
PRECODD - Programme ECOTEchnologies et Développement Durable



Programme ECOPLUIES

Techniques alternatives de traitement des eaux pluviales et de leurs sous-produits : vers la maîtrise du fonctionnement des ouvrages d'infiltration urbains

Projet ANR-05-ECOT-006

Délivrable D-C1

Procédure d'échantillonnage et
de traitement des échantillons
pour l'établissement du bilan massique

Florian Malard, UCBL HBES le 10 Juillet 2007

Avant-propos

La réalisation d'un bilan des masses de matières particulaires et dissoutes arrivant dans un bassin de rétention, d'infiltration et rejoignant les niveaux supérieurs de la nappe est une opération difficile pour de multiples raisons : le flux entrant est par nature très hétérogène, les durées des suivis temporels sont très différentes selon les compartiments considérés (de l'heure pour les eaux arrivant dans le bassin de rétention à plusieurs jours pour la nappe). L'établissement de ces bilans nécessite une intégration temporelle des flux entrant et sortant, laquelle intégration est fortement facilitée par le choix d'un événement unimodal, choix souvent contrecarré par des successions de périodes de pluviosité.

Le présent livrable résume l'ensemble des enseignements que nous ont apporté les expérimentations de mesure de « bilan massique » dans les bassins d'infiltration de l'agglomération lyonnaise et plus particulièrement sur notre bassin atelier « Django Renardt ». Ce livrable est centré sur :

- (1) la procédure d'échantillonnage et de traitement des échantillons pour l'établissement d'un bilan massique de qualité ;
- (2) les principales difficultés qui se sont présentées à nous au cours des essais de réalisation.

Organismes impliqués dans les essais de bilan :

- LGCIE – INSA de Lyon (collecte et traitement des prélèvements en entrée de bassins de rétention et d'infiltration et acquisition des chroniques de données en continu).
- HBES – UMR-CNRS LEHF 5023 (collecte et traitement des prélèvements de pluie et de nappe et acquisition des chroniques de données en continu en nappe).
- LSEHL et EEDEMS (sous-traitance de certaines analyses).

INTRODUCTION

Les données acquises montrent que les ouvrages d'infiltration ont une forte capacité de rétention vis à vis des polluants, mais l'absence de bilan à l'échelle des ouvrages constitue un puissant verrou freinant leur utilisation. L'objectif de cette tâche était de dresser un cahier méthodologique puis de dresser un premier bilan physico-chimique afin d'établir à l'échelle d'un épisode pluvieux et d'un système "bassin versant urbain - ouvrage d'infiltration - nappe": 1) la contribution des apports atmosphériques et du ruissellement et la part des apports dissous et particulaire à l'exutoire du bassin versant; 2) la part des apports piégés par le bassin de rétention; et 3) les apports à la nappe.

La réalisation d'un bilan de masse au niveau du bassin d'infiltration d'eau pluviale de Django Reinhardt nécessite le suivi des flux d'eau et de matière dans quatre compartiments : la pluie, le bassin de rétention, le bassin d'infiltration et enfin la nappe souterraine sous-jacente.

Le plan d'échantillonnage complet d'un « bilan massique » à l'échelle d'un bassin d'infiltration comprend :

- 12 prélèvements en entrée de bassin de rétention,
- 12 prélèvements en entrée de bassin d'infiltration,
- 3 prélèvements de pluie
- 21 prélèvements en nappe.(10 piézomètres)

Ces différents échantillons doivent être collectés au cours de 6 phases successives :

- Phase 1 : anticipation des pluies et dépôt des bac à pluies
- Phase 2 : récupération des bacs à pluie et collecte des échantillons de ruissellement
- Phase 3 : traitement des échantillons d'entrée dans le bassin
- Phase 4 : continuation de la collecte des eaux de nappe
- Phase 5 : saisie et mutualisation des données
- Phase 6 : calcul des masses

Ces sept phases sont détaillées ci-dessous.

Phase 1 = jour 1:

Anticipation des pluies et dépose des bacs à pluie sur le bassin versant

Le laboratoire coordonateur surveille les pluies annoncées par météo France. Lorsqu'une pluie importante est annoncée, un technicien dépose 3 bacs à pluie sur le bassin versant (après avoir prévenu par téléphone les collaborateurs de l'expérimentation).

Ces bacs à pluie sont des caisses bleues lestées de dimension 56.6 cm * 36.6 cm. Les codes et emplacements des bacs à pluie sont à noter.

Remarque importante pour les pluies : La quantité d'eau récupérée pour les pluies pourrait s'avérer limitant pour les analyses. Il est donc indispensable de collecter la totalité des eaux pluviales.



Figure 1: Localisation des 3 bacs à pluies sur le bassin versant du bassin d'infiltration de Django Reinhardt (Chassieu, Rhône).

