



Action nationale RSDE

Principaux résultats de la campagne de surveillance initiale des substances dangereuses dans les rejets aqueux des ICPE – Métrologie

Bénédicte LEPOT- INERIS
Direction des Risques Chroniques
Unité CIME

Mardi de la DGPR – 6 décembre 2016



maîtriser le risque |
pour un développement durable |

Assurer la fiabilité des données à toutes les étapes de la chaîne de mesure

Apporter un éclairage pour l'exploitation et l'interprétation des données avec identification des éventuels points d'attention pour l'interprétation des résultats



Cadrage de l'action RSDE 2

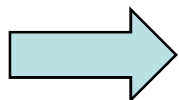
Cadrage renforcé de l'action RSDE2

Basé sur les points forts de l'action RSDE1, complété de nouvelles modalités indispensables pour améliorer la qualité et la fiabilité des résultats

- Performances analytiques (LQ) imposées
- Abaissement du seuil de coupure pour les effluents fortement chargés en MES
- Intégration de nouvelles métadonnées pour fiabiliser les résultats sur l'ensemble de la chaîne de mesure (échantillonnage et analyse)
- Outil de saisie des données et format d'échange de données (EDILABO)
- Qualification des données au fil de l'eau lors du dépôt des données par les exploitants, avec processus de validation
- Mise en place de GTs sous l'égide d'Aquaref

Accréditation des laboratoires (liste de paramètres)

Possibilité ouverte aux exploitants : réalisation opérations échantillonnage



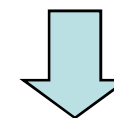
Annexe 5 de la circulaire du 5 janvier 2009

Les enseignements : Qualification des données

Qualification des données au fil de l'eau

Amélioration rapide de la qualité des données en base

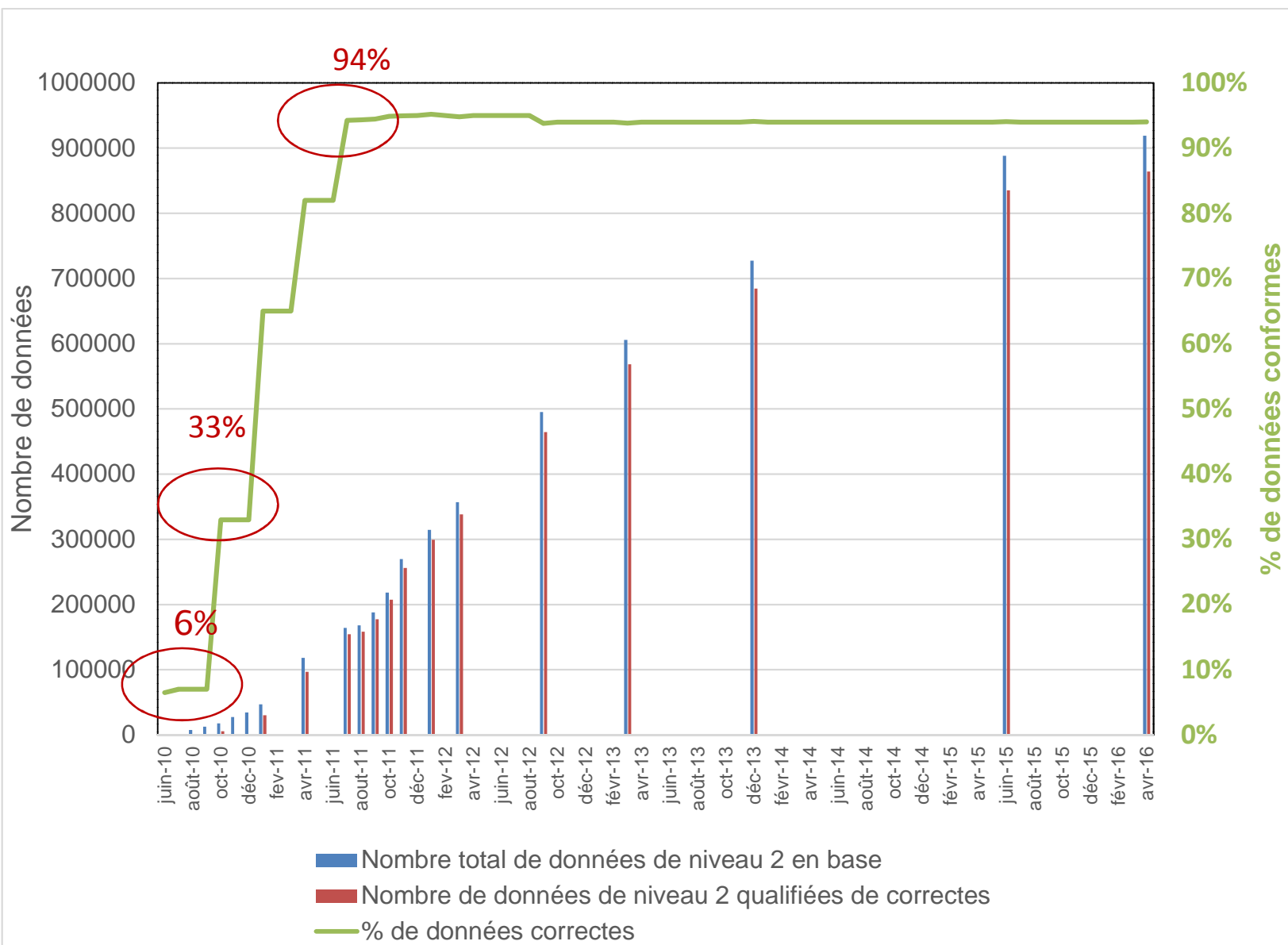
En un an le taux de conformité est passé de 6% à 94%, maintien du pourcentage de données en base correctes à 94%



