

P-13V1 – MÉTHODE DE PRÉLÈVEMENT DES EFFLUENTS INDUSTRIELS AU MOYEN D'UN ÉCHANTILLONNEUR AUTOMATIQUE

1. Introduction

Certaines matrices liquides présentent une grande variabilité qualitative et quantitative dans le temps ; c'est plus particulièrement le cas des effluents qui dépendent eux-mêmes des processus de fabrication mis en œuvre.

Pour caractériser ces rejets de manière fidèle, on ne peut envisager de se contenter d'un échantillon ponctuel qui ne représente qu'un instantané de la situation. Il faut alors multiplier les prises d'échantillons élémentaires (aliquotes) afin de se mettre à l'abri autant que possible des effets ponctuels (effets de pépites).

Seule une bonne connaissance du processus industriel permettra de choisir judicieusement son schéma d'échantillonnage et donc les bons critères de déclenchement et d'arrêt de l'échantillonnage.

2. Dénomination des échantillons

On se référera à la méthode P-10 décrivant les prescriptions en la matière.

3. Echantillonneur automatique

Un échantillonneur automatique est composé de :

- une ligne de prélèvement,
- une pompe,
- un contrôleur commandant la pompe et éventuellement un bras répartiteur,
- un conteneur réfrigéré pour les flacons,
- d'un port informatique permettant le raccordement à un moniteur externe (mesure du débit ou autres paramètres).

3.1. Ligne de prélèvement

La ligne de prélèvement est le tuyau plongeant dans l'effluent et amenant l'échantillon dans le ou les flacons ; on considère que le segment de pompe n'en fait pas partie. Cette ligne est constituée d'une matière neutre vis-à-vis des paramètres à analyser. Son diamètre interne est de 9 mm au minimum. Elle est équipée d'une crépine dont les ouvertures ont un diamètre de 5 mm au minimum. La ligne est remplacée après chaque usage et la crépine nettoyée et rincée à l'eau alimentaire. Étant donné le coût du segment de pompe, celui-ci ne sera remplacé que si nécessaire.



3.2. Pompe

La pompe est soit à dépression, soit péristaltique ; cette dernière créant des mini dépressions limite le dégazage de l'effluent.

La pompe sera suffisamment puissante pour garantir une vitesse ascensionnelle de 0.5 m/s de l'effluent dans la ligne de prélèvement.

3.3. Contrôleur

Il permet de :

- programmer les paramètres de prélèvement (séquençage),
- commander la pompe,
- commander le bras répartiteur orientant l'aliquote vers le ou les flacons,
- interfacer les mesures envoyées par un moniteur externe.

3.4. Conteneur réfrigéré pour les flacons

Le conteneur sera réfrigéré (réfrigérateur ou glace) de manière à conserver les échantillons dans une ambiance à une température comprise entre 0 et 4 °C ; l'évolution de la température est mémorisée dans l'échantillonneur de manière à apporter la preuve du respect des conditions de conservation.

3.5. Port informatique

Cette entrée permet de raccorder un moniteur externe qui permettra le pilotage éventuel de l'échantillonneur au travers d'une mesure de débit, d'un paramètre physico-chimique (pH, conductivité, niveau, gradient,...) ou d'une impulsion (consécutive au démarrage d'une pompe par exemple).

On se référera à la méthode P-14 décrivant les prescriptions en la matière.

4. Consignes de sécurité

4.1. Consignes générales de sécurité

Les consignes générales de sécurité sont propres à chaque entreprise ; elles sont transmises au sous-traitant au travers de l'ouverture de chantier qui est souvent accompagnée d'une séance d'information et d'un éventuel examen.

4.2. Consignes particulières de sécurité

Les consignes particulières de sécurité inhérentes à l'opération de prélèvement ont essentiellement deux origines :

- le travail en milieu confiné,
- la manipulation de l'effluent.

Travail en milieu confiné

Si une personne doit entrer dans un lieu confiné, il faut toujours :

- vérifier l'absence de risque d'explosion à l'aide d'un explosimètre ou d'un appareil similaire;
- vérifier l'absence de gaz toxiques comme H₂S, CO, CO₂, ... à l'aide d'un détecteur approprié;
- vérifier que la teneur en oxygène est suffisante (environ 20 %);
- ne pénétrer dans un espace confiné que si d'autres personnes se trouvent à l'extérieur, en nombre suffisant pour pouvoir effectuer un sauvetage. L'opérateur qui entre dans un espace confiné doit toujours porter un harnais de secours complet relié à l'extérieur par un cordage de sécurité. La communication directe avec tous les opérateurs doit toujours être possible ;
- que l'opérateur porte un appareil de protection respiratoire ainsi que au moins deux personnes à l'extérieur ;
- porter les vêtements de protection adéquats (combinaison, bottes en caoutchouc, gants, lunettes et casque) ;
- porter un moniteur de contrôle de l'atmosphère. Si l'appareil indique que les conditions ne sont pas bonnes, toutes les personnes présentes dans l'espace confiné doivent évacuer et l'espace confiné doit être ventilé.