Phase 2 = jour 2:
Récupération des bacs à pluie, collecte des prélèvements d'eau de ruissellement pluvial sur le bassin de Django et décision de prélèvement en nappe.

Cette phase est cruciale et nécessite une parfaite coordination. En effet, le temps maximal entre le pic de pluie et le premier prélèvement dans la nappe ne doit pas dépasser le temps de transit de l'eau dans la zone insaturée, en l'occurrence 10 heures dans notre site atelier.

Critères préalables à la décision de déclencher les prélèvements en nappe.

Le déclenchement des prélèvements en nappe s'effectue après examen de 4 conditions:

- 1) La hauteur de pluie tombée au cours de l'épisode est > 20 mm
- 2) La pluie intervient alors que la nappe sous le bassin de Django n'est pas sous l'influence d'une pluie antérieure
- 3) L'évènement pluvieux ne sera pas suivi de pluies conséquentes dans la semaine à venir.
- 4) Les prélèvements en entrée de bassin de rétention et d'infiltration et les prélèvements de pluie ont été menés avec succès.

La personne en charge du suivi des entrées d'eau dans le bassin de rétention doit :

- (1) s'assurer au plus tôt que les automates préleveurs placés en entrée des bassins de rétention et d'infiltration ont bien fonctionné.
- (2) faire savoir rapidement à la personne en charge du suivi des nappes le volume de pluie qui est passé à l'entrée du bassin d'infiltration pour l'évènement et la hauteur de pluie tombée correspondante.

La personne en charge de l'échantillonnage de la nappe doit alors lancer son échantillonnage. Si la décision est prise de lancer les prélèvements en nappe, le programme se déroule alors comme suit.

Collecte des prélèvements d'entrée des bassins

Le laboratoire en charge de cette tâche récupère les prélèvements en entrée de bassins de rétention et d'infiltration. Au total, il y a 24 prélèvements codés et numérotés. **Ces prélèvements sont réalisés à l'aide de 2 préleveurs échantillonneurs automatiques** de 24 flacons par site déclenchés sur seuil de hauteur d'eau.

En entrée du bassin de rétention (exutoire du bassin versant) – 12 prélèvements

Statistiquement une pluie de hauteur totale précipitée >20 mm dure de 6 à 14 h en moyenne (durée pouvant être estimée par les prévisions accessibles sur site internet).

Par exemple : pour une pluie estimée à 12 h – prélèvement de 12 x 4 L

Les préleveurs seront programmés de la manière suivante :

Par pas de temps de 5 min, chaque prise par flacon et par préleveur est de 166 mL (4 flacons d'un litre par heure) et ce pendant 12 h (48 flacons correspondant au 2 préleveurs).

En entrée du bassin d'infiltration (sortie du bassin de rétention) – 12 prélèvements

Statistiquement un évènement de hauteur totale >20 mm dure environ 36 h au maximum

Par exemple : pour une pluie estimée à 36 h – prélèvement de 12 x 4 L

Les préleveurs seront programmés de la manière suivante :

Par pas de temps de 15 min, chaque prise par flacon et par préleveur est de 166 mL (2 flacons d'un litre par 3 heures) et ce pendant 36 h (48 flacons correspondant au 2 préleveurs).

Remarque importante N°1: Si un prélèvement correspond à plusieurs bouteilles issues du même ou de différents préleveurs automatiques, il est préférable de rassembler ces bouteilles dans un même récipient et d'homogénéiser son contenu avant de remplir les différents flacons listés ci-dessous. Cet aspect est particulièrement important en ce qui concerne l'homogénéisation des MES et leur répartition dans les différents flacons. Si l'homogénéisation sur le terrain s'avère impraticable, il faudra préférer apporter les bouteilles des préleveurs au laboratoire pour y effectuer l'homogénéisation et le remplissage des flacons listés ci-dessous.

Remarque importante N°2: A chaque prélèvement d'eau doit être associée une série de paramètres physico-chimiques qui sont **conductivité, température, oxygène dissous, et pH**. Ces paramètres devront être mesurés sur le terrain dans les bouteilles des préleveurs.

Pour chaque prélèvement, les flacons suivants sont remplis sur le terrain:

- HAP: flacon 1 L verre fumé.
- COV: flacon 100 mL verre.
- Carbone organique dissous (COD): flacon 100 mL plastique.
- Métaux totaux minéralisation eau régale: pilulier plastique 30 ou 50 mL.
- 1 flacon 2 L plastique pour: Matières en Suspension (MES), ammonium, ortho phosphates, NO₃, titre alcalimétrique complet, silicate dissous, 4 métaux dissous, Ca, Mg, Na, K, SO₄, Chlorure, carbone organique dissous (COD), carbone organique particulaire, azote particulaire, phosphore particulaire. Les flacons sont stockés dans des chambres froides à 4 °C.