Base de données consolidée, pérenne et utilisable avec un degré de confiance élevé

INERIS

maîtriser le risque | pour un développement durable



Les enseignements : Représentativité

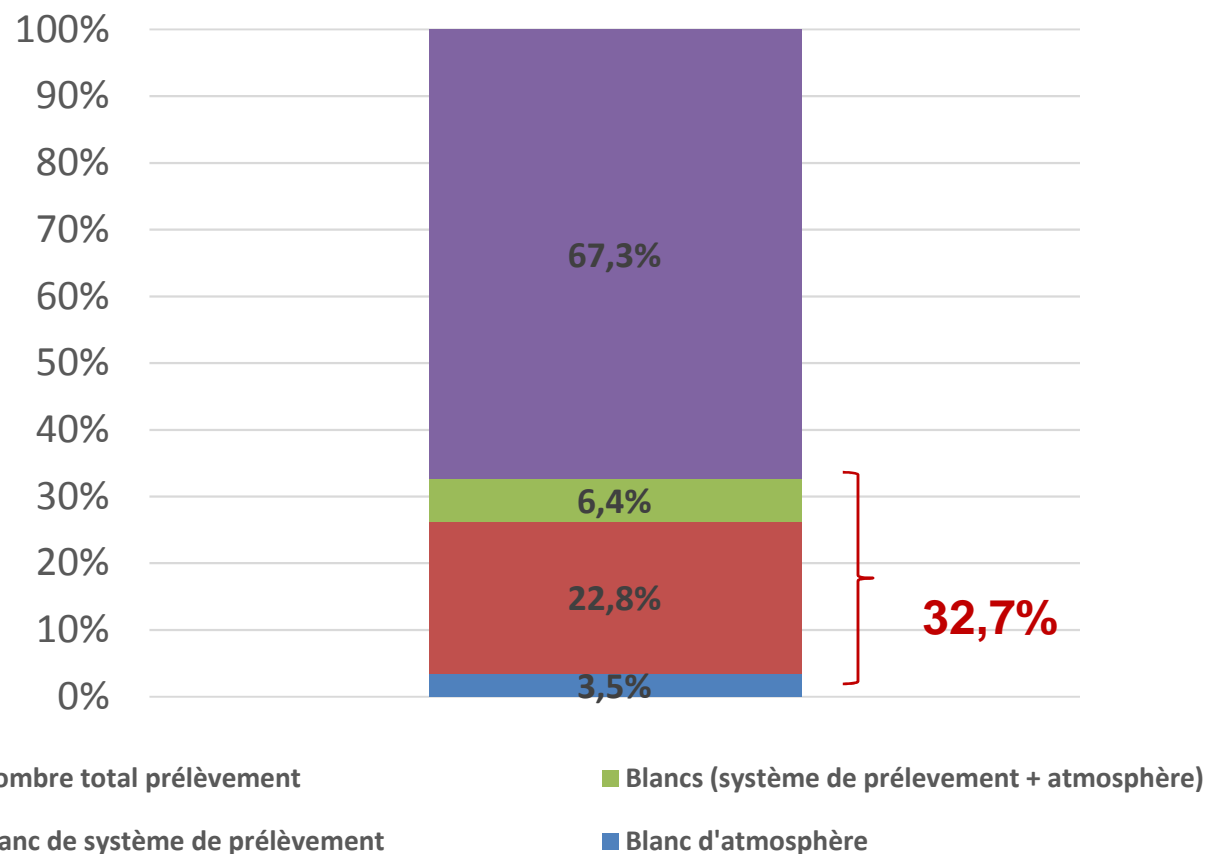
Meilleure représentativité des rejets au niveau national et au niveau local (à l'échelle d'un site) jusqu'au laboratoire

