Cah. Techn. I.N.R.A. 2006 58, pp 17-25

Prélèvements automatisés de l'eau dans une colonne de sol en laboratoire

Yannick Hamon, Cédric Legout, Jérôme Molénat [1]

Résumé

Nous présentons un dispositif permettant d'automatiser le prélèvement d'eau, réalisé dans des colonnes de sol utilisées pour étudier le transfert de solutés dans les sols. Le prélèvement dans une colonne se fait au moyen de micro bougies poreuses qui, mises en dépression, « aspirent » un volume d'eau de quelques ml présent dans la porosité du sol. L'automatisation porte sur la mise en dépression des bougies et la collecte de l'échantillon. Le dispositif est constitué d'un circuit de purge et d'un circuit de prélèvement. L'ouverture de ces circuits est contrôlée par des électrovannes activées en fonction du niveau d'eau dans les tubes de purge et de prélèvement. L'activation des électrovannes se fait par un relais contrôlé par un comparateur. Ce dispositif permet de prélever simultanément des échantillons à différents points dans la colonne.

Mots clés : Sol, transfert, traceur, prélèvement d'eau, bougie poreuse

Introduction

Les études menées sur l'hydrologie des bassins versants cherchent à comprendre les mécanismes de transferts, dans les paysages, de l'eau et des éléments chimiques associés à l'eau, comme par exemple les nitrates et les produits phytosanitaires. La finalité des études est d'apporter des informations et des outils de simulation pour une bonne gestion de la ressource en eau. La compréhension des mécanismes de transferts permet entre autres de développer des modèles numériques capables de simuler la relation entre l'occupation des sols (parcellaire, pratiques culturales, modes de fertilisation) et la qualité chimique et physique des eaux de surface (rivière) et souterraine (sol, nappe).
Comprendre les mécanismes de transferts signifie identifier les chemins empruntés par l'eau et les éléments chimiques à la surface du sol, dans le sol et dans le sous-sol, ainsi que quantifier leurs vitesses le long de ces chemins et comprendre les relations entre les propriétés géométriques du sol (topographie, porosité, conductivité hydraulique …) et les transferts. Pour cela deux types d'approche expérimentale peuvent être menés. Une première approche consiste à observer les processus et à conduire des expérimentations, de traçage par exemple, en conditions naturelles. Cette approche permet d'identifier les mécanismes de transfert. En revanche l'étude fine de ces mécanismes dans les bassins versants est souvent difficile. En effet le milieu au sens large (occupation du sol, météorologie, pratiques culturales, nature des sols et des sous-sols) et son évolution y sont rarement contrôlés ou connus dans le détail. On se tourne alors vers une seconde approche qui est l'expérimentation sur maquette au laboratoire en milieu connu et contrôlé.

[1] Equipe DEBA Dynamique des Eléments dans les Bassins versants Agricoles -UMR INRA-ENSA Sol, Agronomie et Spatialisation- ✉ 65 rue de Saint Brieuc CS 84215, 35042 Rennes Cedex - ☎ 02-23-48-57-90 – courriel : hamon@roazhon.inra.fr

L'expérimentation en laboratoire permet d'étudier les mécanismes élémentaires et de les quantifier précisément pour effectuer la modélisation des processus.
En 2004, nous avons développé à l'UMR SAS une maquette de sol pour étudier les mécanismes hydrologiques impliqués dans le transfert des nitrates, et plus généralement des anions, dans un sol soumis à des conditions d'humidité variable. L'originalité de cette maquette est de pouvoir reproduire les fluctuations de la surface de la nappe qui se développe dans les sols afin d'étudier l'impact des fréquences et des amplitudes de ces fluctuations sur le déplacement des solutés du sol vers la nappe. Nous présentons ici le dispositif automatique de prélèvement d'échantillons d'eau au sein de la maquette de sol en vue de son analyse pour les éléments chimiques.

