

De B. CASTEROT I. GABELLA	NOTE	DCAT/SIMPA
à Réseau Perf SG/SCAE	Précisions techniques sur la réalisation des mesures de substances dans le cadre du paramètre SDE	Le 28/09/2016

Contexte et objet de la note

Plusieurs sites industriels ont démarré, depuis plusieurs mois, leur programme d'analyses des substances du paramètre SDE conformément à ce qui était attendu.

A l'échelle du bassin, des disparités de pratiques des laboratoires sont apparues sur certains points techniques liés à la mesure des effluents. De plus, et suite aux retours de certains laboratoires prestataires, l'expérience révèle également que de nouvelles questions se posent et que certains aspects méritent d'être précisés.

L'objet de cette note est d'apporter les précisions nécessaires pour lever ces ambiguïtés et définir un cadre commun.

Séparation de phases en cas d'effluent chargé en MES

Pour rappel, depuis le démarrage de l'action nationale de recherche et de réduction des rejets de substances dangereuses dans l'eau (RSDE), un traitement particulier des échantillons chargés en MES est exigé. Ces points sont explicités en partie dans le guide technique opérationnel Aquaref relatif aux « pratiques d'échantillonnage et de conditionnement en vue de la recherche de micropolluants prioritaires et émergents en assainissement collectif et industriel ». Ce guide est celui pris en référence par l'arrêté du 20 mars 2015 (qui pour sa part ne stipule pas précisément ce qu'il convient de faire pour ce type d'effluents).

Il est attendu pour un effluent dont la concentration en MES est supérieure à 250 mg/L de filtrer l'échantillon afin d'extraire séparément la phase particulaire et la phase aqueuse de l'échantillon. Ceci prévaut pour les substances les plus hydrophobes (HAP, alkylphénols, DEHP, TBT dans le paramètre SDE). L'analyse se fait sur chacune des phases et un résultat global recalculé (sur eau brute) doit être restitué. Des informations complémentaires sur la méthode de restitution des résultats sur eau brute sont disponibles à l'adresse : <http://www.ineris.fr/rsde/faq.php> (rubrique 'Restitution des résultats').

Consigne :

Une séparation de phases doit être demandée lorsque [MES] > 250 mg/L pour les mesures à venir. L'analyse simultanée des MES avec les SDE est donc fortement préconisée ; toutefois pour limiter éventuellement ces coûts, il est proposé de se baser sur l'auto-surveillance MES de l'industriel ; si celle-ci montre systématiquement que MES < 150 mg/L, alors l'analyse MES n'est pas nécessaire et l'analyse des SDE est fait en conséquence ; sinon l'analyse MES est exigée, d'une part pour vérifier si la séparation de phases est nécessaire mais également pour permettre le calcul du résultat sur eau brute en cas de séparation de phases. Une analyse sur eau brute est en revanche préconisée si possible pour les substances plus volatiles (BTEX).

Il n'est pas demandé de refaire les analyses déjà effectuées.

Les méthodes d'analyses des substances du SDE doivent garantir les limites de quantification définies dans l'avis en vigueur (actuellement du 8 novembre 2015) en application de l'arrêté agrément des laboratoires du 27 octobre 2011.

Les limites de quantification cibles de la matrice 'Eau résiduaire', à laquelle il convient de se référer ici, couvrent théoriquement l'analyse sur eau brute (qu'elle soit analysée directement ou que le résultat soit recalculé après une séparation et une analyse des 2 phases). En théorie, le laboratoire qui s'engagerait à respecter la LQ cible de l'avis doit s'assurer que sa LQ sur phase aqueuse et sa LQ sur phase particulaire permettent de garantir la LQ cible sur eau brute.

(on rencontre en général pour ce cas, $LQ \text{ phase aqueuse} = LQ \text{ phase particulaire} = LQ \text{ eau brute} / 2$)

Toutefois, compte tenu des difficultés observées pour atteindre ces LQ dans le cas d'effluents chargés et de l'absence d'accréditation pour les analyses SDE sur la phase particulaire, une certaine marge de manœuvre pourra être tolérée (définie ci-dessous). Cette approche rejoint celle qui a récemment été actée dans le cadre de la note technique du 12 août 2016 visant la mise en œuvre de la nouvelle phase RSDE sur les stations de traitement des eaux usées.

Consigne :

En cas de séparation de phases nécessaire de l'échantillon, une tolérance de dépassement de la LQ cible (eau brute) peut être acceptée dans la limite de $2 \times$ (LQ cible de l'avis)

Par conséquent si $LQ \text{ labo} \leq 2 \times (\text{LQ cible de l'avis})$ alors la concentration retenue pour déterminer la quantité de pollution rejetée est nulle.

Agrément vs accréditation

Pour rappel, et de façon générale, l'accréditation est la reconnaissance par un organisme tiers de la compétence (Cofrac par exemple) à réaliser des activités spécifiques d'évaluation de la conformité. La démarche d'accréditation peut être soit volontaire, soit imposée par une disposition réglementaire. L'agrément est, quant à lui, une autorisation administrative nécessaire pour l'exercice d'une activité sous contrôle réglementaire.

