

Micro-capteurs pour la gestion durable de la qualité des eaux

P. Namour, B. Khadro, N. Jaffrezic

► **To cite this version:**

P. Namour, B. Khadro, N. Jaffrezic. Micro-capteurs pour la gestion durable de la qualité des eaux. 8ème Congrès International GRUTTEE 2009 Ressources en eau: Quels outils scientifiques pour une gestion durable de leur qualité?, Oct 2009, Nancy, France. 4 p., 2009. <hal-00516957>

HAL Id: hal-00516957

<https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00516957>

Submitted on 13 Sep 2010

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

MICRO-CAPTEURS POUR LA GESTION DURABLE DE LA QUALITE DES EAUX

Namour Philippe^{1*}, Khadro Basma², Jaffrezic Nicole^{3*}

* *Université de Lyon, Laboratoire des Sciences Analytiques, UMR CNRS 5180, UCB-Lyon 1, CPE, F-69622, Villeurbanne cedex, France,*

* *Cemagref, UR QEPP, 3^{bis} Quai Chauveau, CP 220, F-69336, Lyon cedex 09, France*

La surveillance de l'environnement constitue le premier pilier des politiques de gestion, de protection et de restauration des eaux de surface et des ressources souterraines des bassins versants. La Directive Cadre sur l'Eau (EU, 2000) entre en application et va amplifier à terme le marché de la métrologie environnementale. Devant le coût prohibitif des analyses de laboratoire requises et les artefacts possibles lors de la séquence prélèvement-conditionnement-transport, il est nécessaire de concevoir de nouvelles stratégies de surveillance des milieux. Une des voies possibles passe par le déploiement d'instrumentations à bas coûts, d'acquisition de données de masses et d'outils de validation, de gestion et d'interprétation de ces données. Toutefois actuellement ce nouveau type d'instrumentation ne couvre pas encore la totalité des paramètres de la Directive Cadre sur l'Eau (EU, 2000, 2008), et cela ne sera sans doute pas encore le cas avant 2015, voire 2021. L'ampleur de ce défi métrologique demande la mobilisation de disciplines, trop peu souvent rassemblées en écologie aquatique.

Sous la pression croissante de besoins tant réglementaires (DCE, LEMA) que cognitifs, (exploration du fonctionnement des hydro-systèmes), une des tendances lourdes de la chimie environnementale actuelle est d'évoluer vers la portabilité et le suivi *in situ* en continu d'un nombre croissant d'analytes nécessaires à la caractérisation et au suivi fonctionnel des milieux aquatiques.

Besoins réglementaires

La surveillance de la ressource en eau et des milieux naturels sera un enjeu environnemental majeur pour les années à venir, impliquant de très nombreux acteurs (collectivités territoriales, agences de bassin, organismes de contrôle, gestionnaires de stations de traitement, citoyens). En Europe, la Directive Cadre sur l'Eau, ou DCE 2000/60/EC (EU, 2000), et sa transposition en France : la Loi sur l'Eau et les Milieux Aquatiques (JO, 2006), imposent la connaissance et le suivi de 33 substances dites "prioritaires", ainsi que des substances de la liste définies à l'article R. 213-48-13 du Code de l'Environnement (JO, 2007), avec pour objectif d'atteindre le bon état des masses d'eau pour 2015, date fixée par la DCE avec des objectifs précis et mesurables. L'obligation de résultats a remplacé l'obligation de moyens et la menace de lourdes sanctions financières sont envisageables en cas de non atteinte des objectifs en 2015.

La réglementation impose la connaissance et le suivi des teneurs d'une liste de substances dites prioritaires avec pour objectif des concentrations inférieures aux NQE (bon état chimique) pour 2015.

Besoins cognitifs

La notion d'état écologique demande des avancées en hydrobiologie et écotoxicologie qui requièrent l'utilisation de métriques comparables, or actuellement des concentrations ponctuelles (analyses conventionnelles en laboratoire) sont confrontées avec des agencements biocénétiques, par nature intégrateurs. Enfin les événements polluants, singulièrement perturbateurs pour les biocénoses exposées sont généralement de nature transitoire et exigent une mesure à l'instant précis du pic de pollution, nécessitant la présence d'une instrumentation prête à mesurer.

