

Journée Technique Échantillonnage en rejets canalisés



**SAUVONS
L'EAU!**

Retour d'expérience en tant que gestionnaire
de marché et opérateur de prélèvement

PARIS LA DÉFENSE, le 5 Décembre 2017

Patrick ODOUL et Fabrice ABRAHAM

Missions du service métrologie

- Contribuer à la fiabilité des calculs de redevances (prélèvement # 110 M€/An et pollution non domestique # 26 M€/An), ainsi que des primes de performance épuratoire (# 100 M€/An) via :
 - les diagnostics de fonctionnement des dispositifs de mesure des volumes d'eau prélevés (CDAP)
 - les mesures de pollution industrielle, axées depuis 3 ans sur les industriels rejetant des substances dangereuses pour l'environnement (SDE 16 et SDE AOX, Traiteurs de surface)
 - les contrôles des dispositifs d'autosurveillance des rejets (CDA) en place chez les redevables et les bénéficiaires de primes, y compris sur les réseaux de collecte
 - les audits des laboratoires d'analyse des effluents urbains et industriels, non accrédités COFRAC

Programme d'intervention 2017

➤ # 410 interventions :

- 60 réalisées en régie avec 2 intervenants
- 340 réalisées par des prestataires

➤ 6 prestataires de terrain et 2 laboratoires d'analyses

Familles	Opérations	Prestataires	Métrie	Totaux
Prélèvements	CDA-Prélèvement	30	10	40
	Mesures de débit		20	20
Collectivités	CDA-Station	140	10	150
	CDA-Réseaux	10		10
	Audits de laboratoires	10		10
Industriels	CDA-Industrie	115	10	125
	Mesures de pollution	40	10	50
	Contrôles fiscaux		5	5
Total général		345	60	410

Programme d'intervention 2017

- # 410 interventions :
 - 60 réalisées en régie avec 2 intervenants
 - 340 réalisées par des prestataires
- 6 prestataires de terrain et 2 laboratoires d'analyses
- Habilitation # 15 organismes pour réaliser des CDA
- Accompagnement # 30 SATESE pour les CDAC

➔ 150 Intervenants de terrain suivis

CDA : Contrôle Dispositifs d'Autosurveillance

Modalités de mise en œuvre de la note technique du 12 août 2016 relative à la recherche de micropolluants dans les ERU