- 6 campagnes de mesures sur *a minima* 6 mois
- Mise en œuvre d'une stratégie d'échantillonnage représentative :
 - **75%** : écoulement variable en composition chimique et/ou en débit
 - **15%** : stratégie d'échantillonnage asservi au temps
 - Echantillonnage sur une période représentative de l'activité normale
- Dispositif garantissant l'intégrité des échantillons jusqu'au laboratoire
 - **97%** : respect des délais (48h maximum)
 - **90%** : conservation des échantillons durant le transport entre $5 \pm 3^{\circ}\text{C}$
 - **96%** : démarrage du processus analytique sous les 48 heures

Les enseignements : Opérations d'échantillonnage

Rappel : Pas d'accréditation échantillonnage et possibilité laissée aux exploitants de réaliser eux-mêmes les opérations d'échantillonnage (**2,3%** des cas)

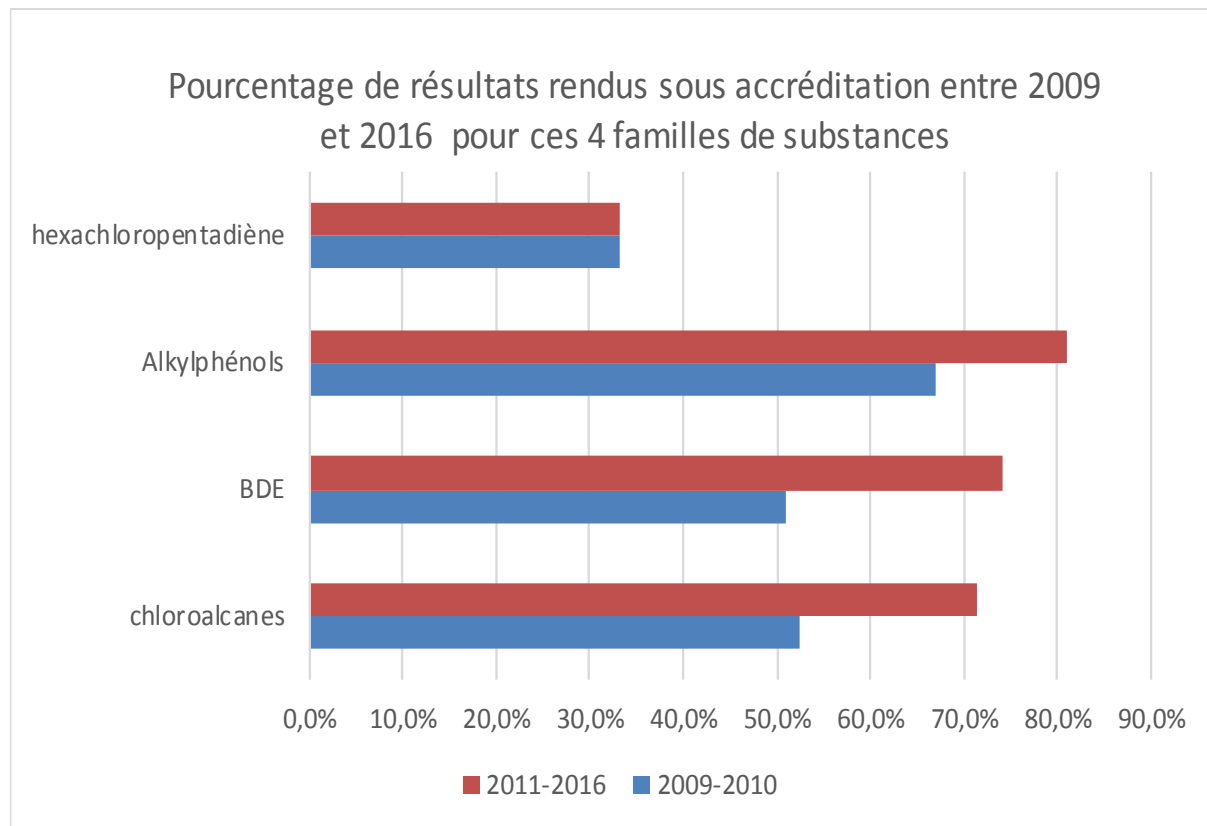
Pourcentage des contrôles qualité au cours de l'action RSDE 2