1. La maquette de colonne de sol

1.1. Principe

La colonne est un tube en PVC de 30 cm de diamètre et de 150 cm de hauteur (**figure 1)**. Ce tube est rempli dans notre cas d'une arène granitique remaniée, qui constitue avec l'altérite de schiste, le principal substrat géologique du Massif Armoricain dans lesquels les nappes se développent et leur surface fluctue.
Le principe de l'expérimentation sur colonne est de suivre le déplacement d'un soluté appliqué à la surface de la colonne jusqu'à sa base. La maquette a été conçue de façon à contrôler les apports d'eau et l'injection d'une solution enrichie en soluté en sommet de colonne, à contrôler le débit d'écoulement d'eau à la base de la colonne et à mesurer l'humidité et le potentiel capillaire dans le sol au sein de la colonne. Les apports d'eau en sommet de colonne sont censés reproduire les pluies observées sur le terrain, et peuvent être fixés à 4 intensités différentes (6, 15, 20 et 30 mm h^{-1}). L'humidité est mesurée par Time Domain Reflectometry (modèle Trase, guides d'onde de 8 cm de long) et le potentiel capillaire par des tensiomètres constitués de céramiques poreuses (SDEC 230, L= 25 mm, Ø = 6mm, Ks = 5 10^{-7} cm s^{-1}) raccordées à des capteurs de pression (26PC-Honeywell).
L'objectif des expérimentations est d'étudier les mécanismes hydrologiques impliqués dans le transfert des solutés anioniques, sans s'intéresser aux mécanismes de transformation biogéochimiques qui peuvent affecter cet élément. Aussi le soluté que nous avons retenu pour nos expérimentations est le bromure, élément conservatif, non réactif, non contrôlé par les mécanismes biogéochimiques. Le bromure constitue ici un traceur du transfert des anions conservatifs dont nous suivons le déplacement dans la colonne par des prélèvements d'échantillon d'eau.