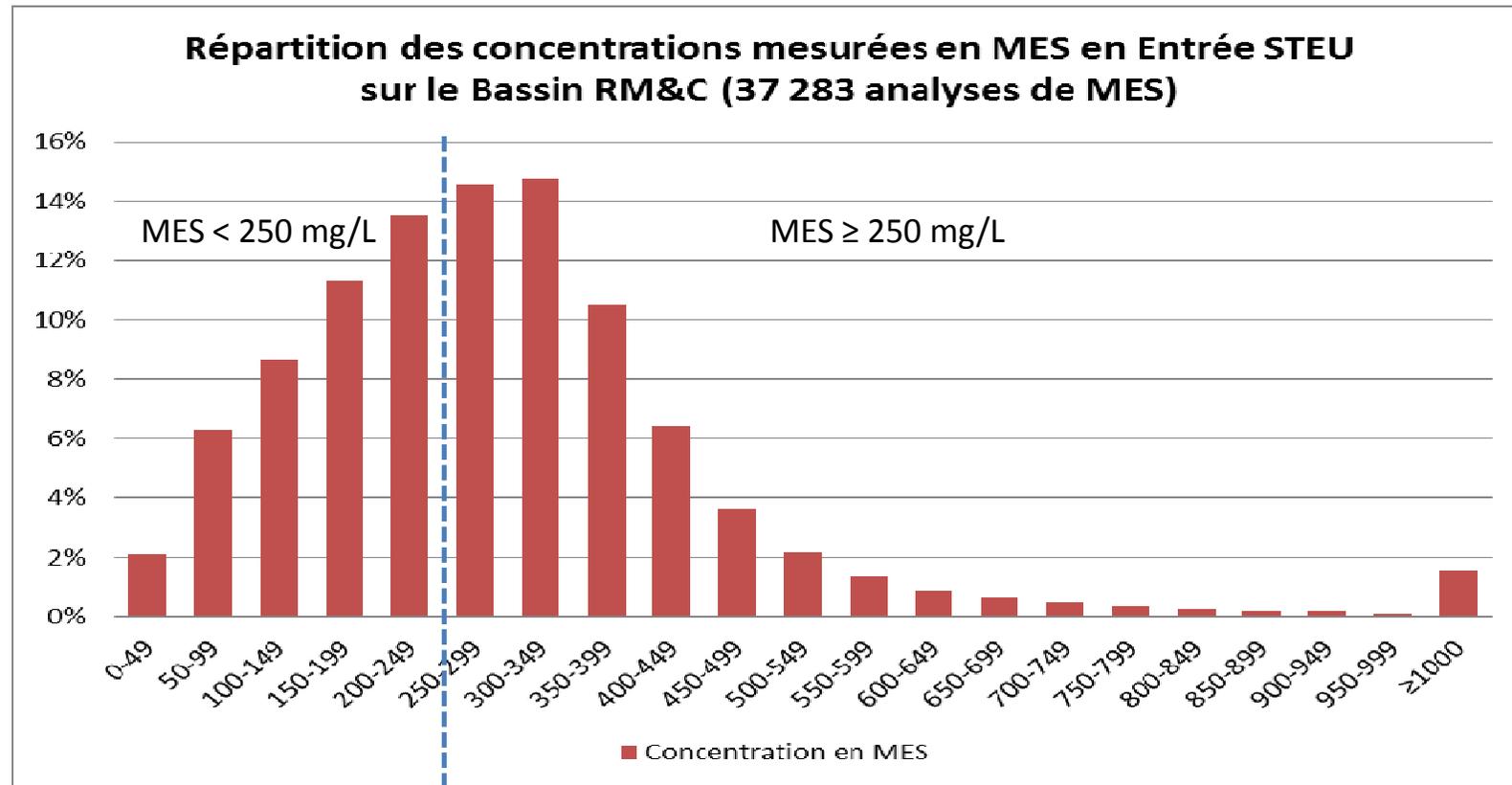
- Pour les STEU de capacité $\geq 10\ 000$ EH une nouvelle campagne de recherche de micropolluants est à conduire en 2018 (démarrage au plus tard le 30 juin 2018)
- ✓ Pour cette opération 6 bilans sont à réaliser sur :
 - 110 substances en entrée station
 - 91 substances en sortie station
- ✓ L'échantillonnage devra être réalisé par un organisme accrédité par le COFRAC selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour l'échantillonnage automatique asservi au débit
- ✓ Si les opérations d'échantillonnage devaient être réalisées par le maître d'ouvrage et si celui-ci n'est pas accrédité, il devra certifier sur l'honneur qu'il respecte certaines exigences permettant d'assurer la qualité des opérations (cf. la page 22 de la note)

Modalités de mise en œuvre de la note technique du 12 août 2016 relative à la recherche de micropolluants dans les ERU

- Cela représente **370 stations** dans les bassins RMC (2 220 bilans)
- Celles-ci peuvent répondre à **l'appel à projets** (enveloppe financière de 4 millions d'euros) visant à connaître les émissions de micropolluants par les stations d'épuration
- L'agence de l'eau RMC apportera **70 % d'aides** pour les dossiers complets, reçus avant la date de clôture de l'appel à projets
- Les projets, pour être financés, comprendront obligatoirement :
 - **L'intégralité des analyses RSDE** telles que prescrites par arrêté, sur les compartiments eau d'entrée et eau de sortie de la station d'épuration (cf. la note technique du 12/08/2016)
 - **Au moins 3 analyses sur les boues liquides.** Les analyses sont couplées avec celles sur l'eau (entrée, sortie et boues réalisées simultanément sur 3 des 6 campagnes réglementaires)
 - ↳ Exigence de l'agence de l'eau RMC

