

Méthodes d'échantillonnage des eaux interstitielles des sédiments de réseau : essais et perspectives

T. Valeyre¹, B. Bechet¹, L. Lebouc¹, F. Larrarte¹,
H. Arambourou² Ph. Branchu², D. Cartalade²

¹ Dept GER / Ifsttar

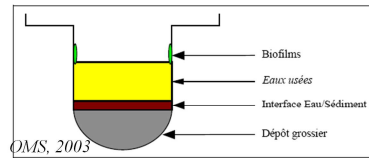
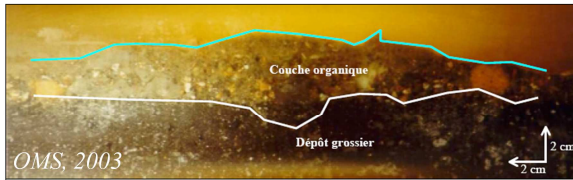
² Dept Ville Durable - CETE Ile de France - ERA35



Contexte

■ Le concept de réacteur bio-physico-chimique

Les dépôts sédimentaires en réseau unitaire



Un réacteur - **physique**

- **bio-géochimique**

Principal objet des études

Caractérisé de manière globale et/ou en labo.

Un réacteur **dynamique** : cycles sédimentation/érosion

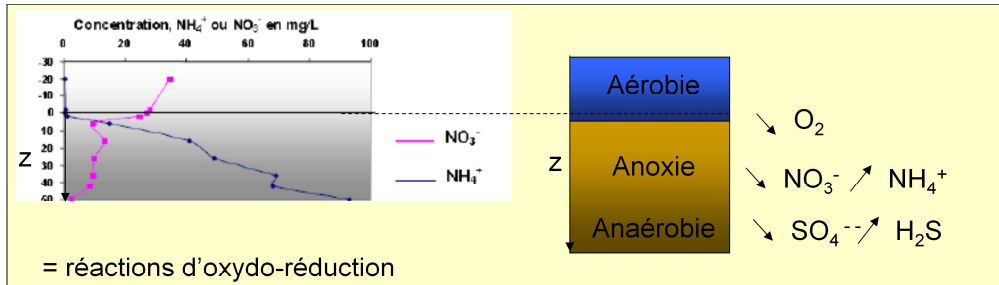
→ re-mobilisation du stock particulaire

(qu'en est il du stock dissous ?)

vier 2013

Les dépôts présents dans les réseaux d'assainissement constituent de véritables réacteurs physiques et biogéochimiques. En effet, ils sont soumis, d'un part, à des processus d'érosion et de sédimentation et ils contribuent, d'autre part, à l'évolution bio-géochimique des composés présents dans les eaux usées. La dynamique des dépôts a été étudiée (Oms 2003, Ashley et al., 2004), en revanche, peu de données existent sur les processus bio géochimiques se déroulant au sein de ces dépôts ou alors elles ont été acquises en laboratoire. Dans une logique de cycle de sédimentation/érosion la question de la remobilisation du stock particulaire a été étudiée et est au cœur du concept de réacteur biogéochimique mais qu'en est il du stock dissous présent dans les eaux interstitielles.

Contexte : un réacteur physique, biogéochimique et dynamique, siège du processus de diagenèse précoce (minéralisation de la matière organique (MO))



Problématiques

- **Forte contribution à la pollution des RUTP**
- *Modification des charges en entrée des STEP*
- **Genèse d' H_2S** (risques sanitaires + corrosion des réseaux)

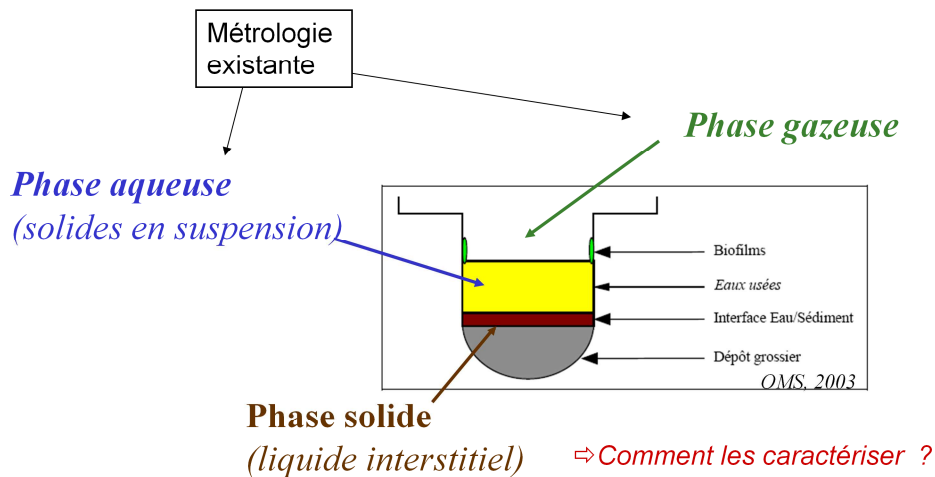
Méthodes d'échantillonnage des eaux interstitielles – Nantes 09 janvier 2013