Collecte des prélèvements de pluies et de nappe

Le laboratoire en charge du suivi des pluies et des eaux souterraines collecte

- les eaux de pluie au moment de leur chute
- les prélèvements en nappe lors du jour 2

Ces échantillonnages s'effectuent chronologiquement sur les piézomètres situés en amont et en aval du bassin d'infiltration.

Pour chaque prélèvement de nappe, les flacons suivants sont remplis sur le terrain:

- HAP: flacon 1 L verre fumé.
- COV: flacon 100 mL verre.
- Carbone organique dissous (COD): flacon 100 mL plastique.
- 1 flacon 2 L plastique pour: Ammonium, orthophosphates, NO₃, titre alcalimétrique complet, silicate dissous, 4 métaux dissous, Ca, Mg, Na, K, SO₄, Chlorure, Carbone organique dissous (COD).

Pour chaque prélèvement de pluie, les mêmes flacons sont remplis plus un pilulier plastique de 30 ou 50 mL pour analyse des métaux totaux. La totalité des flacons est stockée le jour même dans des chambres froides à 4 °C.

Site de Django (Chassieu)

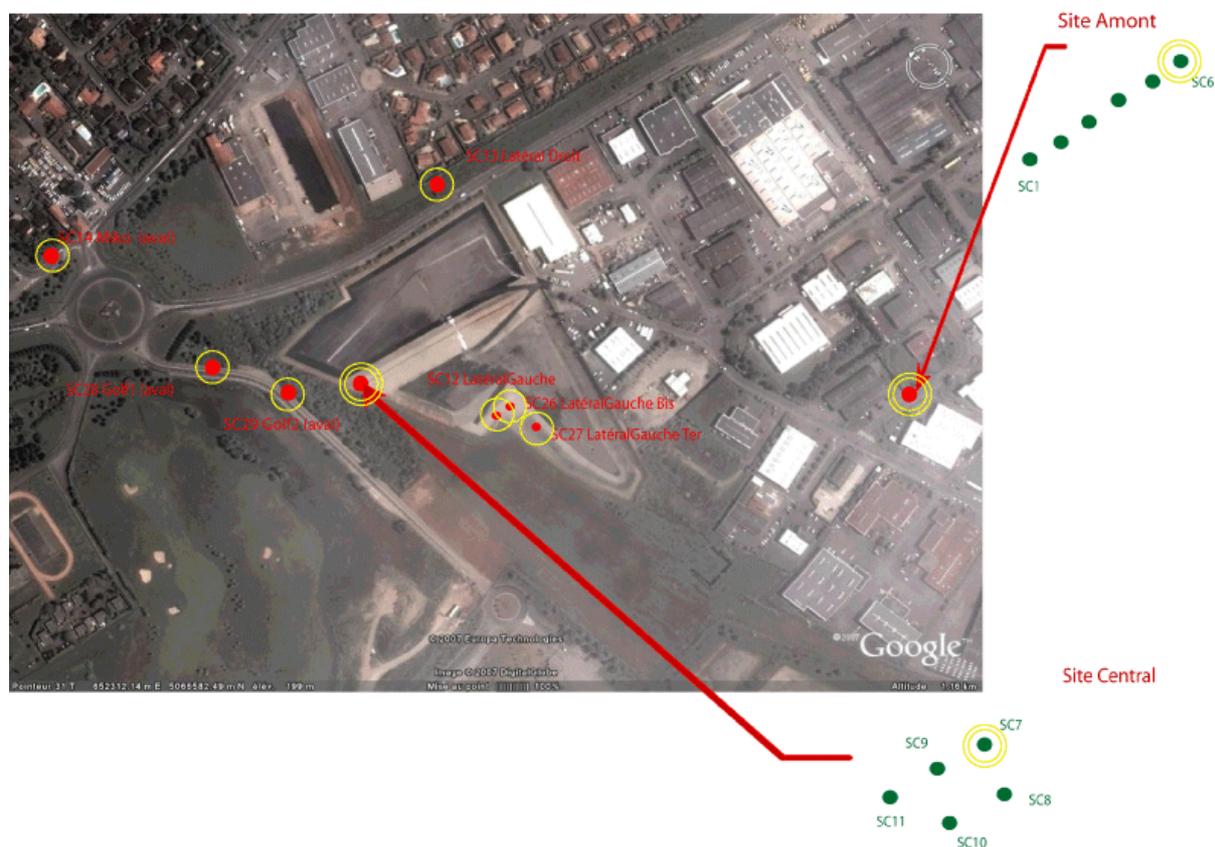


Figure 2: Vue aérienne du réseau de piézomètres utilisés pour l'échantillonnage de la nappe dans le cadre de l'établissement d'un bilan massique sur le bassin d'infiltration de Django Reinhardt. Les piézomètres cerclés d'un trait jaune sont prélevés lors du jour 2: afin de fournir l'état physico-chimique de la nappe avant l'événement pluvieux. Les piézomètres cerclés d'un double trait jaune sont échantillonnés au cours de la progression du panache d'eau pluviale (suivi temporel amont et aval).