Les + de l'action RSDE 2 : avoir prévu des blancs pour maîtriser les risques de contaminations

Les enseignements : Opérations d'analyse

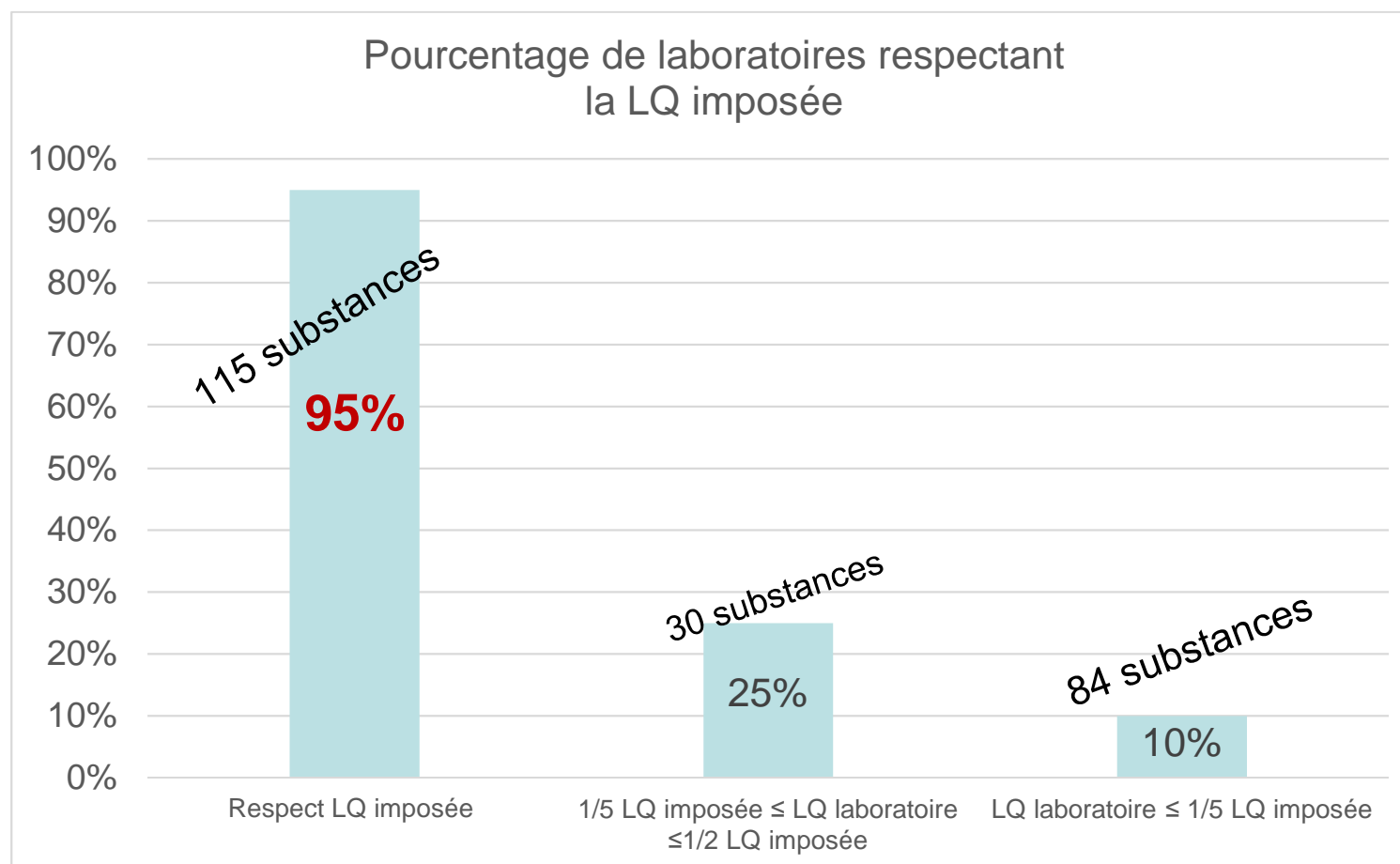
- Accréditation obligatoire des laboratoires pour la matrice « eaux résiduaires » et les substances de l'annexe 5 de la circulaire du 5 janvier 2009, hormis 4 familles de substances ou substances
- **93%** des résultats d'analyse ont été rendus sous accréditation
- Extension volontaire des portées d'accréditation entre 2009 et 2016 sur les 4 familles de substances