Peu de données existent sur les processus bio géochimiques se déroulant au sein de ces dépôts. Les figures du haut de page illustrent ce qui est connu au sein des dépôts sédimentaires (marins, canaux, lacs, ...). Les processus liés à la minéralisation de la matière organique entraînent, en allant de l'interface eau-sédiment vers la profondeur, la disparition de l'oxygène qui est utilisé comme accepteur d'électron dans le processus d'oxydation puis à la réduction des nitrates lorsque l'oxygène vient à manquer et enfin à la réduction des sulfates et à la genèse d' H_2S .

La connaissance des processus bio géochimiques est fondamentale si l'on souhaite mieux caractériser leur rôle dans les processus de contamination et épuration des eaux usées ainsi que leur fonction dans les mécanismes de formation d'hydrogène sulfuré (H_2S), un gaz responsable de mauvaises odeurs, de la corrosion des réseaux et qui peut s'avérer mortel pour les agents travaillant dans ces réseaux.

Contexte

Un réacteur physique et biogéochimique dynamique et **triphasique** :



Méthodes d'échantillonnage des eaux interstitielles – Nantes 09 janvier 2013

La caractéristique de ce réacteur physique biogéochimique et dynamique est qu'il est triphasique.

Il est en effet constitué d'une phase aqueuse en mouvement correspondant à l'eau usée, d'une phase gazeuse dans la partie libre du collecteur et d'une phase solide plus ou moins indurée/plus ou moins liquide à la base du collecteur qui intègre en son sein une phase aqueuse (l'eau interstitielle). Alors que des techniques d'analyse in situ existent pour les phases aqueuse libre et gazeuse, la caractérisation du liquide interstitielle pose question.

Objectifs

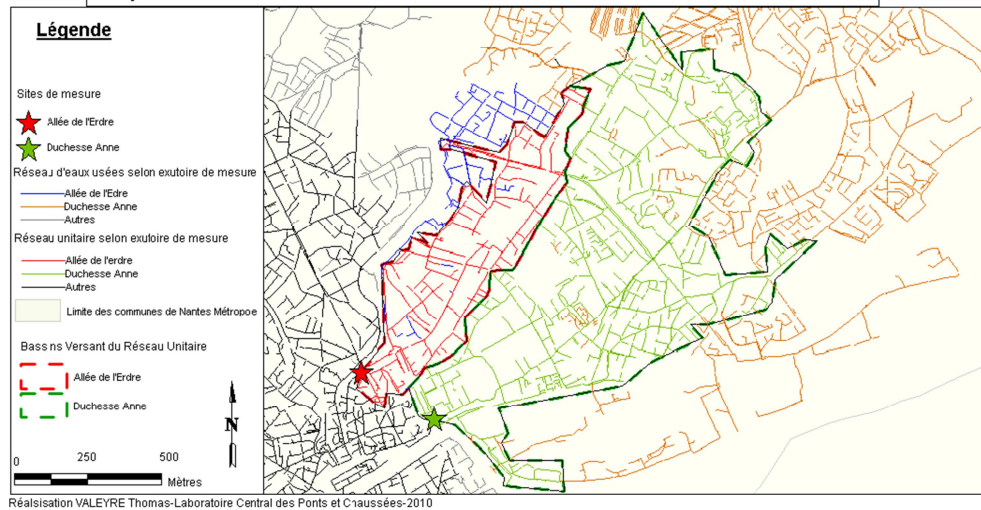
- Retour sur les expérimentations en réseau à Nantes
- Présenter certaines méthodes de prélèvement *existantes*
- Perspectives : quelles techniques utiliser?

Méthodes d'échantillonnage des eaux interstitielles – Nantes 09 janvier 2013

L'objectif de cet exposé est ainsi de faire un retour sur les expérimentations en réseau menées à Nantes dans le cadre de l'opération sédiments en réseau, puis de présenter certaines méthodes de prélèvement des eaux interstitielles existantes (en milieu ouvert – mer, rivière, ...) et enfin de discuter des perspectives de mise en œuvre de ces techniques en réseau.

Part. 1 : Les essais en réseau

Carte détaillée des bassins versants
pour les sites de l'Allée de l'Erdre et de Duchesse Anne

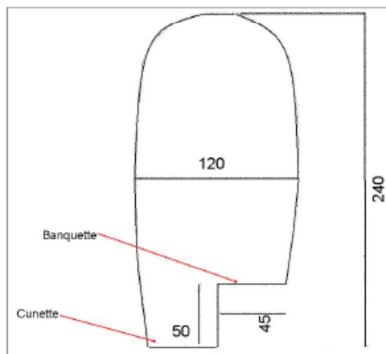


Méthodes d'échantillonnage des eaux interstitielles – Nantes 09 janvier 2013

Dans le cadre de l'opération de recherche « Sédiments En Réseaux », un site expérimental au cœur de Nantes a servi pour différents types de mesures physiques et physico-chimiques. Il s'agit du site de l'Allée de l'Erdre, à l'exutoire du collecteur unitaire d'un petit bassin versant urbain de 1,75 km² comprenant 20 km de réseau unitaire et 10 km de réseau séparatif. Il est voisin du site expérimental de la Duchesse Anne, comportant 60 km de réseau unitaire et 21% du réseau séparatif de Nantes Métropole.