L'état de l'art en ce qui concerne le suivi physico-chimique et biologique des rivières, c'est-à-dire de ce qui est techniquement applicable actuellement et disponible pour la majorité des gestionnaires de terrain, est encore dominé par le protocole conventionnel : "prélèvement ponctuel et analyse en laboratoire" sur, au mieux en chimie, un échantillon moyen 24 heures, asservi au débit. La pertinence écologique d'un tel état de l'art est plus que problématique (Greenwood *et al.*, 2007). En effet, ce type de protocole n'informe que sur la teneur au temps t (habituellement pendant

¹ philippe.namour@cemagref.fr

²

³ nicole.jaffrezic@univ-lyon1.fr

les heures ouvrées) ignorant les variations horaires ou quotidiennes d'un rejet polluant et est incapable d'informer sur l'état écologique, ni même chimique d'une masse d'eau (Strobl and Robillard, 2008). L'échantillon moyen gomme également le caractère essentiellement dynamique d'un évènement polluant et les teneurs moyennes sont dépourvues de réalisme écologique. En rivière, les biocénoses ne sont jamais exposées à des teneurs moyennes, celles-ci n'existent pas concrètement pour elles. Elles sont réellement exposées à des changements de leur ambiance physico-chimique, d'autant plus perturbateurs qu'ils sont brusques et importants. En matière de toxicologie, la fluctuation est un paramètre plus important que la moyenne et dans notre cas, le pic de concentration maximale atteinte par le polluant importe plus que sa concentration moyenne.

En effet la quasi-totalité des événements polluants transitoires échappent à ce protocole conventionnel, que ce soit les rejets urbains de temps de pluie, et notamment ceux des déversoirs d'orages, ou les apports polluants ruraux mobilisés lors des pluies d'orages et particulièrement déstabilisant pour les biocénoses. L'état écologique d'une rivière résulte davantage de la dynamique des apports polluants, et surtout des teneurs paroxystiques des pics de pollution, que de leurs concentrations moyennes 24h, voire mensuelles comme les mesurent les intégrateurs passifs (Stuer-Lauridsen, 2005, Kot-Wasik *et al.*, 2007, Soderstrom *et al.*, 2009). Aussi un suivi en continu est-il indispensable à la détermination réelle des états chimique et écologique d'une masse d'eau.

Ce constat rend essentiel le développement d'outils économiques aptes à suivre en temps réel la physico-chimie des milieux aquatiques. La conception de moyens autonomes, rapides, fiables et précis adaptés aux mesures en continu, ouvre une voie innovante à l'évaluation des flux dans l'environnement. L'installation de micro-capteurs *in situ* répond à cette nécessité. Ce sont des instruments installés en réseau aux points névralgiques d'un système sous surveillance et mesurant en continu leur environnement physico-chimique.

Micro-capteurs

Il ressort des synthèses publiées sur les micro-capteurs (Buffle and Horvai, 2000, Dickert and Lieberzeit, 2000, Taillefert *et al.*, 2000, Greenwood and Roig, 2006, Johnson *et al.*, 2007, Jaffrezic-Renault, 2009) que les principes de détection ne semblent pas constituer un facteur limitant au développement de micro-capteurs environnementaux,

Leur conception et développement passent par un dialogue entre demandeurs de grandeurs physico-chimiques et fournisseurs de micro-capteurs environnementaux.

Réseau de micro-capteurs

Les micro-capteurs n'est que l'élément sensible d'un système de mesure (un réseau) et ne remplira ses fonctions qu'associé un système d'acquisition, de validation et de stockage des informations.

A ce réseau physique il convient d'ajouter une logistique assurant la maintenance et la gestion du réseau de micro-capteurs (e.g. : nettoyage, vérification, étalonnage, réparation), garante de la fiabilité des données. Cela implique la présence de personnels chargés de la maintenance du réseau si possible dans un esprit de démarche qualité.

Verrous scientifiques et technologiques

Les verrous scientifiques et technologiques à lever pour aboutir à des réseaux de micro-capteurs opérationnels sur le terrain sont plutôt situés au niveau du transducteur et du transmetteur. Aussi, les axes principaux de progrès des micro-capteurs sont-ils situés dans les domaines suivant :

- **Miniaturisation**, par intégration des différents modules sur une même puce, conduisant à une baisse de l'énergie consommée et semble avoir au moins sur les électrodes de conductivité un effet bénéfique sur la sensibilité. Demande des compétences en nanostructuration : utilisation de techniques de photolithographie et de lithographie douce (nanotechnologie & nanobiotechnologie) ;
- **Robustesse** et notamment la résistance aux conditions environnementales et à l'encrassement. La raison des difficultés de ces micro-capteurs à franchir le cap du terrain est certainement due pour partie à l'activité

microbiologique qui conduit à un encrassement des surfaces sensible. Ce point ne semble pas l'objet de recherche aussi développé que la détection, et des percées devraient être possibles notamment dans la passivation des surfaces ou encore l'usage d'ultra sons.. ;

