbone	P3 RSDE
1702	50-00-0	Formaldéhyde	P2 hors RSDE
1115	50-32-8	Benzo (a) Pyrène	P1 RSDE
1116	205-99-2	Benzo (b) Fluoranthène	P1 RSDE
1117	207-08-9	Benzo (k) Fluoranthène	P1 RSDE
1118	191-24-2	Benzo (g,h,i) Pérylène	P1 RSDE

⁵ Code d'identification des substances attribué par le Service d'Administration Nationale des Données et Référentiels sur l'Eau.

1191	206-44-0	Fluoranthène	P1 RSDE
1204	193-39-5	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	P1 RSDE
1453	83-32-9	Acénaphène	P1 RSDE
1458	120-12-7	Anthracène	P1 RSDE
1517	91-20-3	Naphtalène	P1 RSDE
1524	85-01-8	Phénanthrène	P2 hors RSDE
2613	88-72-2	2-nitrotoluène	P2 RSDE
2614	98-95-3	Nitrobenzène	P2 RSDE
2542	78763-54-9	Monobutylétain cation	P2 RSDE
2879	36643-28-4	Tributylétain cation	P3 RSDE
6372	668-34-8	Triphénylétain cation	P2 RSDE
7074	14488-53-0	Dibutylétain cation	P2 RSDE
1239	7012-37-5	PCB 28	P2 RSDE
1241	35693-99-3	PCB 52	P2 RSDE
1242	37680-73-2	PCB 101	P2 RSDE
1243	31508-00-6	PCB 118	P2 RSDE
1244	35065-28-2	PCB 138	P2 RSDE
1245	35065-27-1	PCB 153	P2 RSDE
1246	35065-29-3	PCB 180	P2 RSDE
1129	10605-21-7	Carbendazime	P1 hors RSDE
1136	15545-48-9	Chlortoluron	P2 RSDE
1141	94-75-7	2,4-D	P1 RSDE
1166	106-46-7	1,4 dichlorobenzène	P2 RSDE
1177	330-54-1	Diuron	P2 RSDE
1203	58-89-9	Hexachlorocyclohexane (=Lindane)	P3 RSDE
1208	34123-59-6	Isoproturon	P1 RSDE
1209	330-55-2	Linuron	P1 RSDE
1212	94-74-6	2,4-MCPA	P1 RSDE
1667	19666-30-9	Oxadiazon	P2 RSDE
5438	2385-85-5	Mirex	P2 RSDE
5537	608-73-1 =319-84-6 + 319- 85-7 + 319-86-8 + 58-89-9 + 6108- 10-7	Somme des Hexachlorocyclohexanes	P3 RSDE
1462	84-74-2	n-Butyl Phtalate	P1 hors RSDE
1527	84-66-2	Diéthyl phtalate	P2 hors RSDE
1924	85-68-7	Butyl benzyl phtalate	P1 hors RSDE
2766	80-05-7	Bisphenol A	P2 hors RSDE
5325	84-69-5	Diisobutyl phthalate	P2 hors RSDE
6616	117-81-7	Di(2-ethylhexyl)phtalate	P1 RSDE
5296	298-46-4	Carbamazepine	P1 hors RSDE
5349	15307-86-5	Diclofenac	P2 hors RSDE
5353	22071-15-4	Ketoprofene	P2 hors RSDE
5356	723-46-6	Sulfamethoxazole	P2 hors RSDE
5375	604-75-1	Oxazepam	P2 hors RSDE
6644	120-47-8	Ethylparaben	P2 hors RSDE
6693	94-13-3	Propylparaben	P2 hors RSDE
6695	99-76-3	Methylparaben	P2 hors RSDE
1465	79-11-8	Acide chloroacétique	P2 RSDE
1584	92-52-4	Biphényle	P2 RSDE
6509	335-76-2	Perfluoro-N-decanoic acid	P1 hors RSDE
1847	126-73-8	Tributylphosphate	P2 RSDE
1922	36355-01-8	Hexabromobiphényle	P2 RSDE
2052	67-56-1	Méthanol	P2 RSDE
6519	58-08-2	Caféïne	
6560	1763-23-1	Acide sulfonique de perfluorooctane	P1 RSDE
1361	7440-61-1	Uranium	P2 hors RSDE
1368	7440-22-4	Argent	P2 hors RSDE
1369	7440-38-2	Arsenic et ses composés	P1 RSDE
1370	7429-90-5	Aluminium	P2 RSDE
1373	7440-32-6	Titane	P2 RSDE
1376	7440-36-0	Antimoine	P2 RSDE
1377	7440-41-7	Béryllium	P2 hors RSDE
1379	7440-48-4	Cobalt	P2 RSDE