Ce site a été choisi du fait de l'accumulation de sédiments. Cette tendance au comblement est diminuée par des épisodes érosifs, mais nécessite des curages réguliers.

Part. 1 : Les essais en réseau (Site de l'Allée de l'Erdre - Nantes)



- Collecteur ovoïde à banquette
- 35 à 40 cm de sédiments durs avant curage
- 15 cm de sédiments fluides après
- Prélèvements dans la colonne d'eau : canne Oulhen (préleveur multipoint vertical)
- Mesures in situ (pH, cond., potentiel redox)

Méthodes d'échantillonnage des eaux interstitielles – Nantes 09 janvier 2013

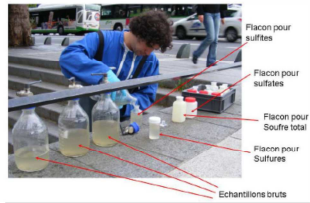
Le site de l'Allée de l'Erdre est situé dans un collecteur visitable équipé d'une banquette, d'une cunette et d'un couloir d'accès. Son accès est facile et sécurisé et il est connecté d'un réseau électrique.

Le sédiment après curage est composé seulement de 2 à 3 cm de type A.

La couche sédimentaire s'est formée du fait d'une vitesse d'écoulement relativement faible (0,1 – 0,15 m.s⁻¹), contre une vitesse de 0,4 à 0,6 m.s⁻¹ sur le site de Duchesse Anne.

7 campagnes de mesure qui ont eu lieu entre 7h et 9h du matin au cours du printemps/été 2010 (2 après le curage).

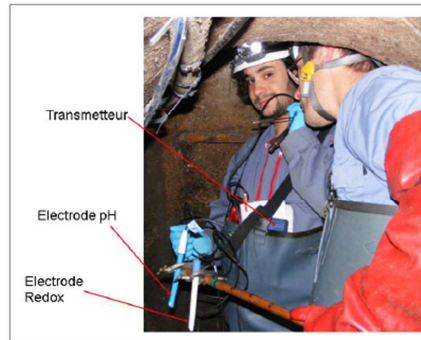
Part. 1 : Les essais en réseau (Site de l'Allée de l'Erdre - Nantes)



Canne
Oulhen



Paramètres physico-chimiques in situ



Méthodes d'échantillonnage des eaux interstitielles – Nantes 09 janvier 2013

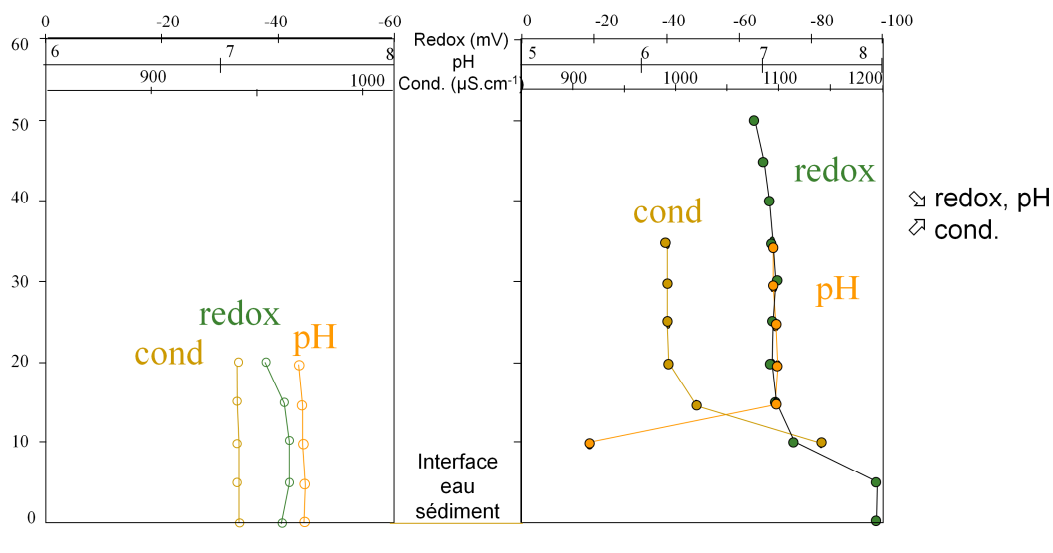
La canne Oulhen est constituée de 4 tubes rigides et de 4 tubes souples reliés à 4 bouteilles sous vide permettant le prélèvement d'échantillons d'eau à 4 hauteurs différentes dans le collecteur.