Dans le cas concret des analyses dans le domaine de l'eau, l'agrément est ministériel (la procédure étant gérée par l'Onema par délégation). Il s'appuie sur l'accréditation puisque les méthodes d'analyses utilisées doivent être faites sous accréditation mais il intègre en plus d'autres obligations comme le respect des limites de quantification fixées par paramètre et par matrice (eau douce, eau résiduaire ...).

Le site internet lab'eau (www.lab'eau.ecologie.gouv.fr) permet de repérer rapidement les laboratoires agréés pour l'analyse du couple substance/matrice considéré :

The screenshot shows the LABEAU website interface. At the top, there is a navigation bar with the logo 'LABEAU' and the title 'Gestion des agréments laboratoires'. Below this, there are several menu items: 'Accueil', 'Information', 'Dépassement', 'Généralités', and 'Centre'. A green arrow points to the 'Liste des laboratoires agréés' link under the 'Information' menu. On the right side, there is a sidebar with links for 'Actués', 'Lien', 'Notice d'utilisation', 'Glossaire', 'Informations légales', 'Contact', and 'Questions - Réponses'. Below the main content area, there is a section titled 'ACCÈS À MON ESPACE' with a login form and a 'Déjà inscrit ? Cliquez ici pour vous connecter' link. The main content area contains text about the LABEAU portal's objectives and a notice from October 27, 2011, regarding the list of accredited laboratories.

Fin septembre 2016, le bilan suivant peut être établi d'après le site :

Matrice	Substance	Nombre de laboratoires agréés (source site internet lab'eau)
Eau résiduaire	Anthracène	43
	Benzène	45
	Benzo(a)pyrène	45
	Benzo(b)fluoranthène	38
	Benzo(k)fluoranthène	38
	Benzo(g,h,i)pérylène	37
	Di(2-éthylhexyl)phthalate	8
	Ethylbenzène	42
	Fluoranthène	46
	Indeno(1,2,3-cd)pyrene	36
	Naphtalène	36
	Nonylphénol (mélange d'isomères)	0
	Octylphénol (mélange d'isomères)	0
	Toluène	44
	Tributylétain cation	12
	Xylènes	37

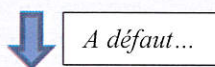
Pour les sites SRR visé par le paramètre SDE, l'arrêté du 21 décembre 2007 modifié précise que :

- a/ les opérations de prélèvement sont réalisées selon les règles de l'art en vigueur en s'appuyant sur le guide technique opérationnel AQUAREF cité ci-avant
- b/ les méthodes d'analyses doivent garantir les limites de quantification cibles de l'avis en vigueur en application de l'arrêté agrément des labos, ainsi que des incertitudes contraintes (à la différence de la quasi-totalité des autres paramètres, aucune norme de référence n'est imposée)

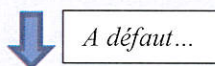
En conséquence, l'arrêté n'impose pas à l'industriel de recourir à un laboratoire agréé pour la réalisation des analyses. Il n'impose pas non plus qu'il soit accrédité pour cela. Il exige uniquement que la condition b/ soit remplie. En revanche, les règles de l'art en vigueur en matière de prélèvement voudraient que le prestataire d'échantillonnage soit accrédité pour garantir une meilleure fiabilité des résultats et éviter une sur-estimation en cas de contamination non maîtrisée de l'échantillon.

Consigne :

Il convient en priorité de préconiser à l'industriel de recourir à un prestataire agréé pour la matrice eau résiduaire. D'une part cela apporte plus de garanties d'un meilleur résultat de mesures à l'industriel limitant ainsi les risques d'une surestimation dans le calcul de son flux rejeté. D'autre part, il est beaucoup plus facile et rapide pour l'Agence de vérifier ce point.



Il convient alors de préconiser à l'industriel de recourir à un prestataire accrédité selon les référentiels adhoc qui s'engage à respecter les conditions du b/ pour réaliser les mesures. [NB : en cas d'effluents chargés, il n'existe pas d'accréditation pour les analyses SDE sur la phase particulaire ; dans ce cas, l'accréditation pour l'analyse est à préconiser seulement sur la phase aqueuse].



Les seuls éléments exigibles sont ceux décrits en a/ et b/. En revanche, dans ce cas d'analyses non rendues sous accréditation, il est nécessaire que des analyses comparatives régulières soient faites avec un labo accrédité (dont lors du diagnostic SRR) comme pour les autres paramètres de redevance.

Les obligations du marché de mesures de l'agence (IRH) prévoient en revanche que les campagnes générales de mesure incluent des méthodes d'échantillonnage qui respectent le guide technique opérationnel Aquaref ainsi que des méthodes d'analyses accréditées respectant également les LQ cibles de l'avis. La séparation de phases est également exigée le cas échéant.