Phase 3 = jour 3:

Traitement des échantillons d'entrée de bassins, de pluie, et de nappe. Continuation de la collecte des prélèvements en nappe.

Le jour 3 est réservé au traitement et à la distribution des échantillons vers les différents laboratoires qui effectueront les analyses. Deux, voire quatre nouveaux prélèvements en nappe seront également réalisés.

Traitement des échantillons d'entrée dans le bassin

MES: Filtration sur 2 filtres GFF 45mm pré brûlés et pesés. Créer une galette de sédiment jusqu'à "colmatage du filtre". Noter le volume d'eau filtré et récupérer le filtrat. Placer le filtre dans sa boîte de Pétri et noter son code ainsi que le volume filtré sur la boîte de Pétri. Passage à l'étuve à 105 °C du filtre jusqu'à masse constante (> 4 heures) puis pesée pour détermination de la masse de MES. Noter la masse du filtre + MES sèche sur la boîte de Pétri. Le second filtre est congelé (pour sécurité). Les volumes filtrés et les masses sont également notés sur une feuille.

Perte au feu: Passage au four à 525 °C du filtre MES non congelé pendant 1 heure et demie puis nouvelle pesée. Noter la masse du filtre + MES brûlés sur la boîte de Pétri ainsi que sur une feuille.

Carbone organique et azote particulaire: Filtration avec seringue sur petit filtre GFF d'environ 30 mL d'eau turbide jusqu'à "colmatage du filtre" (effectuer deux réplicats de ce type de filtre). Noter le code et le volume d'eau filtré sur la boîte de Pétri ainsi que sur une feuille. Congeler les filtres jusqu'au jour de leur l'acheminement au laboratoire d'analyse.

Phosphore particulaire: Filtration sur filtre polycarbonate Sartorius 25 mm d'environ 25 mL d'eau turbide jusqu'à "colmatage du filtre". Noter le code et le volume d'eau filtré sur la boîte de Pétri ainsi que sur une feuille. Congeler les filtres jusqu'au jour de leur l'acheminement au laboratoire d'analyse.

Filtration avec unité de type Stéricup sur filtre millipore 0.45 µm grand diamètre:

Filtrer le volume d'eau restant dans le flacon plastique 2 L sur une unité de filtration grand diamètre de type Stéricup. Récupérer le filtrat et l'ajouter à ceux des filtrations MES. Utiliser le filtrat total pour remplir :

Flacon 2L plastique pour analyse ammonium, orthophosphates, titre alcalimétrique complet (TAC), et silicate dissous.

1 pilulier plastique 30 mL pour analyse ammonium, orthophosphates et nitrates.

1 pilulier plastique 30 mL pour analyse nitrates, sulfates et chlorure par chromatographie ionique.

1 pilulier plastique 30 mL pour analyse Ca, Mg, Na et K par Inductively coupled plasma adsorption emission spectrometry, ICP AES.

1 pilulier plastique 30 mL pour analyse 4 métaux dissous. Ajouter une goutte d'acide nitrique.

1 pilulier verre 30 mL pour analyse carbone organique dissous.

Traitement des échantillons de nappe.

Pour les prélèvements en nappe : Utilisation du flacon plastique 2 L

Filtration avec unité de type Stéricup sur filtre millipore 0.45 µm grand diamètre:

Filtrer le volume d'eau dans le flacon plastique 2 L sur une unité de filtration grand diamètre de type Stéricup. Utiliser le filtrat total pour remplir :

Flacon 2L plastique pour analyse ammonium, orthophosphates, titre alcalimétrique complet (TAC), et silicate dissous.

1 pilulier plastique 30 mL pour analyse ammonium, orthophosphates et nitrates.

1 pilulier plastique 30 mL pour analyse nitrates, sulfates, et chlorure par chromatographie ionique.

1 pilulier plastique 30 mL pour analyse Ca, Mg, Na et K par Inductively coupled plasma adsorption emission spectrometry, ICP AES.

1 pilulier plastique 30 mL pour analyse 4 métaux dissous.

1 pilulier verre 30 mL pour analyse carbone organique dissous.

Phase 4 = jour 4 et suivants :
Continuation des prélèvements en nappe.