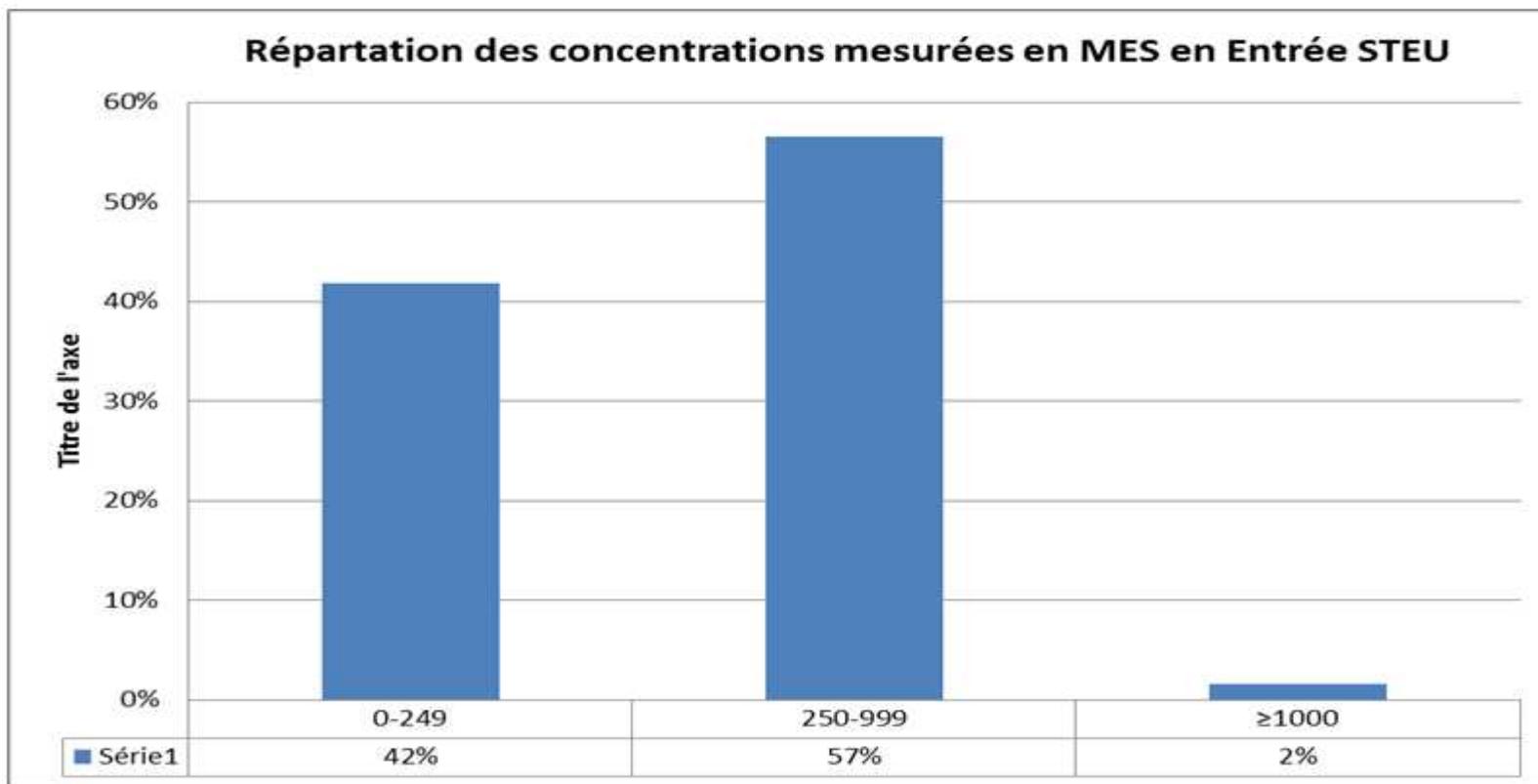
Problématique du prélèvement d'échantillons Entrée Station pour la recherche des micropolluants

Pour les eaux ayant une concentration en MES ≥ 250 mg/l, une analyse de la phase aqueuse et de la phase particulaire devra être mise en œuvre :