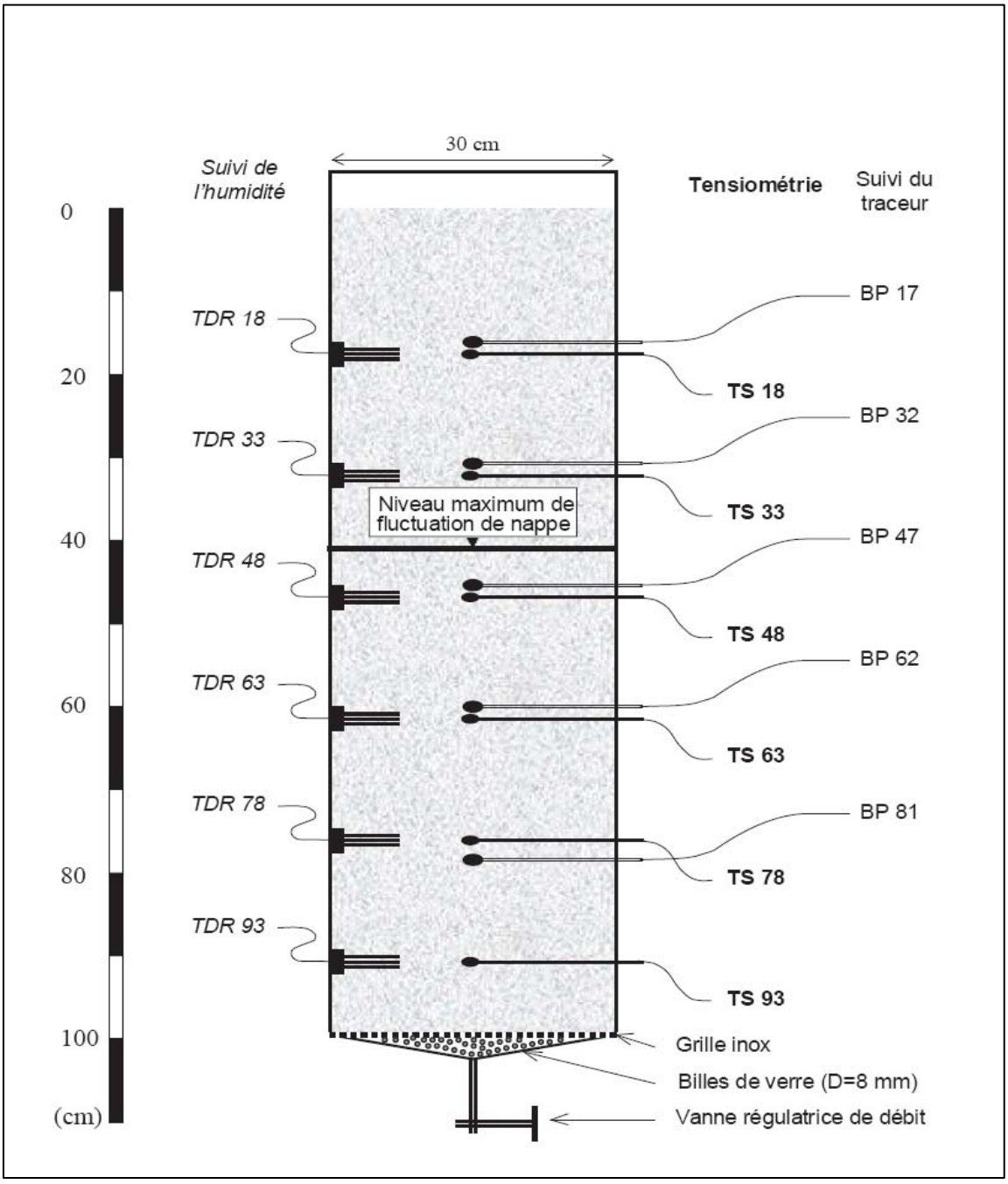


figure 1 : S*chéma en coupe de la colonne avec ses capteurs.*
Chaque capteur est défini par son nom et sa profondeur en cm par rapport à la surface de l'arène (TDR pour Time Domain Reflectrometry, TS pour tensiométres et BP pour Bougies de Prélèvement).

1.2. Prélèvements d'eau dans la colonne

Le suivi des concentrations du traceur au cours des expérimentations est réalisé en sortie de colonne par prélèvement d'échantillons d'eau s'écoulant par gravité à la base de la colonne. Il se fait également par prélèvement d'eau au sein de la colonne. Ces échantillons sont ensuite analysés par le pôle analytique de l'UMR SAS par chromatographie ionique. Le prélèvement d'eau dans la colonne est effectué au moyen de micro bougies poreuses. Une bougie poreuse est composée d'une céramique poreuse, identique à celles utilisées pour la fabrication des tensiomètres, raccordée à un capillaire **(figure 2).**
La bougie poreuse est installée dans la colonne. Le prélèvement d'eau du sol se fait à travers la céramique poreuse, le capillaire servant à exporter l'eau de la colonne.
Pour comprendre le fonctionnement d'une bougie poreuse, il faut rappeler que le sol dans la colonne peut être soit totalement saturé, i.e., la totalité de la porosité du sol est remplie par l'eau, soit partiellement saturé ou non saturé, i.e. une fraction de la porosité du sol est remplie par l'eau, la fraction complémentaire par l'air. Dans le sol non saturé, l'eau est à une pression inférieure à la pression atmosphérique. Il faut donc appliquer dans le capillaire une dépression pour que l'eau du sol coule dans le capillaire. Dans notre cas, la dépression appliquée est de 600 mbar sous la pression atmosphérique.
On suppose que les concentrations en soluté mesurées dans les échantillons d'eau collectés par l'intermédiaire des bougies poreuses sont représentatives des concentrations de l'eau du sol dans la colonne à l'instant *t* et au point *x* du prélèvement. Selon le protocole expérimental (intensité des apports d'eau, durée d'injection du traceur), la fréquence des prélèvements varie de la quinzaine de minutes à l'heure. Le nombre de points de prélèvement dans la colonne est de cinq.
Nous avons développé un dispositif semi-automatique de prélèvement pour les raisons suivantes :

1. La collecte d'eau de la zone non saturée par l'intermédiaire de céramique poreuse nécessitant la mise en dépression, le dispositif de prélèvement doit permettre de mettre en dépression simultanément les 5 niveaux de prélèvement situés à 17, 32, 47, 62 et 81 cm de la surface du sol.
2. Les volumes nécessaires au dosage des ions bromures par chromatographie étant inférieurs au ml, nous avons choisi de ne prélever que 3 ml de solution à chaque pas de temps d'échantillonnage. Afin de ne pas trop perturber les écoulements dans la colonne, la mise en dépression devait être coupée une fois le volume requis échantillonné.
3. Afin de ne pas récupérer au temps *t*, l'eau du prélèvement effectué au temps *t-1*, un système de purge de l'eau stagnant dans le circuit a été mis en place.