Le planning de collecte des 6 prélèvements suivants est établi au jour le jour en fonction de l'évolution de la conductivité sur les sondes de mesure automatique, qui seront régulièrement relevées. Le planning prévisionnel est le suivant:

- 20 heures après le maximum de pluie (jour 3)
- 35 heures (1.5 jour) après le maximum de pluie (jour 3 ou 4)
- 60 heures (2.5 jours) après le maximum de pluie (jour 4 ou 5)
- 90 heures (3.8 jours) après le maximum de pluie (jour 5 ou 6)
- 140 heures (5.8 jours) après le maximum de pluie (jour 7 ou 8)
- 180 heures (7.5 jours) après le maximum de pluie (jour 9 ou 10)

Ce planning a été validé à partir des résultats obtenus lors de 3 suivis de nappe effectués en 2003, 2004 et 2005 (Figures 3 et 4). Ces suivis illustrent parfaitement: 1) le mouvement du panache d'eau de ruissellement pluvial dans la nappe à partir de l'évolution de la conductivité; 1) les variations de concentrations avec la profondeur liées à l'écoulement préférentiel des eaux pluviales dans les horizons supérieurs de la nappe; 3) les phénomènes d'élution en début d'épisode pluvieux (pic de COD).

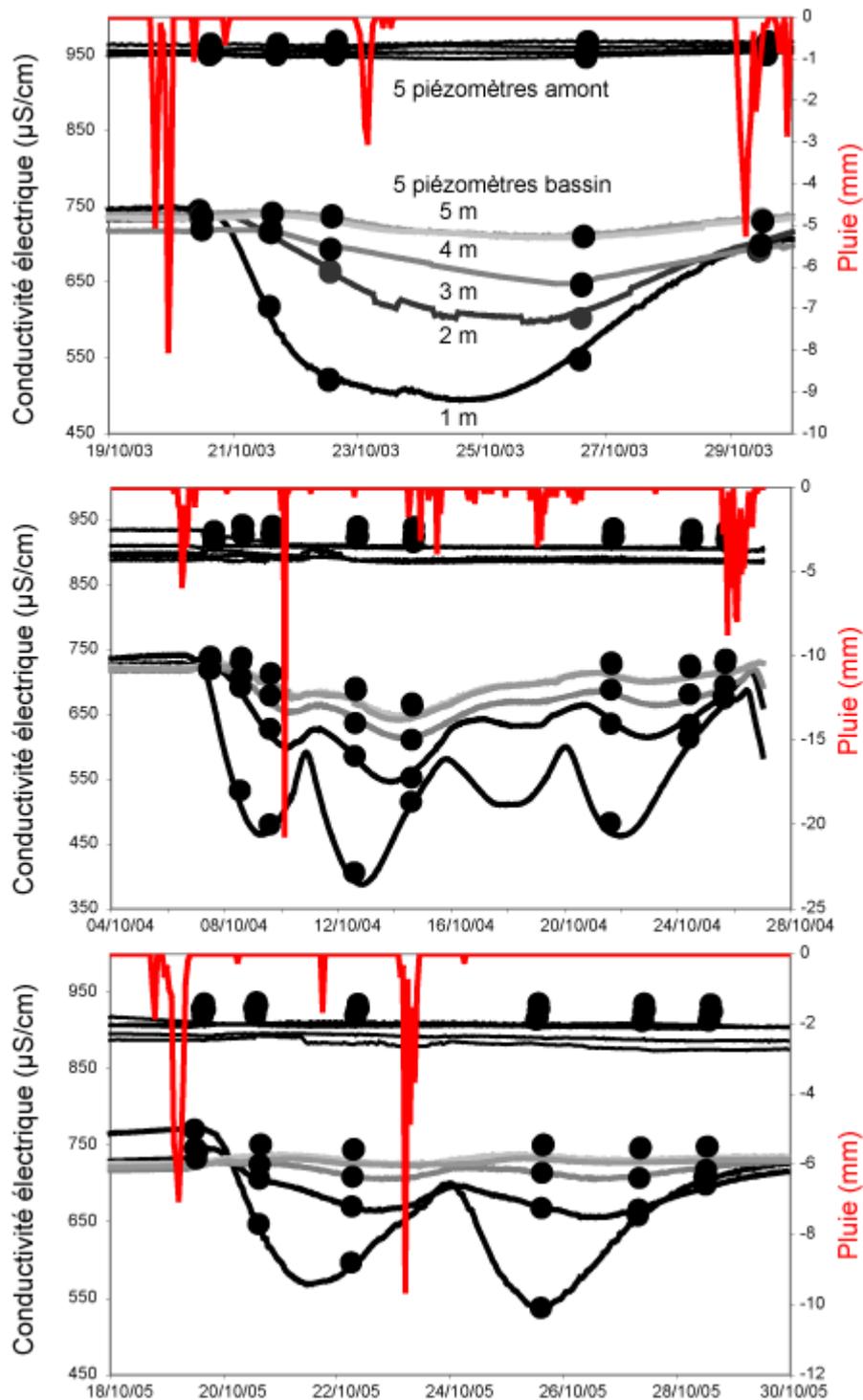


Figure 3 : Evolution de la conductivité des eaux de la nappe à 5 profondeurs sur les sites amont et bassin Djano Reinhardt lors de 3 épisodes pluvieux en octobre 2003, 2004 et 2005. Les points noirs représentent les conductivités des prélèvements effectués lors des différentes périodes d'échantillonnage.