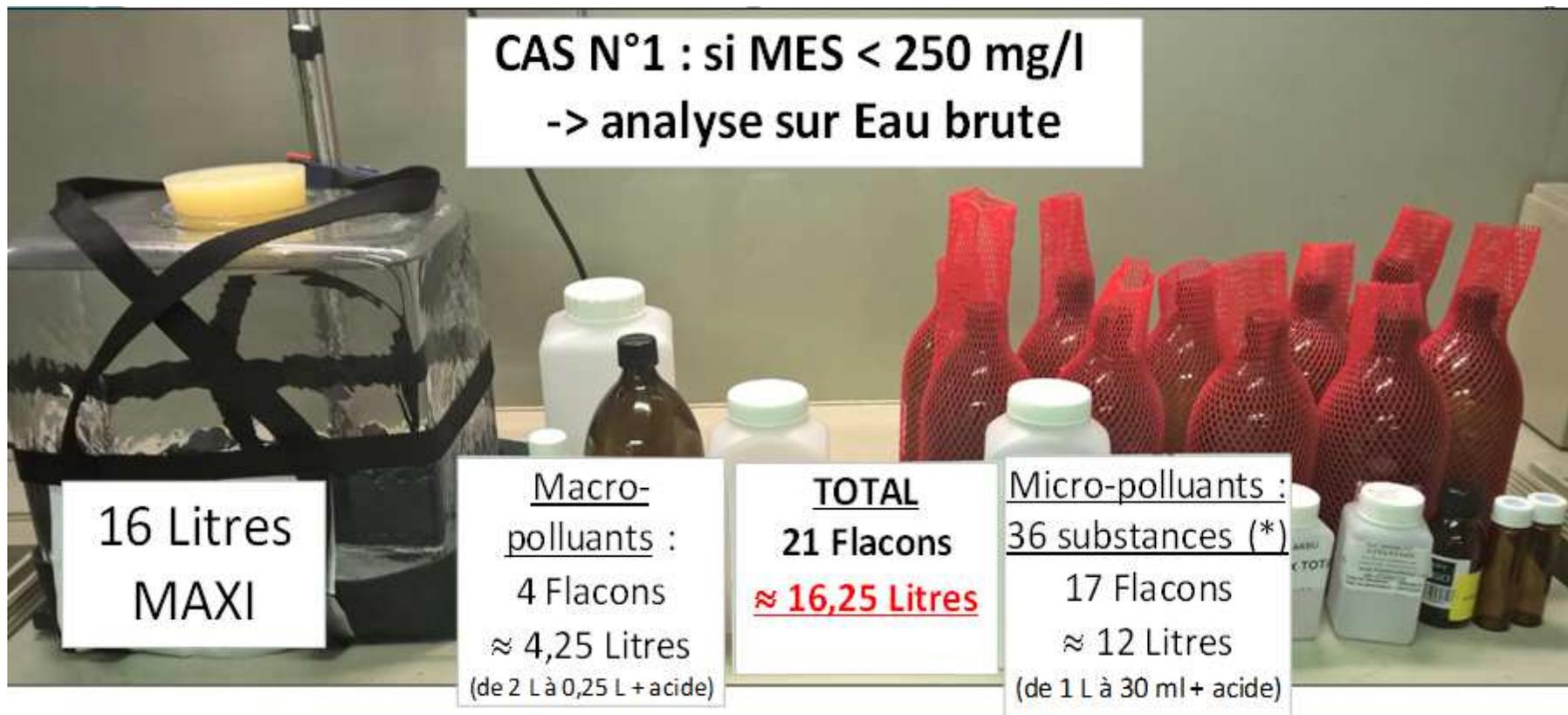


Problématique du prélèvement d'échantillons Entrée Station pour la recherche des micropolluants

Pour les eaux ayant une concentration en MES ≥ 250 mg/l, une analyse de la phase aqueuse et de la phase particulaire devra être mise en œuvre :