Manipulation de l'effluent

Les personnes travaillant en contact avec des effluents industriels doivent respecter les réglementations nationales comportant des prescriptions relatives à la vaccination.

En fonction de la nature de l'effluent, il est recommandé de :

- porter des gants et des lunettes pendant toute la manipulation,
- de se désinfecter les mains une fois la manipulation terminée.

En cas de contact avec un effluent toxique, les personnes exposées ne doivent ni manger, ni boire, ni fumer avant de s'être entièrement lavées.

Site de prélèvement

L'échantillonneur sera clairement balisé plus particulièrement en cas de trappillon soulevé ou entrouvert pour laisser passer la ligne de prélèvement.



5. Mise en place

5.1. Site

Il est indispensable de choisir un emplacement représentatif de l'effluent à examiner, particulièrement dans le cas d'eaux de rejet brutes, dont la composition peut varier considérablement au cours du temps. Une étude préalable (processus industriel, nombre de points de rejet, type de caniveaux, type d'écoulements,...) sera réalisée pour implanter au mieux le ou les prélèvements.

La canalisation devra être nettoyée avant de commencer l'échantillonnage afin d'éliminer toute trace d'incrustation, boue, film bactérien, etc.

L'échantillonneur sera placé aussi près que possible du point de prélèvement.

5.2. Ligne de prélèvement

La ligne de prélèvement sera la plus courte possible. On évitera les cols de cygnes. Elle sera équipée d'une crépine dont les ouvertures auront un diamètre de 5 mm au minimum.

Dans la zone de prélèvement, l'effluent devra idéalement être homogène, brassé et turbulent. La crépine sera donc installée :

- en aval d'un déversoir ou en amont à 1/3 de la hauteur d'eau à partir de la surface ;
- dans le fond d'un canal à fond plat.

Dans le cas d'un écoulement faible, il faut éviter de dénoyer la crépine ; pour ce faire, installer la crépine à l'amont d'une légère retenue artificielle en veillant à empêcher la sédimentation de l'effluent.

5.3. Autres

Le ou les flacons seront rincés trois fois avec l'eau du point de prélèvement avant d'être placés dans l'échantillonneur.

Avant de quitter les lieux, l'échantillonneur devra être scellé.

En cas de faible gèle, la ligne de prélèvement devra être isolée thermiquement.

6. Paramètres d'échantillonnage

Le volume de la prise d'échantillon est ajusté avant chaque démarrage. Chaque prise élémentaire aura un volume de 50 ml minimum.

Pendant l'exécution de la séquence, chaque prise d'échantillon est précédée d'un rinçage de la ligne de prélèvement.

Le volume final prélevé dans chaque flacon sera au moins égal au volume analytique. Tout appoint ponctuel sera clairement signalé dans le rapport.

Le conteneur sera réfrigéré de manière à conserver les échantillons dans une ambiance à une température comprise entre 0 et 4 °C ; l'évolution de la température est mémorisée dans l'échantillonneur.

7. Séquence d'échantillonnage

Les prises d'échantillons sont séquencées suivant 4 modes possibles :

- en fonction du débit,
- en fonction du temps,
- en fonction d'un déclenchement sur un paramètre extérieur et ensuite en fonction d'un des deux modes précédents,
- en fonction d'un déclenchement sur un paramètre extérieur avec prise d'un échantillon élémentaire à chaque déclenchement.

C'est le contrôleur qui permet la programmation de la séquence.

Dans le cas d'un rejet en continu, le préleveur mettra tout en œuvre pour effectuer préférentiellement un prélèvement dans l'ordre de priorité suivant :

- prélèvement mono flacon proportionnellement au débit avec mesure et exploitation de cette mesure par l'échantillonneur ;
- prélèvement multi-flacons proportionnellement au temps avec reconstruction à posteriori de l'échantillon final de manière pondérée sur base des données débitmétriques disponibles ;
- prélèvement mono flacon proportionnellement au temps.

Dans le cas d'un rejet séquentiel, le préleveur mettra tout en œuvre pour effectuer préférentiellement un prélèvement dans l'ordre de priorité suivant :

- prélèvement mono flacon proportionnellement au débit avec mesure et exploitation de cette mesure par l'échantillonneur après déclenchement de la séquence sur le fonctionnement de la pompe ou la montée d'un niveau repère ;
- prélèvement mono flacon proportionnellement au temps après déclenchement de la séquence sur le fonctionnement de la pompe ou la montée d'un niveau repère.