2-Automatisation du prélèvement

2.1. Principe

L'automatisation du prélèvement est constituée chronologiquement i) de la mise en dépression simultanée de toutes les bougies poreuses par une pompe à vide, ii) de la purge de l'eau stagnante dans chaque céramique poreuse et dans le capillaire reliant la céramique au tube de prélèvement, iii) du prélèvement de 3 ml d'eau et iv) de l'arrêt de la dépression.
Chaque bougie est par conséquent reliée à un circuit de purge et à un circuit de prélèvement **(figure 2)**. Le circuit de purge permet de récupérer le volume correspondant à la purge, i.e. le

volume de la céramique et du capillaire (1 ml), dans un tube à essai (*TePur*). Le circuit de prélèvement est relié à un tube à essai de prélèvement (*TePre*). Chaque circuit se compose d'une partie électromécanique (électrovannes de purge et de prélèvement) commandées par une partie électronique. La détection du niveau d'eau requis dans les tubes à essais *TePur* et *TePre* conditionne la fermeture ou l'ouverture de chacun des deux circuits pneumatiques assurant ainsi la récupération d'eau dans l'un ou l'autre des tubes à essais.
A la mise en fonctionnement du système, l'électrovanne de purge (*EVPur*) normalement fermée (NF) est activée ce qui rend possible l'aspiration vers le tube de purge (*TePur*). Après détection du niveau requis le courant bascule sur le circuit de prélèvement **(figure 3)** assurant le retour au repos du circuit de purge. L'électrovanne de prélèvement (*EVPre*) est alors activée donc ouverte et la solution du sol est aspirée vers le tube de prélèvement (*TePre*). Après détection du niveau requis dans ce tube, l'électrovanne est désactivée (retour en position fermée, NF).
Nous détaillons maintenant le matériel et le fonctionnement des deux parties clés de ce système de prélèvement, i.e. pneumatique et électronique.

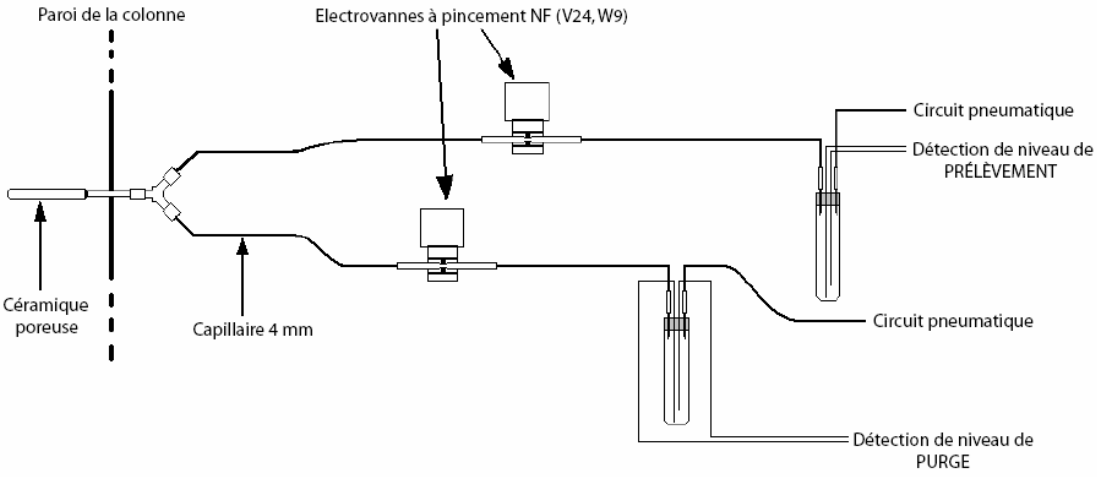


figure 2 : *schéma du dispositif de prélèvement automatique par bougie poreuse dans la colonne de sol*

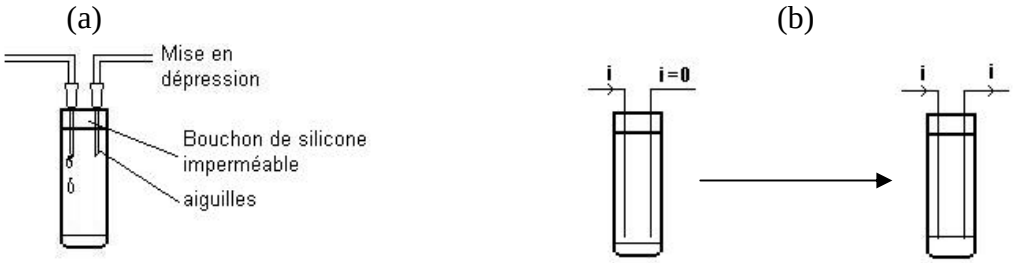


figure 3 : *Tube de prélèvement, ou de purge.*
Le remplissage se fait grâce à deux aiguilles hypodermiques :
(a). Une fois le tube rempli du volume d'eau voulu, l'eau assure le contact entre deux fils d'inox et ferme le circuit électrique (b). La fermeture du circuit actionne l'électrovanne.