La mesure des paramètres physico-chimiques in situ à l'aide d'électrodes a aussi été effectuée à 4 profondeurs.

Part. 1 : Les essais en réseau (Site de l'Allée de l'Erdre - Nantes)

Avant curage (18/06/10)
H sed 0,38 m

Après curage (04/08/10)
H sed 0,02 m



Dans cette étude, parallèlement aux mesures des paramètres physico-chimiques globaux et au dosage des espèces soufrées présentées dans cette communication, les ions majeurs et les métaux trace ont été également dosés.

La hauteur de sédiment est mesurée à l'aide d'un disque percé qui vient s'appuyer sur la couche consolidée de sédiment.

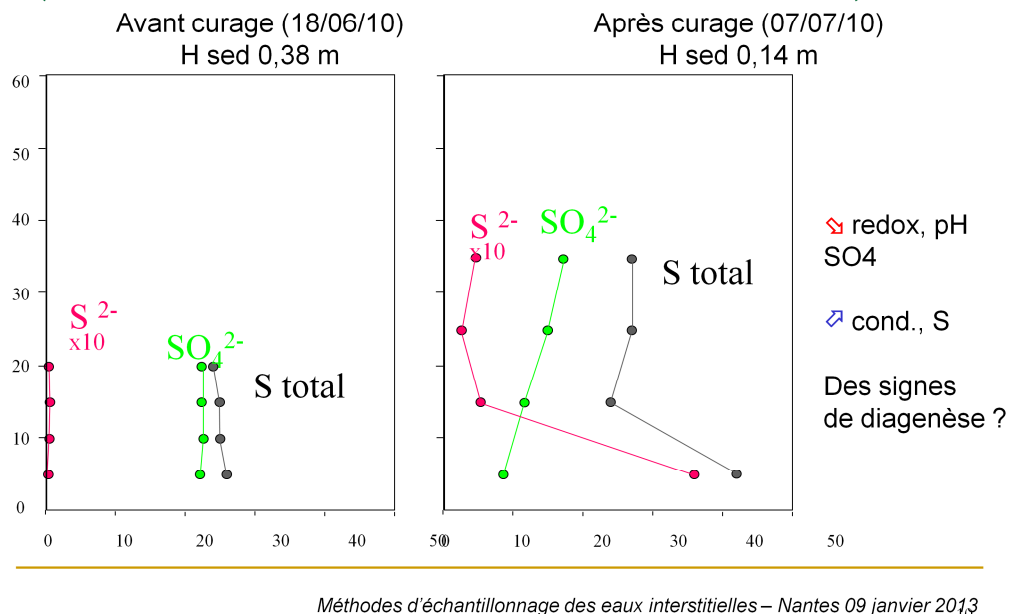
La conductivité entre 900 et 1100 $\mu\text{S}/\text{cm}$ est en cohérence avec les données de la littérature sur les mesures en réseau nantais.

Le pH est neutre à basique (7-8). Le potentiel rédox indique un milieu légèrement réducteur.

Il convient de noter l'évolution des paramètres différente entre les deux configurations de la couche sédimentaire. Lorsque celle-ci est importante en épaisseur, les paramètres dans la colonne d'eau la surmontant sont constants. Lorsque la couche sédimentaire est très faible et minérale, se met en place une zone de transition d'une quinzaine de cm d'épaisseur, dans laquelle on observe une augmentation de la conductivité simultanément à une diminution du pH et du potentiel rédox. Le pH entre 5 et 6 est comparable à celui qui peut être mesuré dans des sables saturés en eau.

Les questions qui se posent sont donc i) à quoi correspond et ressemble cette zone de transition, ii) pourquoi présente-t-elle des paramètres si différents de la configuration avant curage?

Part. 1 : Les essais en réseau (Site de l'Allée de l'Erdre - Nantes)



Trois espèces soufrées quantifiables sont représentées sur ces graphes (sulfures, sulfates, soufre total).

Les concentrations en soufre total sont très proches entre les deux états du système. Les différences résident dans i) la présence d'une zone de transition, telle que déjà décrite pour les paramètres globaux (15 cm environ) dans laquelle les concentrations en espèces soufrées évoluent fortement; ii) des concentrations en sulfures et en sulfates différentes.

Avant curage, dans un système que l'on peut estimer relativement équilibré (équilibre eau-interface-sédiment), la concentration en sulfures est très faible et la concentration en sulfates de l'ordre de 25 mg/l, proche de la concentration totale en soufre.

Après curage, la concentration en sulfures est de l'ordre de 5 mg/l au dessus de la zone de transition et atteint 40 mg/l dans la zone de transition. La concentration en sulfates est aussi différente avec une décroissance entre 20 et 10 mg/l en se rapprochant de la couche minérale.