- - **Communication**, un réseau de micro-capteurs doit avoir la possibilité de se géo-localiser (en cas de perte notamment), vérifier l'état de ses communications et de son voisinage, valider la qualité de ses données avant leur transmission, alerter en cas de situation anormale. De plus la technologie sans-fil semble indispensable au déploiement d'un réseau de micro-capteurs dans les milieux aquatiques : éviter la formation d'embâcles et l'arrachage du dispositif lors des crues et minimiser les risques de vandalisme par un dispositif discret. Aussi, convient-il de mentionner la nécessité de développer les Technologies de l'Information et de la Communication (TIC) dans le but de gérer les flux de données générés par un réseau de micro-capteurs de façon optimale.
- - **Autonomie** à augmenter par la diminution de la consommation énergétique et développement de possibilités d'alimentation *in situ* (les biopiles pourraient être une voie à explorer). La miniaturisation devrait avoir des effets bénéfiques sur la consommation énergétique des micro-capteurs ;
- - **l'Eco-conception** doit être intégrée dès le choix du principe de mesure. Dans l'éventualité de perte dans l'environnement, la constitution du micro-capteurs doit bannir l'utilisation de substances toxiques ou dangereuses pour l'environnement (notion de cycle de vie du micro-capteur à intégrer). Les micro-capteurs développés, de par leur taille de l'ordre du millimètre pour les plus gros, demandent peu de matière première, en général des dépôts nanométriques de métaux nobles, comme l'or ou le platine, sur du silicium. Et les quantités mises en œuvre sont très faibles, de l'ordre du nanogramme, voire du picogramme. Nous avons exclu tout usage de métaux lourds dans le système projeté, ainsi que les Substances Extrêmement Préoccupantes (*Substances of Very High Concern*) du système REACH⁴ et les Substances Prioritaires de la DCE. Une attention particulière sera portée sur la dimension "éco-compatible" du matériel mis en place dans la rivière lors de l'élaboration du cahier des charges. Enfin, du fait de leur taille réduite, la consommation énergétique des micro-capteurs est limitée. De plus dans un souci d'augmenter l'autonomie du système, la diminution de la consommation énergétique sera un des critères de sélection des technologies à retenir pour l'instrumentation du site.

Validation

Enfin, mentionnons une étape cruciale pour tout nouveau système de mesure en développement : la validation. Toutefois un très faible nombre, pour ne pas dire aucune publication porte sur des capteurs validés sur le terrain, si l'on excepte les électrodes ion-sélectives (ISE type électrode de pH) déjà commercialisées. La grande majorité des capteurs publiés sont accompagnés d'un nombre restreint de données sur leur performance. Généralement la liste se limite à la linéarité, les limites de détection et quantification et l'étude des interférents possibles. Pas de données sur les temps de latence et de réponse, les dérives à court terme et long terme, les temps de fonctionnement effectif et le taux de lacune du système. Autant de caractéristiques qu'il est nécessaire pour connaître le domaine de fonctionnement un capteur et ces performances réels. Nous avons depuis près trois ans un protocole de validation. En effet, en août 2006, le Comité technique CEN/TC 230 approuva l'intégralité de la norme ISO 15839, élaborée en 2003 par ISO/TC 147, et elle fut à son tour intégralement reprise par la commission T90L de l'AFNOR en décembre 2006. Cette norme européenne EN ISO 15839 : 2006, décrie l'essai de performance pour des capteurs destinés à la mesure de la qualité des eaux. Elle constitue une bonne base : en première partie la terminologie est clarifiée et en seconde partie la méthodologie bien expliquée. Toutefois les essais de caractérisation sur le terrain mériteraient d'être davantage formalisés. En 2007 paraissait une première déclinaison de la norme (NF T 90-554) destinée aux centres d'essai spécialisés dans l'évaluation des matériels de mesure en continu.

Conclusions

S'il existe actuellement, sous pression croissante de besoins réglementaires et cognitifs, un commun accord sur la nécessité d'opérer un changement de paradigme dans le suivi de la qualité des eaux, cette rupture technologique tant attendue est loin d'être aisée. En effet, la conception et le développement de nouveaux micro-capteurs demandent la mise en synergie de sciences étrangères à l'hydro-écologie, en associant des compétences allant de l'analyse des surfaces, tant spectrale que microscopique, les techniques de nano-structuration, la chimie des surfaces et réactivité des bio-interfaces et l'électrochimie et la micro-électronique jusqu'à l'analyse de données, la métrologie et aux sciences de l'information et communication. Donc des collectifs de travail transdisciplinaires délicats à constituer et à diriger. C'est la démarche qu'entreprend actuellement le Laboratoire des Sciences Analytiques de l'Université de Lyon en attendant l'ouverture officielle de l'Institut des Sciences Analytiques actuellement en gestation.

