



Circulaire du 5 janvier 2009 - Annexe 5

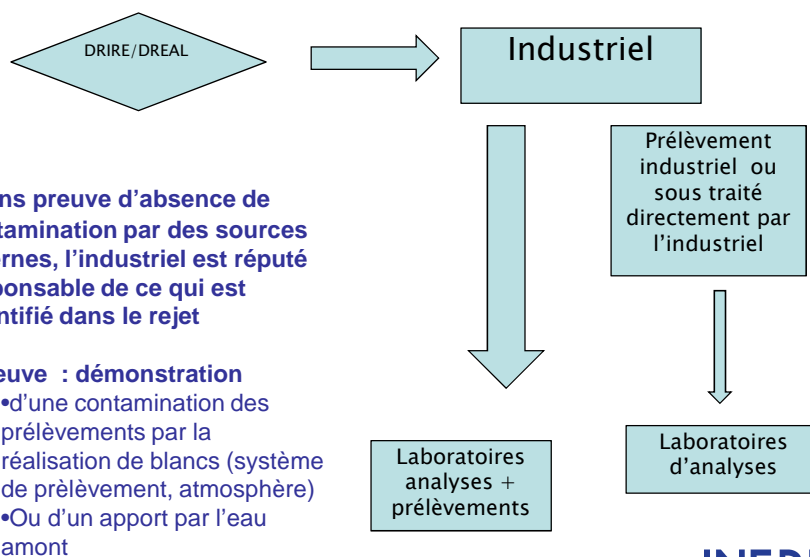
Questions les plus fréquentes

✓ Laboratoires, Exploitants, Inspection

Annexe technique –circulaire du 5 janvier 2009

INERIS

La responsabilité selon le montage retenu



INERIS

Les preuves : les blancs et les analyses en amont

Les blancs sont utiles pour démontrer l'absence de contamination par une source externe

- Blanc de système de prélèvement : organe du préleveur (tuyau, flacon de collecte)
- Blanc d'atmosphère : à utiliser uniquement si l'industriel suspecte une source externe « volatile ».

A contrario, si l'industriel utilise une substance volatile dans le process, il peut être responsable de sa présence dans le blanc d'atmosphère.

Un résultat d'analyse sera systématiquement réputé provenir du rejet en l'absence de données sur les blancs

Eau amont : prélèvement et analyse si l'industriel suspecte une source externe liée à l'eau utilisée dans son process (même substance, même moment, laboratoire accrédité)

INERIS

Approche pragmatique

- **1- Systématique (recommandée) : Blancs de prélèvements**
- **2 - Amont**
- **3 - Blanc d'atmosphère**
 - De nombreuses substances sont potentiellement concernées
 - Impossible d'en dresser une liste mais l'approche recommandée par analyse du blanc et de l'amont doit permettre une analyse individualisée des résultats pour recherche ciblée de l'apport atmosphérique

INERIS

Les industriels : les difficultés

-Méconnaissance de l'accréditation

- Elaboration d'une note explicative <http://rsde.ineris.fr/faq.php>
⇒*Comment lire une annexe technique? Comment s'assurer qu'un laboratoire est accrédité pour un paramètre et une matrice donnée?*

-Sélection d'un prestataire

- Laboratoire doit être **accrédité pour chaque substance demandée** (Il appartient à l'industriel de le vérifier)
- Devis très variable d'un laboratoire à un autre
⇒*grille de lecture de devis type*

INERIS

Opérations de prélèvements

- Quid des rejets discontinus et hétérogènes?
- Quid du « système d'homogénéisation » ?
- Méthodologie blanc système de prélèvement?

INERIS

Opérations de prélèvements

Prélèvement

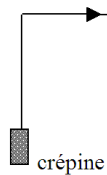
Mesure de débit

Homogénéisation de l'échantillon moyen

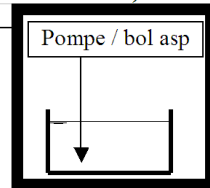
Répartition dans les flacons destinés à l'analyse

L'ÉCHANTILLONNAGE

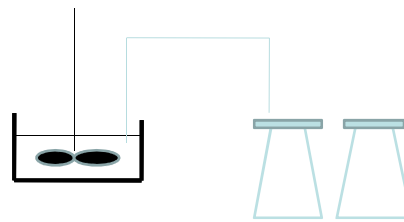
Tuyau de prélèvement



Préleveur automatique (mono bidon)



LA CONSTITUTION DES ÉCHANTILLONS



INERIS

Opérations de prélèvements

Le prélèvement : représentatif de l'activité industrielle

- Prélèvement continu sur 24 heures à température contrôlée
- Cas des rejets discontinus, hétérogènes : rejets par bâchées, rejets ponctuels, rejets eaux pluviales, etc....
 - § 3.4 de l'annexe 5 "*Dans le cas où il s'avérerait impossible d'effectuer un prélèvement proportionnel au débit de l'effluent, le préleveur pratiquera un prélèvement asservi au temps, ou des prélèvements ponctuels si la nature des rejets le justifie (par exemple rejets homogènes en batches). Dans ce cas, le débit et son évolution seront estimés par le préleveur en fonction des renseignements collectés sur place (compteurs d'eau, bilan hydrique, etc). Le préleveur devra lors de la restitution préciser la méthodologie de prélèvement mise en œuvre* »
 - Norme FD T 90-523-2 : §5.1 « *prélèvement ponctuel* »
 - Estimation du volume total d'effluent