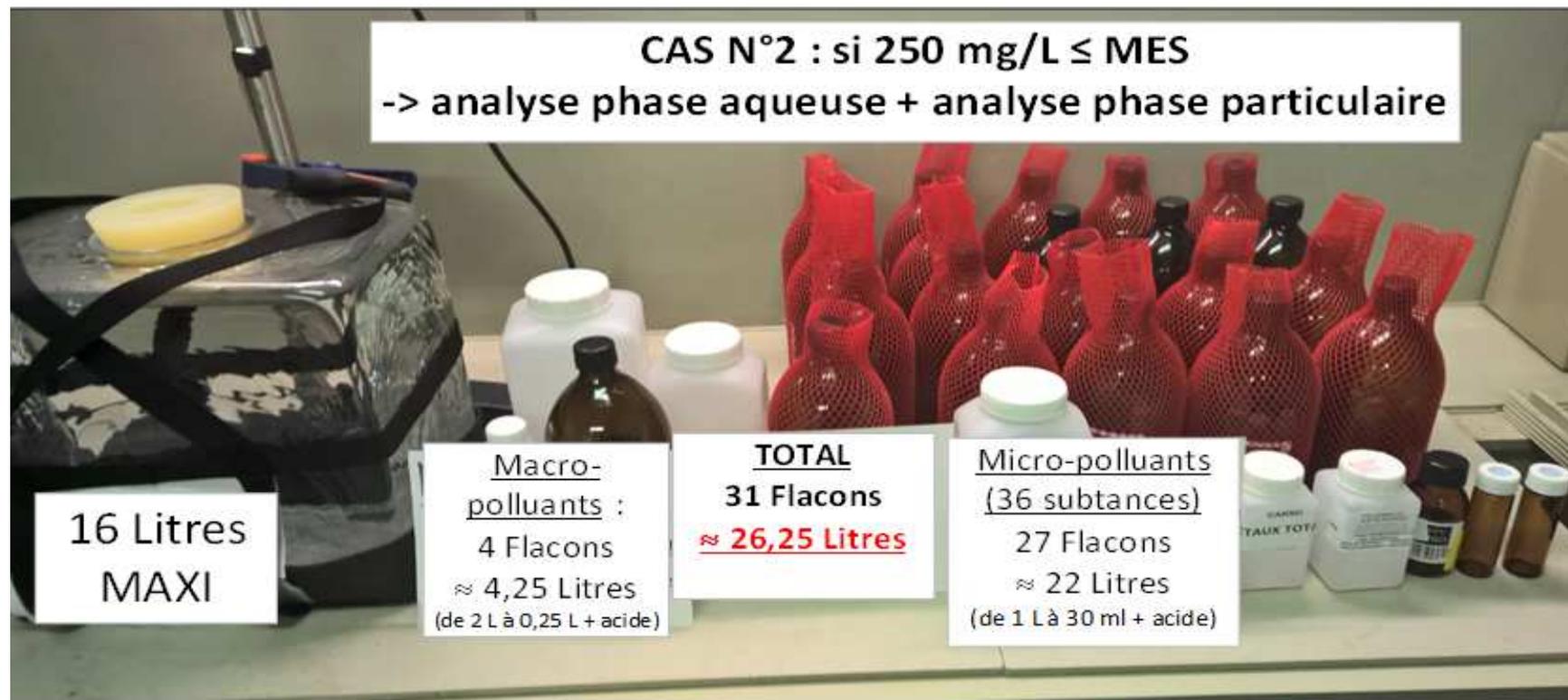
Problématique du prélèvement d'échantillons Entrée Station pour la recherche des micropolluants



➔ Le volume des bonbonnes en verre est tout juste suffisant

(*) HAP, BTEX, Alkylphénols, Organo-métallique, Phtalate, BDE, Chlorobenzènes, COV,....

Problématique du prélèvement d'échantillons Entrée Station pour la recherche des micropolluants



Plus la concentration en MES est faible, plus le volume d'échantillon à prélever est élevé

➔ **Obligation d'installer 2 échantillonneurs en Entrée Station si $\text{MES} < 250 \text{ mg/l}$**

Problématique du fractionnement

- **Fractionnement sur site = Conditions opératoires difficiles = Risques de contamination et de non représentativité de l'échantillon**
 - Absence de pailasse (risque de casse des bonbonnes en verre et de blessure des opérateurs)
 - Variabilité des conditions météorologiques (possibilité d'intervention par temps de pluie ou de gel)
 - Exposition aux pollutions atmosphériques
 - Utilisation de matériel portable inadapté et contaminé
 - Absence de nettoyage du matériel de fractionnement



Problématique du conditionnement

- **Volume maximum disponible : 16 litres par Echantillonneur si la stratégie d'échantillonnage mise en œuvre (volume unitaire et asservissement) est parfaitement adaptée au volume de rejet réel**
 - Impossible de prévoir précisément le volume de rejet réel sur la période du bilan 24 heures (collecte d'eaux pluviales, variabilité quotidienne,...)
 - Risque de ne pas collecter suffisamment d'échantillon si le volume de rejet est plus faible que celui attendu
 - Arrêt du préleveur avant la fin du bilan (sécurité anti-débordement) et non respect des critères de représentativité de l'échantillon ($\pm 10\%$) si le volume réel de rejet est plus important que celui attendu
- **Les flacons fournis par le laboratoire ont des volumes allant de 2 Litres à 30 ml. Pour ces derniers, le remplissage sous agitation avec une pompe dont la vitesse d'aspiration est supérieure à 0,5 m/s et \varnothing tuyau $\geq 9\text{mm}$ = Mission Impossible**
- **Certains flacons doivent être rincés 3 fois ! → Encore moins de volume d'échantillon disponible pour remplir les flacons**
- **D'autres flacons contiennent un réactif (acide concentré) → Port des EPI adaptés obligatoires car risque de débordement au remplissage, ce qui entraîne par ailleurs une concentration insuffisante en stabilisant**