Ces résultats sont indicateurs de l'activité des bactéries sulfato-réductrices dans le système après curage. La transformation des sulfates en sulfures conduit à un milieu réducteur, ce qui est en cohérence avec le potentiel redox mesuré.

Part. 1 : Les essais en réseau (Site de l'Allée de l'Erdre - Nantes)

- Mise en évidence d'une couche réactive après curage (sédiment fluide)
- Des limites méthodologiques
 - ⇒ nécessité d'utiliser une approche spécifique pour le prélèvement des eaux interstitielles

Méthodes d'échantillonnage des eaux interstitielles – Nantes 09 janvier 2013

Ces résultats posent la question de la présence de la couche de sédiment fluide au dessus du sédiment induré, lors des évolutions globales au cours du temps de la couche de sédiment considéré dans sa globalité.

Les limites méthodologiques se situent entre autre au niveau de la mesure des espèces soufrées (hydrogène sulfuré notamment).

Ce travail de terrain qui n'a pas permis de caractériser finement ce compartiment, illustre le besoin de développer une technique de prélèvement de l'eau interstitielle (couche non consolidée et dépôt sédimentaire).

Part. 2 : Les techniques de prélèvement

■ Des méthodes intrusives

⇒ problématique de la préservation de la structure du dépôt (partie non consolidée et dépôt)

- Des méthodes « actives » ponctuelles : extraction de la phase aqueuse et/ou solide
- Des méthodes « passives » intégratives : échantillonnage de l'eau interstitielle

⇒ problématique de préservation des couples redox = abri de l'O₂

Méthodes d'échantillonnage des eaux interstitielles – Nantes 09 janvier 2013

Différentes techniques ont été développées pour le milieu sédimentaire naturel (rivière, lac, océan). Elles sont toutes intrusives (*i.e.* introduction d'un outil dans le dépôt sédimentaire) et peuvent être séparées en 2 catégories, une catégorie dite active qui consiste en l'extraction mécanique ponctuelle de la phase aqueuse et l'autre dite passive qui permet par échange intégratif d'échantillonner les solutés. En raison de l'existence de couples d'oxydo-réduction liés à la séquence de minéralisation de la matière organique avec la profondeur il est nécessaire de pouvoir travailler à l'abri de l'oxygène de l'air.

Part. 2 : Les techniques de prélèvement

■ Méthodes « actives »

Carottage + extraction de l'eau interstitielle

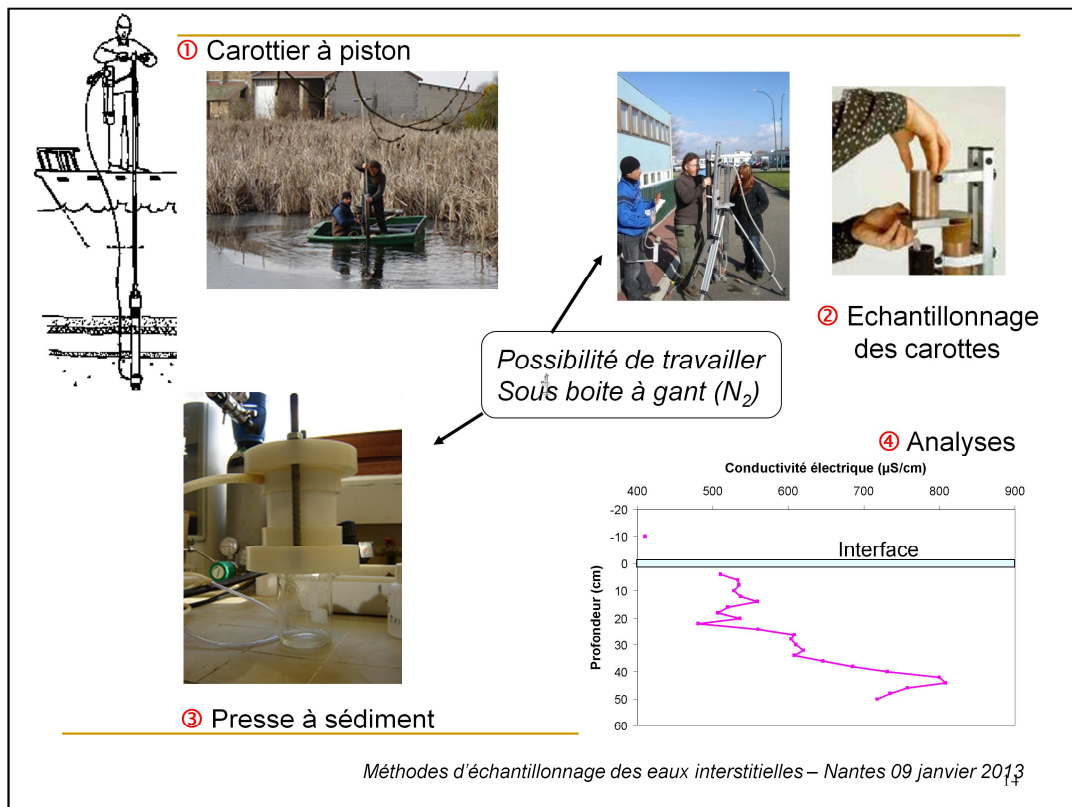
- 1) Carottage adapté aux échantillons(semi)liquides
carottier cryogénique/carottier à obturateur
 - 2) Sub-échantillonnage
 - 3) Extraction de l'eau par presse/centrifugation
- } *Nécessité de travailler
en atmosphère inerte*