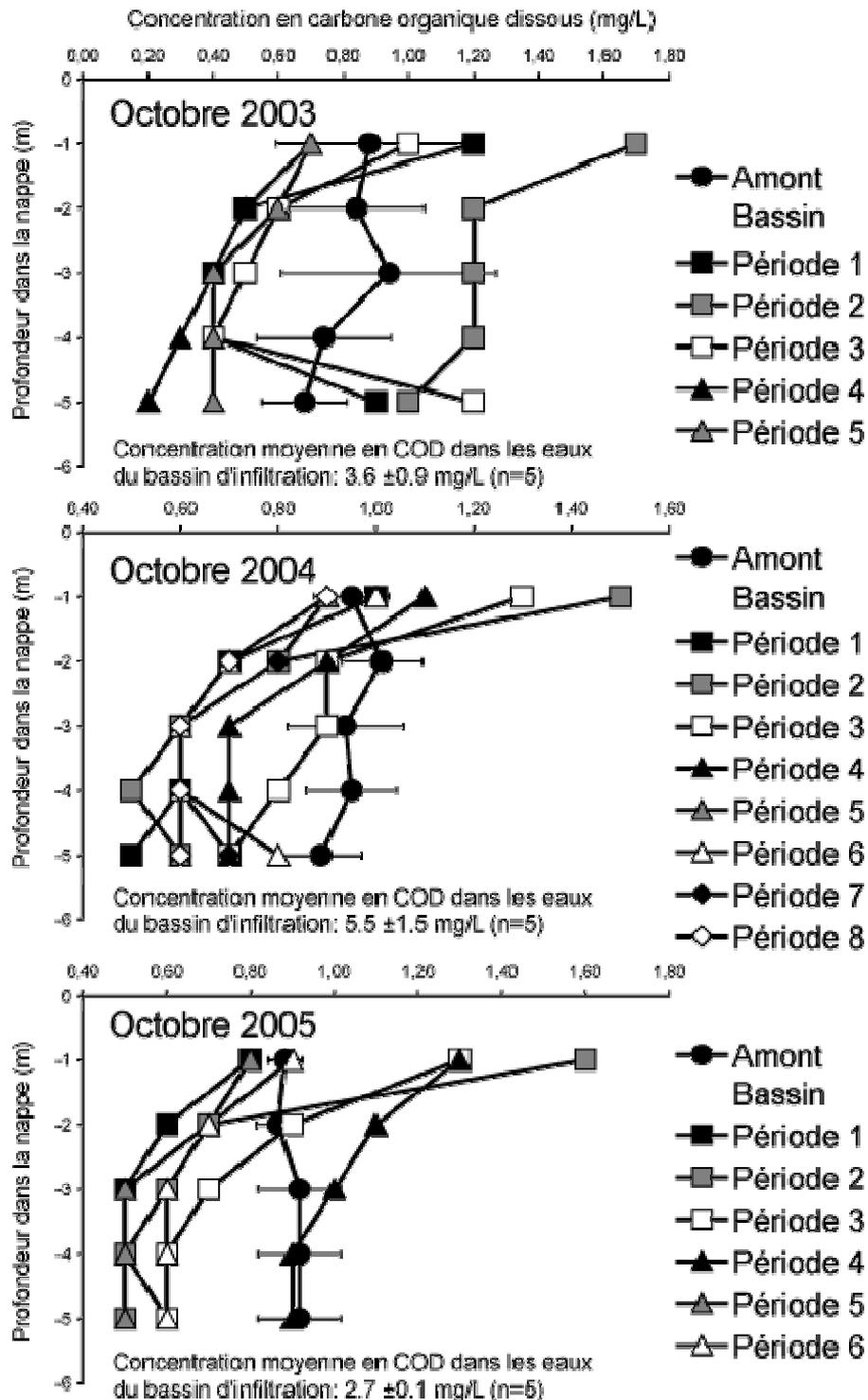


Figure 4 : Profils verticaux des concentrations en carbone organique dissous (COD) dans la nappe phréatique à l’aplomb du bassin de Django Reinhardt et sur le site amont (moyenne \pm écart type) lors des épisodes pluvieux d’octobre 2003, 2004 et 2005. Les périodes d’échantillonnage correspondent aux points noirs de la figure 5.

Phase 5 : **Saisie et mutualisation des données**

Les résultats des analyses physico-chimiques sont saisis dans un fichier Excel type et mis en commun. Un coordonnateur doit se charger d'assembler un seul et même tableau contenant toutes les données et de vérifier l'exactitude des analyses et/ou des saisies (e.g. balance ionique, relation conductivité – somme des meq/L). Une fois ces vérifications effectuées, il adresse un exemplaire final du fichier à tous les laboratoires.

