

ANNEXE I

RAPPORT D'AUDIT DE LA CHAÎNE DE MESURE DE L'EFFLUENT MARIN DE 2013

RAPPORT D'AUDIT

VERIFICATION DU SYSTEME D'AUTOSURVEILLANCE DES REJETS EN MER D'EAUX USEES DU SITE

VALE / Nouvelle Calédonie
(CCTP Agence de l'Eau RMC 2012).

N/Réf : **CB677-2605191-JBe**

Chargée de clientèle: jocelyne.carreau-bergeron@fr.bureauveritas.com

Dates des essais : Du 15 au 16 Avril 2013.

Inspecteur : Benoit DALIBARD

Rédacteur : Julien BERTELOOT

Date du rapport : 31 Mai 2013



Contrat entre les soussignés

D'une part

VALE
Immeuble MALAWI
52 Avenue Foch BP 218
98845 NOUMEA - Nouvelle Calédonie

Et d'autre part

BUREAU VERITAS
16 Chemin du Jubin
BP 26
69571 DARDILLY Cedex

Ci-après désigné

"Bureau Veritas"

Représenté par

Julien BERTELOOT

Tél : 04.72.29.32.70

Fax : 04.72.29.32.68

Courriel : julien.berteloot@fr.bureauveritas.com

Signature



SOMMAIRE

<u>1.</u>	<u>CONTEXTE ET ENJEUX.....</u>	<u>3</u>
1.1	MISSION :	3
1.2	STRUCTURE AUDITEE :	3
<u>2.</u>	<u>DESCRIPTIF DU POINT D'AUTOSURVEILLANCE</u>	<u>4</u>
2.1	MATERIELS EN PLACE POUR LE PRELEVEMENT ET LES MESURES CONTINUES:.....	4
2.2	MATERIEL D'ANALYSE LABORATOIRE :	6
2.3	CONTEXTE DE PARTAGE DES ECHANTILLONS :	6
<u>3.</u>	<u>COTATIONS / AVIS DE CONFORMITE :</u>	<u>7</u>
3.1	DEBITMETRE :	7
3.2	PRELEVEUR AUTOMATIQUE D'ECHANTILLONS :	8
3.2.1	Rappels l'implantation du prélèvement et les techniques à mettre en œuvre :	9
3.3	MESURE DE PH / TEMPERATURE :	10
3.4	ANALYSES COMPARATIVES :	11
3.4.1	Méthode de calcul des écarts analytiques :	12
3.4.2	Domaine d'Accréditation VALE :	13
<u>4.</u>	<u>CONCLUSION / AVIS TECHNIQUE :</u>	<u>14</u>
<u>5.</u>	<u>PRECONISATIONS D'AMELIORATIONS DU SYSTEME D'AUTO-SURVEILLANCE :</u>	<u>15</u>
5.1	PRELEVEUR AUTOMATIQUE D'ECHANTILLON :	15
5.2	HOMOGENEISATION AVANT ANALYSES :	16
<u>6.</u>	<u>ANNEXES.....</u>	<u>17</u>
6.1	RESULTATS D'ANALYSES BUREAU VERITAS :	17
6.2	RESULTATS D'ANALYSES VALE :	23
6.3	CONDITIONS DE FONCTIONNEMENT LORS DE L'AUDIT.....	25
6.4	DOCUMENTS LABORATOIRE :	26
6.5	QUELQUES PHOTOGRAPHIES :	28



1. CONTEXTE ET ENJEUX

1.1 Mission :

Le client confie à Bureau Veritas qui accepte les prestations suivantes :

Vérification périodique du système d'auto-surveillance du rejet en mer du site VALE.

Dans le présent rapport il sera également formulé des orientations d'amélioration du système d'autosurveillance actuel vis-à-vis des préconisations techniques Agence de l'eau Rhône Méditerranée Corse.