INERIS

Opérations de prélèvements


L'homogénéisation

- Qu'entend-t-on sous le terme système d'homogénéisation ?
 - moyen mécanique équipé d'une pale permettant d'homogénéiser l'échantillon collecté (20 litres en général) avant distribution dans les flacons destinés au laboratoire pour analyse.
 - L'objectif étant de réaliser des sous-échantillons homogènes en concentration de matières en suspension sans qu'il y ait contamination.
 - Un groupe de travail mis en place par l'INERIS travaille sur la mise en place d'un protocole d'homogénéisation des effluents

INERIS

Opérations de prélèvements

Méthodologie des blancs

- **Blanc de système de prélèvement**
 - **Systématique** : vérifier l'absence de contamination liée aux matériaux et/ou contamination croisée entre prélèvements
 - Utilisation de matériaux les + inertes possibles : tuyau téflon pour la ligne d'échantillonnage et flaconnage verre
 - Un groupe de travail animé par le CEMAGREF travaille sur la mise en place d'un protocole blanc de système de prélèvements
 - Assurance qualité du laboratoire : 1 blanc tous les n prélèvements
-  Ne permet pas de s'affranchir de la contamination en cas de quantification dans le rejet
- **Offre des laboratoires : vérifier si blanc inclus ou en sus**

INERIS

Analyses

- Problématique des LQ imposées non atteintes?
- Absence d'accréditation tolérée?
- Analyse des PBDE?

INERIS

Problématique des LQ imposées non atteintes?

- Limites de Quantification (LQ) non atteintes dépendent entre autres de la matrice :
 - effluent chargé en MES, DCO, présence d'interférents comme les graisses etc...
- LQ non atteintes seront étudiées individuelles par INERIS et seront acceptées uniquement si :
 - commentaires associés et
 - justifications techniques proposéesacceptables.

A l'issue de cet examen, le résultat sera validé ou non.

INERIS

Absence d'accréditation tolérée?

- Uniquement pour les substances listées dans la circulaire : chloroalcane, diphénylétherbromés, alkylphénols et hexachloropentadiène.
- Pour toutes les autres substances, l'**accréditation** est **obligatoire**.
- Une demande d'accréditation en cours d'instruction sur une substance ne peut en aucun cas satisfaire aux exigences de l'exercice.
- Un bilan réalisé, début 2010 à partir des déclarations, a montré clairement qu'il existe *a minima* plusieurs laboratoires accrédités pour l'ensemble des substances hormis celles identifiées dans la circulaire.

INERIS

Analyse des PBDE

- Pas d'analyse de PBDE si MES < 50 mg/L
- Analyse **uniquement** sur la **fraction particulaire**
- Aucune restitution pour cette substance dans la fraction eau

INERIS

Transmission des résultats et vérification

- **GIDAF ou RSDE.INERIS**
- **Vérification au fil de l'eau de la cohérence des données, du respect des prescriptions et signalement à l'industriel, à l'inspection des problèmes constatés**
- **Signalement des problèmes constatés au prestataire pour régularisation avant la mesure suivante**
- **En cas de problème récurrent : ne pas payer le prestataire, s'il n'y a pas respect des prescriptions de l'annexe 5.**

INERIS

Appui technique : INERIS (AQUAREF)

- **Collaboration étroite avec les deux organisateurs d'essai d'aptitude français (BIPEA / AGLAE) depuis 2009 en vue de la mise en place d'EIL sur les substances de l'action RSDE**
 - **AGLAE : Nouveauté 2010 / 6 essais annuels**
 - Programme Action 3RSDE - Autres substances prioritaires sur eaux résiduaires
- **Amélioration des pratiques et des méthodes de prélèvements**
 - 7 sous-groupes techniques nationaux constitués.
 - Objectif général est de documenter les pratiques actuellement manquantes en vue d'une mise en œuvre plus aisée de méthodologies harmonisées sur le terrain.
 - Blanc de système de prélèvement et procédures de vérification,
 - Homogénéisation lors du conditionnement,
 - Choix de la nature du matériel et de la procédure de nettoyage
 - Conservation des échantillons avant analyse
 - Incertitudes liées aux échantillonneurs automatiques
 - Faisabilité des prétraitements des échantillons sur site
 - Formation des opérateurs de terrain

INERIS

Appui technique : INERIS (AQUAREF)

- En 2009, les quatre premiers sous-groupes ont démarré leur travail par une mise en commun des pratiques et une synthèse d'expériences, en vue d'une validation ultérieure de la démarche sur le terrain.
 - Finalisation des protocoles (1^{er} trimestre 2011)
- Ces protocoles seront évalués lors de l'essai collaboratif « opérations de prélèvement sur site » prévu fin 2011
- **Un guide technique (AFNOR) sera élaboré**
- **Journée d'échanges avec les laboratoires sur les analyses des substances en rejets canalisés : le 17/01/2011**
 - Accréditation des laboratoires étrangers, Alkylphénols : lesquels rechercher, les LQ associées, Prise en compte des MES et méthodes compatibles – conséquences sur l'expression du résultat....
 - Témoignages et retour d'expériences sur les difficultés rencontrés par les laboratoires sur l'action RSDE

<http://www.aquaref.fr/>

INERIS

Merci de votre attention

INERIS