2.2. Pneumatique

Une pompe (MZ2 – Vacuumbrand) assure la mise en dépression du circuit pneumatique.
Compte tenu des exigences de notre dispositif, deux types d'électrovannes pouvaient être utilisées, soit des électrovannes spécifiques à vide (CM6-FT – ASCO Joucomatic), soit des électrovannes à pincement. Les premières ayant le gros inconvénient de présenter un volume mort important, notre choix s'est orienté vers les secondes qui ont l'avantage de ne pas présenter de volume mort et d'être non polluantes puisque la solution reste dans le capillaire de prélèvement ; par ailleurs elles sont suffisamment puissantes pour assurer la fermeture du circuit pneumatique au vu des faibles dépressions mises en jeu (600 mb maximum).
Il s'agit d'électrovannes SIRAI à pincement normalement fermées (NF) pouvant pincer un tube de diamètre extérieur de 4,7 mm et de diamètre intérieur de 3,4 mm. Chaque électrovanne consomme une puissance de 9 W et est alimentée en 24 V. Ce système d'électrovannes nous affranchit de la mise en marche et de l'arrêt de la pompe à vide après chaque prélèvement effectué, cette dernière étant en fonctionnement permanent tout au long des expérimentations.

2.3. Electronique - matériel

Pour commuter les électrovannes, nous avons mis au point un système comprenant un relais enclenché par un comparateur ; celui utilisé est un amplificateur opérationnel (LM 311) qui intègre un transistor à sa sortie. Le principe du comparateur est le suivant (**figure 4**) :

- lorsque $V_+ > V_-$, la tension V_s est égale à $-V_{cc}$ (ici $V_{cc} = 0$). Le transistor est bloqué car pour $V_s = 0$, on a $I_b = 0$ A. Le courant passe alors par R_1, il existe une tension V_1 tel que $V_1 = (R_2/(R_2+R_1))*Vcc$.
- lorsque $V_+ < V_-$, la tension V_s est égale à $+V_{cc}$. Le transistor est alors passant, le courant circule dans le passage lui offrant le moins de résistance. La tension est donc nulle.

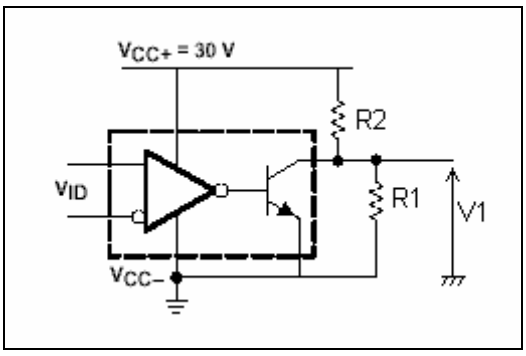
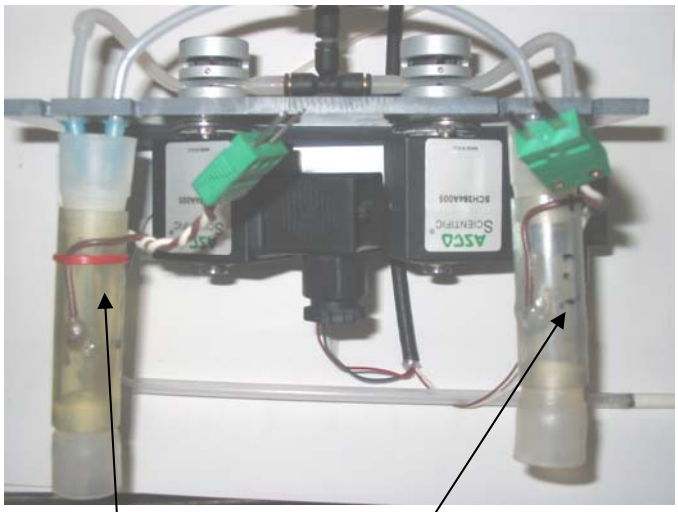
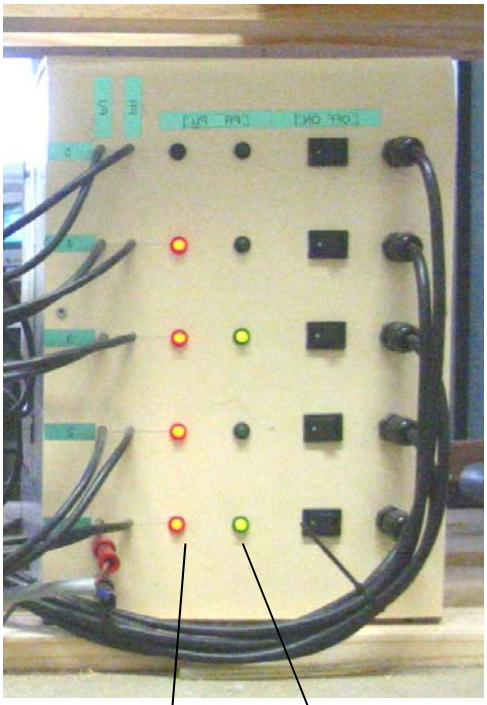