7.1. Echantillonnage proportionnellement au débit

Ce séquencage exige évidemment de procéder à la mesure du débit en continu avec exploitation des données par le contrôleur de l'échantillonneur.

La mesure du débit se fait :

- par mesure directe de la vitesse de l'effluent et de la section passante de la canalisation,

- par mesure directe de la hauteur d'eau en amont d'un seuil avec conversion de la hauteur en débit via la fonction ou l'abaque liant la hauteur au débit.

Pour le détail de la mesure du débit, on se référera à la méthode P-14 décrivant les prescriptions en la matière.

Le débit est préalablement estimé de manière à dimensionner au mieux le pas d'échantillonnage afin de fournir un volume analytique suffisant à la fin de la séquence.

7.2. Echantillonnage proportionnel au temps

La cadence de prélèvement est étudiée de manière à fournir un volume au moins égal au volume analytique en fin de séquence.

7.3. Echantillonnage avec déclenchement d'une séquence sur un paramètre extérieur

L'échantillonneur, programmé dans un des deux modes précédemment décrit, peut déclencher sa séquence de prélèvement sur réception d'une consigne :

- impulsion correspondant au démarrage d'une pompe,
- dépassement d'une valeur fixée (niveau, pH, conductivité, gradient,...).

7.4. Echantillonnage avec déclenchement ponctuel sur un paramètre extérieur

L'échantillonneur peut déclencher un prélèvement ponctuel à chaque réception d'une consigne comme décrite en 7.3.

8. Période d'échantillonnage

Afin de caractériser un effluent industriel, la période de temps couverte par la séquence de prélèvement doit au moins correspondre à un cycle complet de production et de rejet.

Dans le cadre du calcul de la taxe, cette période est fixée à au moins 24 heures ; cependant, cette période peut être étendue afin de mieux couvrir le processus industriel.

La durée de l'échantillonnage dépendra de la stabilité de l'échantillon et des délais d'analyses pour les différents paramètres concernés. Elle peut varier de quelques heures (pour la détection des composés organiques volatiles ou pour la DBO₅) à plusieurs jours (pour les composés inorganiques stables).

On se référera aux méthodes analytiques décrivant les prescriptions en la matière.

9. Conditionnement et flaconnage

Le ou les flacons placés dans l'échantillonneur automatique ne peuvent pas être conditionnés.

Par contre, le flaconnage secondaire destiné aux analyses sera clairement étiqueté et constitué de flacons conformes aux exigences du laboratoire. Il est conseillé de conditionner certains flacons avec des réactifs stabilisants toujours en accord avec le laboratoire.

On se référera à la méthode P-1 décrivant les prescriptions en la matière.

10. Remplissage, transport et conservation

On se référera à la méthode P-1 décrivant les prescriptions en la matière.

Le bidon contenant les aliquotes doit être agité avant le remplissage des flacons afin de bien homogénéiser l'échantillon. Il faut régulièrement ré-homogénéiser l'échantillon dans le bidon si le nombre de flacons à remplir est important.

11. Maintenance des échantillonneurs

La ligne de prélèvement devra être renouvelée lors de chaque changement de point en ce compris le tuyau allant de la pompe au bidon.

Le segment de la pompe devra être remplacé suivant les normes établies par le constructeur de l'échantillonneur automatique. Il sera rincé à l'eau de distribution après chaque prélèvement.

L'ensemble des joints des tubes doivent pouvoir être détachés, nettoyés et remplacés facilement. L'échantillonneur devra rester propre.

12. Rapport

Le rapport de prélèvement reprendra les renseignements suivants :

- le nom de l'entreprise avec le(s) nom(s) de la (des) personne(s) de contact ;
- la date de prélèvement ;
- le nom de la personne ayant réalisé le prélèvement ;
- une ou plusieurs photos du (des) point(s) de prélèvement ;
- un résumé du suivi de la bonne maintenance du matériel utilisé ;
- la méthode d'échantillonnage utilisée (débit/temps, séquence d'échantillonnage, volume prélevé par l'échantillonneur, l'appoint éventuellement apporté) ;
- les données enregistrées par l'échantillonneur automatique (température du frigo, heures des prélèvements élémentaires formant l'échantillon composite, débit de l'effluent, température de l'effluent, ...) sous forme graphique et/ou dans un tableau ;

- les mesures de terrain prisent manuellement à partir de l'échantillon composite (température, conductivité, pH,...) ;
- la nature et la quantité d'agents de conservation ajoutés ;
- le suivi des conditions de transport (température du frigo, heure de réception).

13. Références

ISO 5667-10.

ORIGINAL 2014