Problématique du port des charges lourdes

- **Réglementation sur le port des charges lourdes :**
 - Pour les femmes : 25 kgs maximum
 - Pour les hommes : 55 kgs maximum



- **Obligation d'être 2 opérateurs sur site**
- **Prévoir l'utilisation d'un chariot**

Problématique de la mesure de débit en Entrée Station

La majorité des dispositifs de mesure de débit en Entrée Station (Equipement obligatoire pour les STEU de capacité $\geq 10\ 000$ EH) sont des écoulements en charge :

- L'installation d'un débitmètre portable (ultrasons) n'est pas toujours possible (plusieurs conduites, absence de signal, raccordement avec l'échantillonneur,)
- L'utilisation de la mesure en place nécessite de la contrôler (2 heures par DEM)
- L'utilisation de la mesure en place nécessite de récupérer le signal de sortie pour piloter l'échantillonneur (Habilitation électrique nécessaire, Compatibilité aléatoire des équipements ...)
- Quid de l'accréditation COFRAC pour les prélèvements réalisés avec cette méthode ?

Nouveauté du LAB INF 29 paru le 1^{er} Juillet 2017



Estimation de l'incertitude de mesure du flux de pollution

➤ IQ Incertitude de mesure du débit :

Pour les écoulements à surface libre : évaluée entre 5 et 10 %

Pour les écoulements en charge : de 1% (électromagnétique) à 5% (ultrasons)

➤ IP Incertitude de prélèvement :

Évaluée à 12 % pour un prélèvement asservi au débit (étude AERMC et INSA) si l'on ne prend pas en compte les sources de contamination potentielles (non mesurables).

➤ IA Incertitude analytique :

Évaluée à 60 % à la LQ par les laboratoires sur la plupart des micropolluants → Les incertitudes de mesure de débit et de prélèvement sont donc négligeables devant l'incertitude liée à l'analyse (si aucune contamination de l'échantillon)

➤ Iflux : Incertitude du flux de pollution = $\sqrt{IQ^2 + IP^2 + IA^2}$

Les source d'erreurs étant indépendantes, on réalise la somme quadratique des incertitudes pour déterminer l'incertitude sur le flux de pollution mesuré. **Soit Iflux compris entre 61 % et 62 % → Attention à l'interprétation des résultats !!!**

→ Il ne s'agit plus de quantification mais d'estimation

Problématique des contrôles Qualité

- **Fréquence de réalisation des blancs de terrain non définie ...**
- **Recherche complexe de l'origine d'une éventuelle contamination constatée à l'issue d'un blanc de terrain :**
 - Blanc de flaconnage : Peut on se fier au blanc du labo après plusieurs mois de stockage des flacons ?
 - Blanc du matériel d'échantillonnage : faisable
 - Blanc de filtration : opération réalisé par le laboratoire
 - Blanc d'ambiance : Conditions initiales non répétables
 - Blanc de transport : Conditions initiales non répétables
- **Contrôles permettant d'évaluer la fidélité de l'échantillonnage non encadrés par un protocole d'essai inter-laboratoires**
- **Qui prend en charge les contrôles de stabilité des échantillons : les préleveurs ou bien les laboratoires d'analyse ?**
- **Cartes de contrôles difficiles à mettre en œuvre : nécessité d'avoir au moins 25 valeurs mesurées et 25 valeurs témoins**