figure 4 : *Principe du comparateur déclenchant le circuit de relais à chaque détection de niveau*

Par ce principe, le comparateur assure le déclenchement du circuit de relais à chaque détection de niveau. Par ailleurs, les amplificateurs opérationnels ont l'avantage d'avoir une très grande résistance d'entrée, ce qui limite le courant entrant et par conséquent le risque d'électrolyse de la solution présente dans les tubes. Pour plus de sécurité, nous avons décidé de commuter, après détection de niveau, le courant sur un circuit parallèle au moyen d'un double relais, ce qui interrompt complètement le passage du courant dans l'échantillon.





Tube à essai de prélèvement **TePre**

Tube à essai de purge **TePur**

	Evènement	EV Purge NF	Led Rouge Niveau TePur	EV Prélèvement NF	Led Verte Niveau TePré
	Repos	0	0	0	0
Démarrage cycle prélèvement = interrupteur ON	Détection purge activée	1	0	0	0
Phase 1					
Purge	Niveau TePur atteint	0	1	1	0
Phase 2	Basculement de la purge au prélèvement				
Prélèvement					
Fin cycle prélèvement	Niveau TePré atteint	0	1	0	1
Interrupteur OFF	Réinitialisation	0	0	0	0

Différentes vues du dispositif + table de vérité illustrant les différents états de l'automate

2.3. Coût

Le coût du dispositif dépend en grande partie du coût de l'électrovanne. Celui-ci est d'environ 50 euros HT. A ceci s'ajoute le coût des composants électroniques, soit 60 euros environ par étage (prélèvement + purge).
Le coût de l'automatisation du prélèvement par bougie (2 électrovannes + composants électroniques) est donc d'environ 160 euros HT.

3. Fonctionnement

3.1. Tests

Nous avons testé le dispositif sur une colonne remplie d'arène granitique. L'eau dans la colonne, équipée avec cinq bougies poreuses, était à un potentiel capillaire de –2 à –3 mb, donc très proche de la saturation. Nous avons réalisé 15 séquences successives de prélèvement. La dépression appliquée par la pompe était de –600 mbar.
Ces tests ont montré d'une part des temps courts pour la réalisation d'un prélèvement d'eau dans la colonne, de l'ordre dix minutes. Ces temps se répartissent de la manière suivante : de l'ordre de 2 mn pour la purge d'1 ml et de 8 mn pour le prélèvement de 3 ml. La répétabilité de ces mesures est bonne d'un prélèvement à l'autre pour des conditions d'humidité constantes dans la colonne. Ils ont montré d'autre part, la durabilité et la robustesse de l'automate sur le long terme.