Les laboratoires vérifient, complètent et valident les chroniques de données en continu (mesures en continu en entrée des bassins et mesures en continu en nappe) pour l'évènement pluvieux sélectionné lors de cette campagne d'échantillonnage « bilan massique ».

Phase 6 : **Calcul des masses au niveau des différents compartiments et établissement du bilan massique**

Les données sont utilisées afin de calculer les masses des différents composés sous forme dissoute et particulaire au niveau des différents compartiments : pluie, bassin de rétention, bassin d'infiltration et nappe.

Au niveau des apports

Les masses sont calculées en multipliant sur l'évènement les concentrations obtenues dans les différents flacons correspondant aux différents prélèvements par les volumes d'eau écoulés issus des mesures de débits en continu.

Au niveau de la nappe

Nous décrivons ici l'approche utilisée pour le calcul du bilan de masse à l'échelle d'un épisode pluvieux dans la nappe à l'aplomb du bassin d'infiltration de Django Reinhardt. Il s'agit de calculer la quantité (en g) de différents solutés et polluants atteignant la nappe lors d'un épisode pluvieux. Ce calcul nécessite non seulement de connaître le débit d'eau pluviale dans la nappe à l'instant t , les concentrations de solutés dans la nappe, et la proportion d'eau pluviale dans les prélèvements effectués.

Descriptif de la dynamique du panache d'eau pluviale dans la nappe lors d'un épisode pluvieux

L'infiltration des eaux pluviales engendre dans la nappe un panache d'eau pluviale dont le temps de résidence sous l'ouvrage est de l'ordre d'une dizaine de jours. La dynamique de ce panache peut être visualisée à partir des variations de la conductivité électrique dans les niveaux supérieurs de la nappe (Fig. 5). L'eau pluviale infiltrée présente une conductivité électrique de l'ordre de 100 $\mu\text{S}/\text{cm}$, celle des eaux de nappe est de l'ordre de 750 $\mu\text{S}/\text{cm}$. L'eau pluviale à l'aplomb du bassin pénètre dans les 2 premiers m. Seul le premier mètre sous la surface libre de la nappe est échantillonné pour l'établissement du bilan massique.