Augmentation ~17% des résultats rendus sous accréditation pour ces 4 familles.

Les enseignements : Opérations d'analyse

- Limites de quantification imposées correspondaient aux valeurs de LQ que 50% des laboratoires étaient capables d'atteindre le plus fréquemment en fin de l'action RSDE1 (percentile 50)



95% des LQ restituées par les laboratoires entre 2009 et 2016 respectent les LQ imposées

Substances problématiques : **Alkylphénols**, COT et dibutylétain

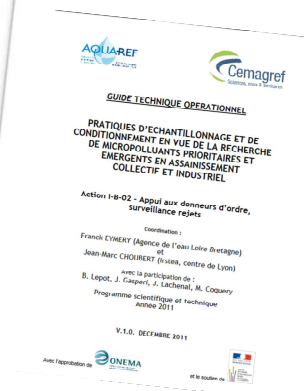
Les enseignements : Cadrage nécessaire au cours de l'action

Malgré un cadrage renforcé, besoin d'harmoniser, de combler les difficultés apparues en cours d'action.

Préconisations complémentaires élaborées par Aquaref, instances de normalisation et COFRAC.

Opérations d'échantillonnage :

- Elaboration de protocoles harmonisés et détaillés
 - Contrôles Qualité échantillonnage : FDT 90-524
 - Procédure d'échantillonnage : choix du matériel et phase d'homogénéisation (guide Aquaref, travaux normalisation)
- Référentiel d'accréditation «*Echantillonnage Eau*» accessible à tous



Opérations d'analyse :

- Accompagnement sur les substances problématiques
 - Journées de sensibilisation Aquaref auprès des laboratoires sur les familles Alkylphénols, Organoétains etc.

Les enseignements : Substances posant de réelles difficultés

Alkylphénols

Substances les plus dérogées (LQ imposée non respectée) :

- p-octylphénols (mélange) (31%) et nonylphénols (16%).