1380	7440-31-5	Etain	P2 RSDE
1382	7439-92-1	Plomb et ses composés	P2 RSDE
1383	7440-66-6	Zinc et ses composés	P1 RSDE
1384	7440-62-2	Vanadium	P2 hors RSDE
1385	7782-49-2	Sélénium	P2 hors RSDE
1386	7440-02-0	Nickel et ses composés	P1 RSDE
1387	7439-97-6	Mercure et ses composés	P1 RSDE
1388	7440-43-9	Cadmium et ses composés	P1 RSDE
1389	7440-47-3	Chrome et ses composés	P1 RSDE
1392	7440-50-8	Cuivre et ses composés	P2 RSDE
1393	7439-89-6	Fer	P2 RSDE
1394	7439-96-5	Manganèse	P2 RSDE
1395	7439-98-7	Molybdène	P2 hors RSDE
2555	7440-28-0	Thallium	P2 hors RSDE
1106	59473-04-0	AOX	PS RSDE
1305		Matières en Suspension	PS RSDE
1314		Demande Chimique en Oxygène	PS RSDE
1337	16887-00-6	Chlorures	PS RSDE
1338	14808-79-8	Sulfates	PS RSDE
1390		Cyanures totaux	PS RSDE
7073	16984-48-8	Fluorures	P2 RSDE
1440		Indice Phénol	PS RSDE
1841		Carbone Organique Total	PS RSDE
7009		Somme de l'indice hydrocarbure et de l'indice hydrocarbure volatil	PS RSDE

L'analyse des données issues des bases RDSE STEU et RSDE ICPE (ainsi que de la base BDREP) a montré que certains groupements de substances étaient mentionnés et que des données d'émissions étaient disponibles. Or ces groupements ne sont pas référencés sous un code SANDRE. Dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra, nous avons choisi de leur attribuer un code fictif (voir **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**) pour intégrer ces données à la démarche de priorisation.

Tableau 6 : Groupements de substances avec codes SANDRE fictifs ajoutés dans le cadre du projet LUMIEAU-Stra

Code SANDRE	Groupement de substances
9993	Somme BDE-BDREP pour LUMIEAU-STRA (1815+2910+2911+2912+2915+2916+2919)
9994	Somme HCH pour LUMIEAU-STRA RSDE (1200+1203)
9995	HAP Ruissellement
9996	Somme OPE pour LUMIEAU-STRA (6370+6371)
9997	Somme NPE pour LUMIEAU-STRA (6366+6369)
9998	Somme PCB pour LUMIEAU-STRA (1239+1241+1242+1243+1244+1245+1246)
9999	Somme BDE-RSDE pour LUMIEAU-STRA (1815+2910+2911+2912+2915+2916+2919+2920)



AFB

Hall C – Le Nadar
5, square Félix Nadar
94300 Vincennes
01 45 14 36 00

<http://www.afbiodiversite.fr>



IRH Ingénieur Conseil – Antea Group

14 / 30 rue Alexandre Bât. C
92635 Gennevilliers Cedex
01 46 88 99 00

<https://www.anteagroup.fr/fr>