⇒ *Caractérisations sur phase solide et liquide (dissous-colloïdal) !
Chimie globale*

Méthode ponctuelle
= résolution centimétrique (profil en z)
mais pas temporelle

Méthodes d'échantillonnage des eaux interstitielles – Nantes 09 janvier 2013

En raison du caractère semi-liquide des sédiments des techniques de carottages particulières doivent être utilisées. Il peut s'agir de carottiers cryogénique ou à obturateur. Après sub-échantillonnage (découpage de la carotte en tranche d'épaisseur souhaitée) l'eau contenue dans le sédiment est extraite par presse ou centrifugation. Les étapes de sous-échantillonnage et d'extraction de l'eau doivent être réalisées en atmosphère inerte, c'est à dire à l'abri de l'oxygène de l'air. L'avantage de cette technique est qu'elle prélève à la fois les phases solide et liquide. Elle permet de s'intéresser aux compartiments dissous et colloïdal et de réaliser un large spectre d'analyses chimiques. C'est une méthode ponctuelle (qui fournit une image à un temps donné) qui permet d'obtenir des informations en fonction de la profondeur selon une résolution centimétrique.

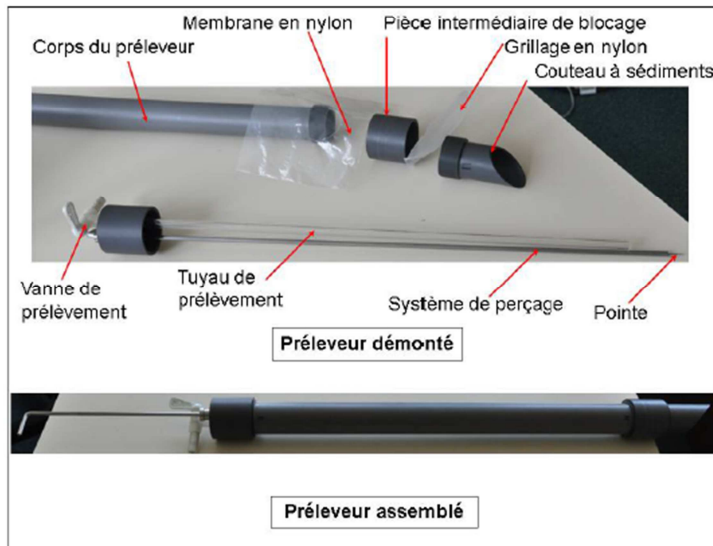


Ce transparent illustre l'utilisation (1) d'un carottier à obturateur, (2) de l'échantillonnage des carottes prélevées, (3) de l'utilisation d'une presse à sédiment qui permet de recueillir l'eau interstitielle sur laquelle sont réalisées des analyses (4). Le graphe en bas à droite présente l'évolution avec la profondeur de la conductivité électrique analysée sur les échantillons recueillis.

Part. 2 : Les techniques de prélèvement

■ Méthodes « actives »

« **pore extractor** » d'après Nayar et al. (2006)



Méthode ponctuelle
= résolution ni spatiale
ni temporelle

⇒ *Caractérisations
sur liquide
(dissous-colloidal)!*
Chimie globale

itielles – Nantes 09 janvier 2013

Le préleveur d'eau interstitielle construit à Nantes s'inspire de l'extracteur d'eau de pore de Nayar (2006). Le principe est de mettre le tube sous vide, puis de percer ensuite la membrane en nylon pour faire pénétrer l'eau interstitielle du sédiment.

Caractérisation des espèces présentes sous forme dissoute et sous forme colloïdale (particules de taille inférieure à 1 μm) dans les eaux prélevées

Part. 2 : Les techniques de prélèvement

■ Méthodes « passives »