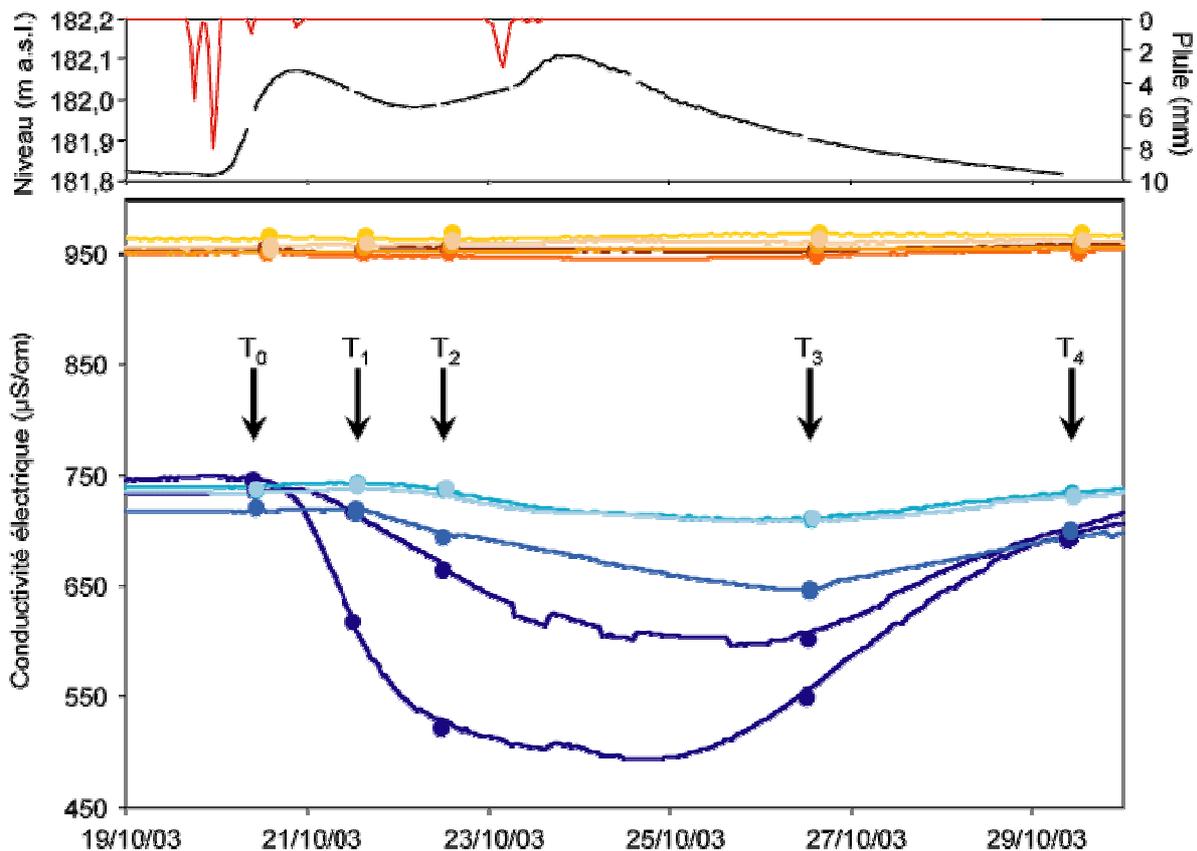


Figure 5: Variation de la conductivité électrique des eaux souterraines sous le bassin d'infiltration de Django Reinhardt, Chassieu, lors de l'épisode pluvieux du 21 Octobre 2003 (nappe à 14 m sous le bassin). La couleur est d'autant plus foncée que la profondeur augmente (1, 2, 3, 4 et 5 m sous la surface libre de la nappe). Les 5 points correspondent aux valeurs mesurées sur des prélèvements obtenus par pompage dans les piézomètres.

Principe d'échantillonnage pour calculer les masses de solutés en provenance des eaux pluviales infiltrées entrant dans la nappe à l'aplomb du bassin lors d'un épisode pluvieux.

Plusieurs prélèvements d'eau de nappe (T_0 à T_4 sur la Figure 5) sont effectués dans la nappe lors du passage du panache d'eau pluviale à l'aplomb du bassin. A chacun de ces prélèvements sont associés un débit d'eau pluviale dans la nappe et une proportion d'eau pluviale dans le prélèvement. Ces 3 mesures "concentration, débit d'eau pluviale dans la nappe, proportion d'eau pluviale" lors des différents prélèvements répartis au cours du passage du panache d'eau pluviale sont utilisées de calculer la quantité totale de solutés apportée par les eaux pluviales à la nappe lors d'un épisode pluvieux.

Débit d'eau pluviale entrant dans la nappe

Un modèle numérique calé en régime transitoire à partir de chroniques de débits d'infiltration et de niveaux de nappes disponibles depuis 2003 permet de simuler l'évolution du dôme hydraulique au droit du bassin (cf. livrable DC2). Ce modèle est utilisé afin de calculer de calculer les volumes d'eau pluviale ayant transité au niveau de la nappe pour les différentes périodes correspondantes aux prélèvements d'eau souterraine.

Calcul de la proportion d'eau pluviale dans la nappe à l'instant t: utilisation d'un modèle de mélange

Soit les 2 équations ci-dessous:

$$Q_T = Q_N + Q_{EP} \quad (1)$$

$$Q_T * C_T = Q_N * C_N + Q_{EP} * C_{EP} \quad (2)$$

Q_T : Débit de la nappe à l'aplomb du bassin d'infiltration

Q_N : Débit de la nappe à l'amont du bassin d'infiltration

Q_{EP} : Débit d'eau pluviale dans la nappe

C_T : Concentration des eaux souterraines à l'aplomb du bassin d'infiltration

C_N : Concentration des eaux souterraines à l'amont du bassin d'infiltration

C_{EP} : Concentration des eaux pluviales prélevées dans la nappe

C_T , C_N , et C_{EP} sont connues à partir des prélèvements effectués. On utilise un traceur conservatif naturel (Cl): C_{EP} est donc égale à la concentration en Cl mesurée dans les eaux du bassin d'infiltration car on part du principe que cette concentration ne sera pas modifiée lors de la circulation des eaux pluviales dans la zone non saturée.

La proportion d'eau pluviale dans un prélèvement est alors:

$$Q_{EP}/Q_T = (C_T - C_N)/(C_{EP} - C_N) \quad (3)$$

Cette proportion varie en fonction du temps et du point de prélèvement au sein du panache d'eau pluviale.

Pour tout autre soluté (non conservatif), la connaissance de Q_T dans le premier mètre sous la surface de la nappe permet de déduire au cours du temps (différents prélèvements) le débit et la concentration des eaux pluviales dans le premier m sous la surface de la nappe.

La connaissance de la proportion Q_{EP}/Q_T (équation 3) permet de calculer pour tout autre soluté non conservatif la concentration théorique (C_{Tpred}) attendue si ce soluté se comportait comme un traceur conservatif. La comparaison de C_T et C_{Tpred} permet de déterminer si le "système sol-zone non saturée" de l'ouvrage se comporte comme un puits ou comme une source vis à vis de la nappe pour le soluté considéré.

L'implication de tous les partenaires pour le calcul des masses des différents composés au niveau des compartiments pluie, bassin de rétention, bassin d'infiltration et nappe est essentielle afin de déceler tous défauts méthodologiques majeurs qui impliqueraient une modification de la prochaine campagne d'échantillonnage pour l'établissement du bilan massique.