Le micro-capteur doit être vu comme l'organe sensible d'un système plus large chargé d'acquérir, d'évaluer et stocker de l'information. Le développement de ce système doit aussi être l'objet de recherche dans des domaines comme

⁴ REACH : *Registration, Evaluation and Authorisation of Chemicals* (Enregistrement, Évaluation et Autorisation des Produits Chimiques), voir le site <http://www.reachimpact.com/> pour la liste à jour des substances extrêmement préoccupantes.

la télétransmission, le traitement du signal et l'analyse de données, afin de fournir aux utilisateurs finaux (gestionnaires et scientifiques) un outil simple et convivial et des indicateurs valides et gérables commodément.

Ajoutons enfin pour conclure, que le développement de micro-capteurs pour l'environnement demande à être soutenu par des projets complexes à monter et dont l'évaluation est loin d'être facile, faute d'experts couvrant la totalité des champs disciplinaires impliqués.

Références citées

- Buffle, J. and Horvai, G. (2000) In-situ monitoring of aquatic systems: Chemical analysis and speciation, John Wiley, New York.
- Dickert, F.L. and Lieberzeit, P.A. (2000) Encyclopaedia of Analytical Chemistry. Meyers, R.A. (ed), pp. 3831–3855, Wiley, Chichester.
- EU (2000) Directive 2000/60/CE du Parlement européen et du conseil du 23 octobre 2000 établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau. Journal officiel des Communautés européennes (L327), 1-73.
- EU (2008) Common Position (EC) No 3/2008 adopted by the Council on 20 December 2007 with a view to the adopting Directive 2008/.../EC of the European Parliament and of the Council of ... on environmental quality standards in the field of water policy and amending Directives 82/176/EEC, 83/513/EEC, 84/156/EEC, 84/491/EEC, 86/280/EEC and 2000/60/EC. Official Journal of the European Union (3/2008), C71E/71-15.
- Greenwood, R., Mills, G.A. and Roig, B. (2007) Introduction to emerging tools and their use in water monitoring. TrAC - Trends in Analytical Chemistry 26(4), 263-267.
- Greenwood, R. and Roig, B. (2006) Report SWIFT, Deliverable 5: Directory of "Screening tools" - A toolbox of existing and emerging methods for chemical and ecological status monitoring under the WFD, Union Européenne, Deliverable 5.
- Jaffrezic-Renault, N. (2009) Analytical electrochemistry for environment: electrochemical microsensors for the in situ monitoring of pollutants. Actualite Chimique (327-28), 52-55.
- JO (2006) Loi no 2006-1772 du 30 décembre 2006 sur l'eau et les milieux aquatiques. Journal Officiel de la République Française (303), 20285-20348.
- JO (2007) Arrêté du 7 décembre 2007 établissant la liste des substances prioritaires ainsi que la liste des substances définies à l'article R. 213-48-13 du code de l'environnement relatif à la redevance pour pollutions diffuses. Journal Officiel de la République Française, 20937-20942.
- Johnson, K.S., Needoba, J.A., Riser, S.C. and Showers, W.J. (2007) Chemical sensor networks for the aquatic environment. Chemical Reviews 107(2), 623-640.
- Kot-Wasik, A., Zabiegala, B., Urbanowicz, M., Dominiak, E., Wasik, A. and Namiesnik, J. (2007) Advances in passive sampling in environmental studies. Analytica Chimica Acta 602(2), 141-163.
- Soderstrom, H., Lindberg, R.H. and Fick, J. (2009) Strategies for monitoring the emerging polar organic contaminants in water with emphasis on integrative passive sampling. Journal of Chromatography A 1216(3), 623-630.
- Strobl, R.O. and Robillard, P.D. (2008) Network design for water quality monitoring of surface freshwaters: A review. Journal of Environmental Management 87(4), 639-648.
- Stuer-Lauridsen, F. (2005) Review of passive accumulation devices for monitoring organic micropollutants in the aquatic environment. Environmental Pollution 136(3), 503-524.
- Taillefert, M., Luther III, G.W. and Nuzzio, D.B. (2000) The application of electrochemical tools for in situ measurements in aquatic systems. Electroanalysis 12(6), 401-412.