3.2. Exemple d'expérimentation

Nous présentons ici les résultats d'une expérimentation de traçage au bromure réalisée sur une colonne d'arène granitique remaniée. Cette expérimentation a été réalisée avec un débit d'apport d'eau constant en sommet de colonne de 12 mm h^{-1}. La pluie ainsi simulée a été remplacée à un instant *t* par l'application de 11 mm d'une solution enrichie en ions Br^- à 2000 mg l^{-1}. Nous avons suivi le transfert de ces ions bromures au sein de la colonne grâce au dispositif de prélèvement présenté dans cet article. Le pas de temps de prélèvement a été de 50 min. Au total, plus de 200 échantillons ont été prélevés à l'intérieur de la colonne au cours de cette expérimentation. Cet échantillonnage nous a permis de suivre le transfert du traceur au sein de la colonne comme en témoignent les courbes d'élution aux différentes profondeurs dans la **figure 5.**

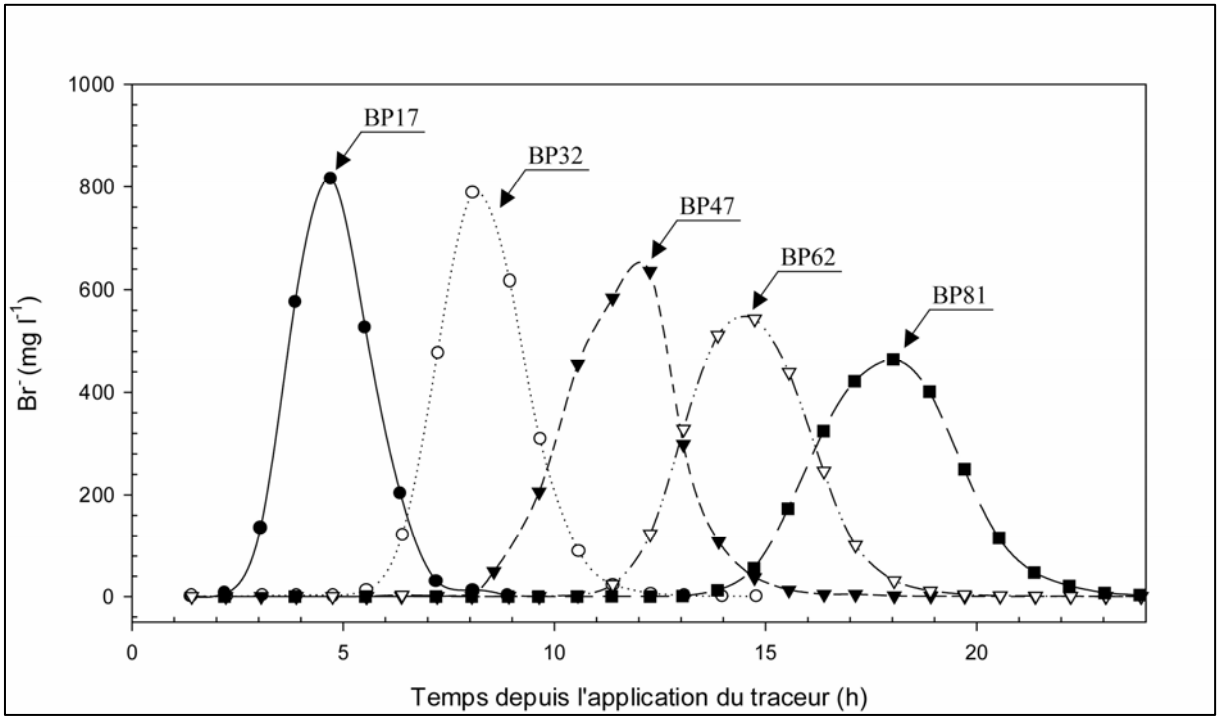


figure 5 : *Evolution des concentrations en bromures à 17, 32, 47, 62 et 81 cm dans la colonne au cours d'une expérimentation de traçage réalisée à un débit de 12 mm h^{-1}.*

Conclusion

Le dispositif ainsi automatisé permet maintenant de prélever des échantillons d'eau à différents points dans la colonne de façon simultanée avec une intervention limitée de l'opérateur. Il a prouvé sa robustesse et son efficacité au cours de multiples expérimentations de traçage réalisées courant 2005, ces expérimentations étant parfois conduites sur une durée de 7 jours avec des prélèvements toutes les heures.

Références bibliographiques

Legout, C., 2005, Etude des mécanismes hydrologiques et biogéochimiques de la recharge des nappes à surface libre, Université de Rennes1, 174p.

Legout, C., Molenat J., Aquilina L., Gascuel-Odoux C., Faucheux M., Fauvel Y. , Bariac T. Solute transport in soil and weathered granite with fluctuating water table, *J. of Hydrol.* (soumis).