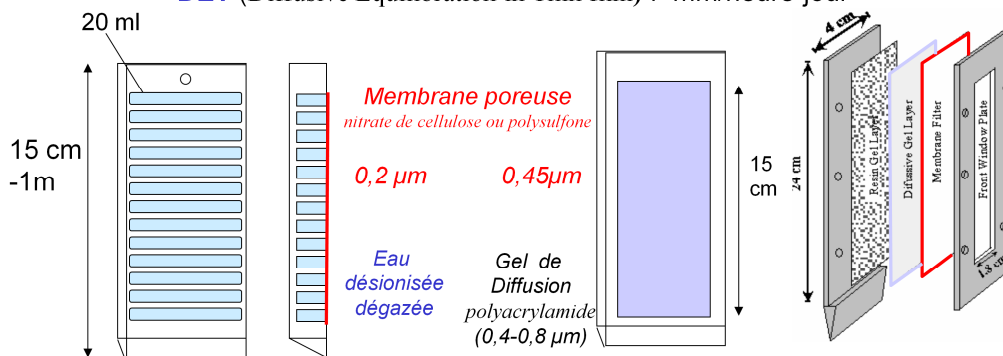
- méthodes par diffusion et équilibration :

= intégration temporelle et spatiale

- **Dialyseur** : cm/3semaines

- **DET** (Diffusive Equilibration in Thin film) : mm/heure-jour

⇒ Caractérisations
dissous-colloidal
Métaux et ions



Méthodes d'échantillonnage des eaux interstitielles – Nantes 09 janvier 2013

La deuxième catégorie regroupe les techniques dites passives. Elles offrent la possibilité d'intégrer des pas de temps plus ou moins longs. Au sein de cette catégorie on peut distinguer deux sous-types. Le premier regroupe des techniques mettant en jeu un état d'équilibre entre les eaux interstitielles et l'outil. Elles fournissent une image intégrée sur environ 3 semaines dans le cadre du dialyseur qui est constitué d'une plaque en téflon d'une longueur pouvant varier de 15 cm à 1 m et dans laquelle des logettes ont été creusées. Ces logettes sont remplies par de l'eau désionisée et séparées du milieu par une membrane poreuse (nitrate de cellulose ou polysulfone) présentant une porosité de 0,2 ou 0,45 μm . Le tout est enfoncé verticalement dans le sédiment. Au bout de plusieurs semaines un équilibre s'établit entre l'eau interstitielle et l'eau désionisée. L'intérêt de cette technique est qu'elle permet de recueillir de larges volumes (par ex. 20 ml). L'autre technique basée sur l'équilibre est la DET (Diffusive Equilibration in Thin Film). La diffusion se fait toujours à travers une membrane poreuse de porosité de 0,45 μm mais cette fois-ci vers un gel en polyacrylamide (à la place de l'eau désionisée) d'une épaisseur de 0,4 à 0,8 μm . La hauteur d'échantillonnage est de l'ordre de 15 cm, il permet un échantillonnage vertical de l'ordre du mm. L'état d'équilibre est atteint au bout de quelques heures.

Ces deux techniques en raison de l'utilisation de la membrane poreuse permettent la caractérisation dans les phases dissoutes et colloïdales des ions et métaux.

Part. 2 : Les techniques de prélèvement

Dégazage préalable



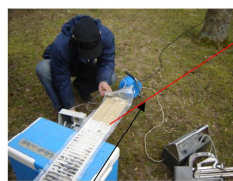
Mise en place dans sédiment



Dialyseur

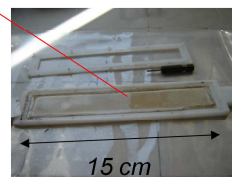


DET, DGT



95 cm

Interface
Eau-sédiment



15 cm

Méthodes d'échantillonnage des eaux interstitielles – Nantes 09 janvier 2013

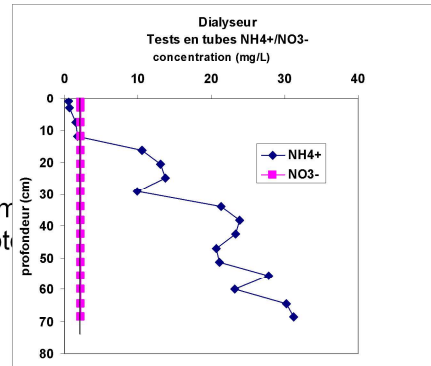
Ce transparent illustre la mise en place de ces deux techniques de prélèvement qui nécessitent au préalable un dégazage. Après son retrait du sédiment le dialyseur est placé dans une gaine sous atmosphère inerte (N₂)

Part. 2 : Les techniques de prélèvement



Prélèvement sous vide
(vacutainer®)

Analyse imm
(Spectrophot
+ AAS, ...



