

20260 RM

Agence de l'eau
Midi-Pyrénées

ANALYSE DES EAUX RÉSIDUAIRES :
MICRO-MÉTHODES ET ENVIRONNEMENT QUALITÉ

Ce rapport présente l'étude réalisée en collaboration avec trois Agences de l'Eau :

- Agence de l'Eau Loire-Bretagne
- Agence de l'Eau Rhin-Meuse
- Agence de l'Eau Seine-Normandie

Cette étude a été conduite par la Cellule Assistance Technique du Laboratoire Central d'Anjou Recherche.

Nous tenons à remercier ici Marie-Caroline Müller, Valérie Drillet et Dominique Zeutzius (Anjou-Recherche) et Caroline Muller qui ont contribué au bon déroulement de l'étude.

SOMMAIRE

INTRODUCTION

PARTIE I - ENQUÊTE AUPRÈS DES EXPLOITANTS **Page 7**

- 1.1 - Stations d'épuration consultées
- 1.2 - Types de méthodes analytiques utilisées sur site
- 1.3 - Méthodes analytiques utilisées sur site pour chaque paramètre réglementaire
- 1.4 - Conclusion

PARTIE II - ENQUÊTE COMMERCIALE **Page 19**

PARTIE III - SÉLECTION DE DEUX PARAMÈTRES RÉGLEMENTAIRES ET DE QUATRE MICRO-METHODES **Page 21**

- III.1 - Choix des paramètres (NO₃, DCO)
- III.2 - Choix des micro-méthodes

PARTIE IV - ÉVALUATION DES PERFORMANCES DES MICRO-METHODES SÉLECTIONNÉES SELON LA NORME

AFNOR T 90-210 (projet 1995) **Page 24**

- IV 1 - Présentation de la norme
- IV 2 - Description du protocole d'évaluation
- IV 3 - Exploitation statistique et résultats
- IV 4 - Conclusion et critique de la norme

PARTIE V - RÈGLES DE BASE DE L'ENVIRONNEMENT QUALITÉ ET APPLICATION **Page 28**

- V. 1 - Définition de l'"Environnement Qualité" général du Laboratoire
- V.2 - Environnement qualité de l'analyse
- V.3 - Règles spécifiques aux micro-méthodes
- V.4 - Remarques sur les méthodes normalisées

PARTIE VI - APPROCHE ÉCONOMIQUE **Page 36**

- VI 1 - Hypothèses de travail
- VI 2 - Comparaison des coûts (micro-méthodes, méthodes analytiques normalisées et sous-traitance)
- VI 3 - Conclusion

CONCLUSION **Page 48**



INTRODUCTION



CONTEXTE

L'étude a pour origine principale la transcription, au niveau national de la directive européenne sur les eaux résiduaires urbaines (CEE/91/271). Les villes de plus de 2.000 équivalents - habitants (E.H.) devront se doter d'usines de dépollution d'ici 2005, de même que les villes de plus de 15 000 E.H. avant la fin du siècle. L'application de la directive s'accompagnera de la mise en place progressive de systèmes d'auto-surveillance.

Les procédures d'auto-surveillance permettront aux exploitants, grâce à la réalisation de mesures régulières, de contrôler et de gérer la qualité et la quantité des flux polluants rejetés.

Pour les Agences de l'Eau, l'obtention à des fréquences renforcées de données fiables, facilitera le calcul des redevances et des primes d'épuration.

La fréquence des analyses et la sélection des paramètres à contrôler seront imposés en fonction de la capacité des usines et du contexte local. Les mesures, outils de pilotage, serviront au delà des besoins de l'auto-surveillance, à suivre la performance des installations et à vérifier le respect de la règle des 95%.

Pour des raisons économiques, toutes les usines de taille modeste ne pourront pas être équipées de laboratoires mettant en oeuvre exclusivement des méthodes d'analyse normalisées. Il semble d'ores et déjà évident que les exploitants, pour répondre aux nouvelles contraintes, seront amenés à utiliser encore davantage des méthodes d'analyse alternatives plus rapides et plus simples de mise en oeuvre.

Dans ce contexte, la reconnaissance des méthodes d'analyses alternatives faciliterait la reconnaissance de l'auto-surveillance dans les petites unités, tout en permettant délégation des pouvoirs et responsabilisation des opérateurs. Toutefois, la reconnaissance des méthodes alternatives impose la reconnaissance de leur fiabilité. C'est à dire la maîtrise de leur performance et la maîtrise de leur mise en application.