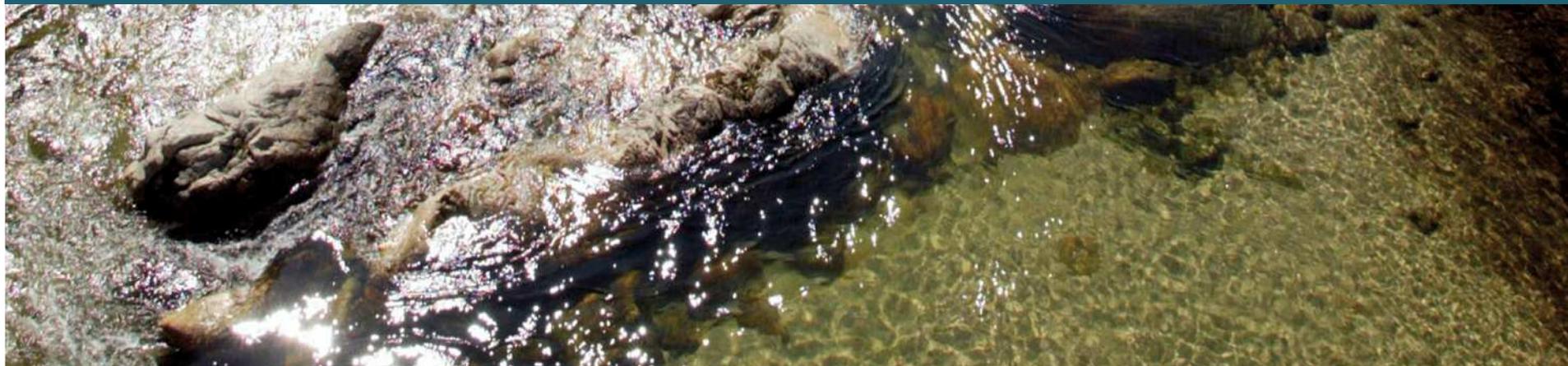
Conclusions

➤ **Les donneurs d'ordres doivent s'assurer que les organismes retenus mettent bien en œuvre le protocole technique défini pour la recherche des micropolluants :**

- Utilisation de matériels en état et propres (nettoyage systématique entre 2 opérations)
- Utilisation de tuyaux d'aspiration en téflon (neufs de préférence) de \varnothing intérieur > 9 mm
- Pour les échantillonneurs à pompe péristaltique, le tuyau d'écrasement sera en silicone
- Pour les échantillonneurs à pompe à vide, le bol d'aspiration sera en verre
- Utilisation d'échantillonneurs réfrigérés ($5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$) équipés de flacons en verre
- Prise d'effluent à l'atmosphère, dans une zone turbulente, à mi hauteur de la colonne d'eau et à distance suffisante des parois
- Contrôle métrologique préalable de la mesure de débit (EMT de 5 %)
- Contrôle métrologique du système d'échantillonnage (justesse et répétabilité du volume unitaire prélevé : EMT de 5 %, vitesse d'aspiration $\geq 0,5$ m/s, volume collecté / volume théorique : EMT de 10 %)
- Fractionnement sous agitation mécanique à l'aide d'une pale en inox à flux axial
- Transport des échantillons vers le laboratoire dans une enceinte maintenue à $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ dans les 24 heures qui suivent la fin de l'échantillonnage
- Prise en charge des échantillons par le laboratoire (filtration, stabilisation, extraction, etc.) dans les 24 heures qui suivent la fin de l'échantillonnage (48 heures au plus tard)
- Pour les eaux ayant une concentration en MES ≥ 250 mg/l une analyse séparée de la phase aqueuse et de la phase particulaire devra être mise en œuvre

Pistes de réflexion

- Réfléchir à une hausse des LQ réglementaires pour les SDE afin d'arriver à des incertitudes élargies sur les analyses entre 20 et 30 % maxi → Ceci permettrait de pouvoir exploiter les résultats obtenus sans ambiguïté et de réduire les volumes d'échantillons nécessaires
- A défaut, réaliser des analyses sur les sédiments et/ou sur les boues d'épuration pour corroborer les résultats. A voir également l'intérêt d'utiliser des échantillonneurs passifs afin d'effectuer des mesures par famille de polluants sur des plus longues périodes que 24 heures
- Envisager un référentiel d'accréditation des organismes de prélèvement différent de celui des laboratoires afin de mieux intégrer les contraintes techniques de terrain (Exemple du fractionnement des échantillons) et de permettre d'accréditer plus facilement des « petits » organismes ayant une forte compétence métrologique mais dépourvus de service Qualité



Merci de votre attention