Méthodes d'échantillonnage des eaux interstitielles – Nantes 09 janvier 2013

Le dialyseur une fois ramené au laboratoire fait l'objet de prélèvements sous vide (utilisation de tubes vacutainers) qui sont analysés immédiatement par spectrophotométrie (ions) et absorption atomique (métaux). Le graphe de droite présente ainsi la concentration en ammonium et en nitrate en fonction de la profondeur dans le sédiment

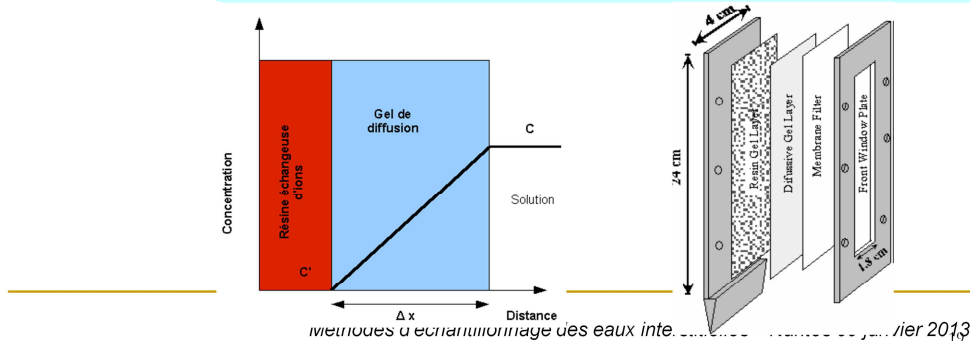
Part. 2 : Les techniques de prélèvement

■ Méthodes « passives »

- méthodes par diffusion et fixation :
 - = intégration temporelle et spatiale
 - DGT (Diffusive Gradient in Thin film) : mm/heure-jour

- Chelex pour les cations métalliques
- AgI pour les sulfures
- Fe-oxydes pour les phosphates

⇒ *Caractérisations dissous-colloïdal*



Une autre sous-catégorie de techniques passives est basée sur le principe de la diffusion et fixation des espèces sur une résine (DGT pour Diffusive Gradient in Thin film) de type chelex pour les cations métalliques, de type AgI pour les sulfures et de type Fe-oxydes pour les phosphates) recouverte par un gel de diffusion et une membrane poreuse du même type que pour les DET. Cet outil permet d'obtenir une image intégrée sur une durée de plusieurs heures et sur une profondeur de 15 cm avec une résolution de l'ordre du mm. En fonction de la membrane poreuse il permet de s'intéresser aux phases dissoute et colloïdale .

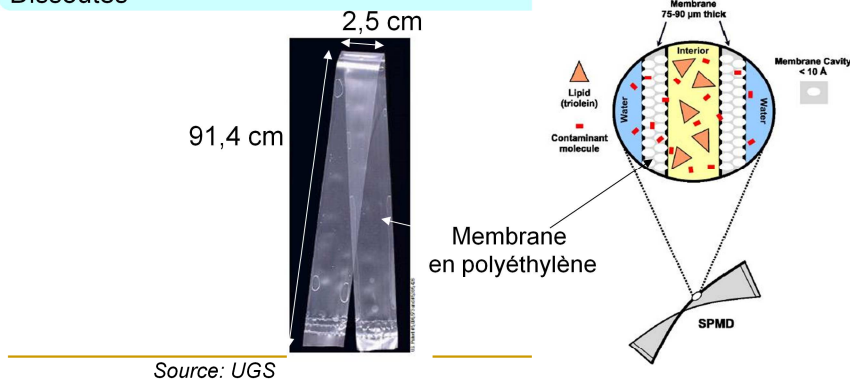
Part. 2 : Les techniques de prélèvement

■ Méthodes « passives »

- méthodes par fixation : = intégration temporelle

SPMD (SemiPermeable Membrane Device) : mois

Molécules organiques hydrophobes (PCB, HAP, pesticides Organo-chlorés, ...) Dissoutes



Méthodes d'échantillonnage des eaux interstitielles – Nantes 09 janvier 2013

La dernière des techniques passives, la SPMD (SemiPermeable Membrane Device) permet aux substances dissoutes à forte affinité pour les matières grasses (PCB, HAP, ..) de se fixer sur de la trioléine (figurant des lipides) après avoir traversé une membrane. Cet outil permet d'obtenir une information moyennée sur une durée d'un mois en un point (eau surnageante ou eau interstitielle si elle est insérée horizontalement dans le sédiment)

Conclusion

- **Un nombre certain de techniques existantes**
- **Des techniques à choisir en fonction des espèces visées**
 - Cycles N, P, S
 - Éléments métalliques
 - Substances organiques
- **Des techniques à choisir en fonction de la dynamique**
 - **Etat stationnaire**
 - **Etat transitoire /dynamique (sédimentation/érosion)**
- **Des techniques à choisir en fonction de la résolution spatiale**
- ⇒ **besoin d'adapter/tester/valider les techniques développées en milieu naturel (lac, mer, ...) au réseau et à ses particularités**

Méthodes d'échantillonnage des eaux interstitielles – Nantes 09 janvier 2013

En conclusion, il existe un nombre important de techniques développées pour le milieu naturel qui permettent d'échantillonner les eaux interstitielles. Elles doivent être choisies en fonction (i) des espèces à caractériser de la (ii) résolution temporelle souhaitée (état stationnaire vs transitoire) et en fonction (iii) de la résolution spatiale souhaitée.

Cependant afin qu'elles soient vraiment opérationnelles en réseau il conviendra de les adapter, de les tester et les valider en situation réelle.