OBJECTIF

L'objet de l'étude conduite par le Laboratoire Central d'Anjou Recherche est de mettre en évidence que sous certaines conditions, l'utilisation de "méthodes d'analyse alternatives" peut être une solution alternative aux méthodes normalisées (de référence). Ces conditions sont réunies lorsque :

- d'une part, les méthodes sont performantes comparativement aux méthodes de référence
- d'autre part, elles sont mises en oeuvre dans un environnement permettant de maîtriser la qualité des résultats analytiques. C'est ce que nous appelons "l'environnement qualité". L'un des objectifs étant ici d'en définir les grands principes.

Il est important de noter que nous n'avons pas travaillé sur la totalité des méthodes d'analyse alternatives. En effet, le choix a été fait de ne tenir compte que des méthodes de dosage nécessitant l'utilisation d'un minimum d'appareillage (photomètre..) et présentant a priori une fiabilité satisfaisante. Par conséquent, il n'est pas question dans cette étude des tests de type bandelettes et



ANJOU RECHERCHE

des divers comparateurs visuels. De la même façon, l'**Environnement** Qualité que nous définissons par la suite, s'applique à la réalisation de mesures en laboratoire et ne concerne pas l'utilisation des analyseurs en ligne et des capteurs.

Pour cette raison, nous utilisons souvent dans ce rapport le terme de micro-méthode plutôt que le terme très général de méthode d'analyse alternative.

CONTENU

L'étude s'articule en six parties :

I- Une enquête auprès des exploitants de stations d'épuration de taille modeste pour identifier les paramètres les plus couramment suivis sur site et les méthodes d'analyse les plus répandues.

II. Une enquête commerciale qui présente les principales caractéristiques des micro-méthodes analytiques les plus utilisées.

III. Une sélection de deux paramètres analytiques réglementaires et des micro-méthodes principales permettant leur analyse.

IV. L'évaluation en laboratoire des micro-méthodes sélectionnées selon la norme **AFNOR XP T90-210** (projet 1995) qui décrit un protocole pour comparer une méthode d'analyse alternative à une méthode de référence.

V- La définition des règles de base de l'**Environnement** Qualité à respecter pour une utilisation fiable des micro-méthodes, Application sur site.

VI- Une approche économique présentant les coûts analytiques à prévoir pour trois stations. La première station pratiquant des méthodes d'analyse normalisées, la seconde des micro-méthodes et la troisième la sous-traitance systématique.

Il est important de souligner que tout au long de l'étude, nous avons été amenés à retenir des hypothèses et à faire des choix. Compte tenu de l'ampleur du thème, nous avons dû recentrer chacun des sujets traités.

Certains des choix retenus marquent la portée, la limite et l'orientation de l'étude:

- Limitation des méthodes d'analyse alternatives étudiées aux micro-méthodes nécessitant un minimum d'appareillage
- Enquête auprès des usines de dépollution de moins de 50 000 E.H.
- Approche économique sur un cas particulier etc..

Les choix seront rappelés dans chaque partie du rapport.



ANJOU RECHERCHE

L4. - Conclusion

Le tableau ci-dessous met en évidence les paramètres les plus fréquemment suivis sur site par les exploitants et l'utilisation sur site quasi exclusive des méthodes d'analyse alternatives (bandelettes et micro-méthodes).

Sur site /Paramètre	NH4	NO3	DCO	NO2	PO4	PT	NTK	NGL
Méthodes d'analyse alternatives	98%	75%	24%	12%	10%	8%	6%	2%
Méthodes normalisées	ε	ε	1%	ε	ε	ε	ε	ε
Pas d'analyse (*)	2%	25%	75%	88%	90%	92%	94%	98%

ε = négligeable

(*) Pas d'analyse sur site. Ces stations dans de nombreux cas ont recours à la sous-traitance (centralisation sur une installation plus importante ou sous-traitance dans un laboratoire agréé).

Enfin, concernant l'ensemble des stations consultées :

- une seule station mesure sur site la **DBO₅**;
- **plus de 85%** des micro-méthodes utilisées sont commercialisées par quatre fabricants identifiés (**A,B,C,D**).



ANJOU RECHERCHE