Concerne la majorité des laboratoires (64% pour le p-octylphénol et 52% pour les nonylphénols) et plusieurs secteurs d'activités

Difficultés analytiques liées à :

- l'intégration en cours d'action des formes ramifiées
- l'intégration de certains interférents en même temps que les composés recherchés, d'où des possibles surdosages (nonylphénols)
- la pureté effective des étalons commercialement disponibles (nonylphénols)
- la contamination due aux matériaux utilisés dans les laboratoires (nonylphénols)

Impossibilité d'estimer sur quelle proportion des données cette erreur d'imputation a pu être commise.

Mémo
« Alkylphénols »
<http://www.aquaref.fr/>

The image shows the cover of a report titled 'AQUAREF MÉMO' with the subtitle 'Rapport de surveillance des alkylphénols et éthoxylés'. The cover features a table with columns for 'Date', 'Lieu', 'Type de prélèvement', 'Méthode', 'Résultat', and 'Commentaire'. The table contains several rows of data, including dates like '2014-01-15' and '2014-01-16', and locations like 'Lyon' and 'Marseille'. The report is published by 'Aquaref - Association pour la Qualité de l'Air et de l'Eau'.

Conclusion

Qualité des résultats collectés satisfaisante sur toute la chaîne de mesure, grâce au cadrage technique apporté par la circulaire et aux préconisations associées élaborées par Aquaref, les instances de normalisation et le COFRAC.

Pour la mise en œuvre d'actions de cette envergure :

- Établir un cadre technique pour l'échantillonnage et l'analyse en exigeant le respect de certains critères qualité par l'ensemble des intervenants afin d'obtenir des résultats comparables
- Qualifier les données au fil de l'eau : moyen permettant de recadrer les dérives en cours d'action et d'avoir au final une base de données fiable
- Centraliser les données conformes dans une base de données pérenne, fiable qui peut être utilisée pour des exploitations futures avec un degré de confiance élevé

Opérations d'échantillonnage

Organismes de prélèvements

- Accréditation échantillonnage : un gage supplémentaire de la qualité des données
- Bancarisation des contrôles qualité (blancs) : acquisition de connaissance (substances nouvelles) et maîtrise l'ensemble du processus d'échantillonnage

Exploitants réalisant eux-mêmes les opérations d'échantillonnage

- Appropriation des bonnes pratiques d'échantillonnage des micropolluants : participation à des sessions de formation (référentiel élaboré par Aquaref), établissement de procédures couvrant l'ensemble des opérations d'échantillonnage (matériel, méthode, métrologie, conservation, transport)

Sensibiliser les opérateurs d'échantillonnage sur les problématiques liées à la recherche des micropolluants dans les eaux

- Organisation de journées d'information sur une problématique spécifique (ex : journées de sensibilisation sur risques de contamination Aquaref)

Opérations d'analyse

Extension de l'accréditation des laboratoires d'analyses sur les 4 familles de substances (chloroalcanes, BDE, alkylphénols, hexachloropentadiène)

Rejets chargés en matières en suspension : poursuivre les travaux au niveau national (INERIS)

- Seuil de coupure :
 - 250 mg/ L : valeur consensuelle, en aucun cas valeur en cohérence avec les propriétés physico-chimiques des substances : abaissement à envisager, discussion à engager avec les laboratoires, donneurs d'ordre
- Restitution des résultats (phase aqueuse/phase particulaire)
 - Accréditation non envisageable pour le rendu d'un résultat agrégé
 - Réflexion en cours sur approche différente : recombinaison des extraits avant analyse pour avoir un unique résultat au final mais répartition non connue des polluants entre les deux phases

Opérations d'analyse

Matrices complexes (rejets chargés en MES et/ou contenant des interférents, graisses)

- Maintien des LQ imposées : nécessité d'une étape de prétraitement de l'échantillon avant analyse
 - Travaux à initier au niveau national : Recensement des méthodes (tous milieux), évaluation des méthodes de prétraitement en vue d'un transfert à terme vers les laboratoires

Rapport métrologique disponible sur :

- <http://www.ineris.fr/rsde/historique.php>





Merci de votre attention

Contacts :

Francois.lestremau@ineris.fr

Benedicte.lepot@ineris.fr