La présente mission consiste à évaluer le système d'auto-surveillance des rejets en mer sur les parties suivantes :

- *Matériel et techniques de prélèvement automatique.*
- *Conservation des échantillons / conditionnement avant analyses.*
- *Analyses laboratoire (Inter-comparaison).*
- *Système qualité lié aux domaines ci-avant.*

*Ce type de contrôle « Agence de l'eau » sur les systèmes d'auto-surveillance visant la déclaration d'activité polluante **doit être réalisé une fois par an.***

Les prestations de Bureau Veritas ont eu lieu à l'adresse suivante :

**Site VALE INCO Nouvelle Calédonie.
Station de traitement des eaux industrielles.**

1.2 Structure auditée :

La structure auditée est appelée « Département Lixiviation » ainsi que le « Département Laboratoire » les personnes rencontrées lors de l'audit sont :

- Mickael CABON (Chef de section Laboratoire)
- Jean-François REUILLARD (Responsable unité lixiviation)
- Gemmanick Cherika (Ingénieur procédé)

2. DESCRIPTIF DU POINT D'AUTOSURVEILLANCE

2.1 Matériels en place pour le prélèvement et les mesures continues:

La chaîne de prélèvement auditée est composée des éléments suivants :

- Débitmètre électromagnétique :

Marque	KROHNE
Modèle	OPTIFLUX 4300W
Gamme de mesure	0 – 4000 m ³ /h
N° TAG	285 FIT 00835

Sur conduite en aval des pompes de refoulement du bassin 285 TNK 016 « rejet diffuseur en mer ».



- Préleveur automatique d'échantillon :

Marque	SENTRY
Modèle	ISOLOK TYPE SAA
Gamme d'échantillonnage	3 à 15 cc ou 3 à 15 ml
N° TAG	285 SAO 004



- PHmètre / Thermomètre :

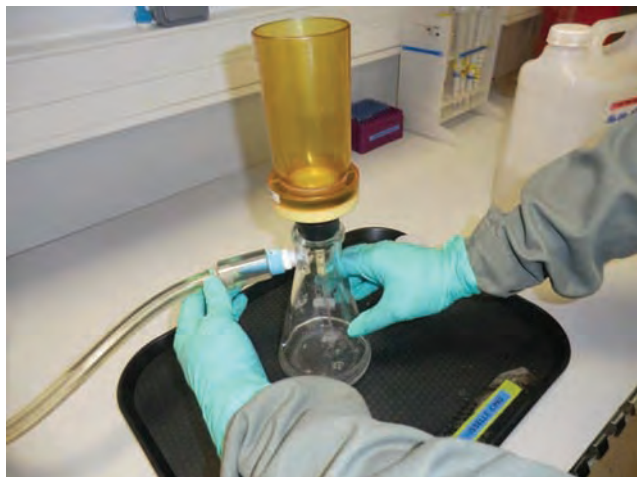
Marque	YOKOGAWA
Modèle	EXA PH 202
Gamme d'échantillonnage	2 à 12 Unité de pH
N°TAG	285 SAO 004

La tête de mesure est située sur une passerelle au-dessus du bassin 285 TNK 016. La sonde est immergée dans ce même bassin qui est homogénéisé de manière naturelle par les effluents entrants.



2.2 Matériel d'analyse laboratoire :

- Mesure de MEST (Gravimétrie sous vide sur filtre)
- ICP AES (éléments dissous)
- Spectrométrie d'absorption moléculaire (Cr6)



2.3 Contexte de partage des échantillons :

Les échantillons ont été reconstitués dans le préleveur de la station sur une durée de 12H dans le cadre d'un bilan d'autosurveillance interne.

Ils ont été partagés au laboratoire par **homogénéisation manuelle** depuis un bidon de 10 litres.

L'échantillon est réparti dans plusieurs flacons pour analyses interne et externes Bureau Veritas.

3. COTATIONS / AVIS DE CONFORMITE :

3.1 Débitmètre :

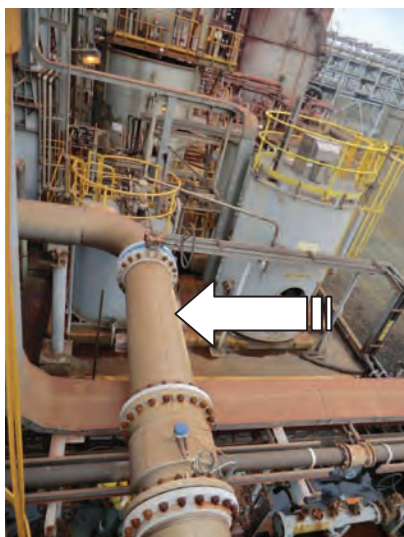
Le débitmètre électromagnétique est correctement implanté, les longueurs droites amont et aval sont conformes aux préconisations KROHNE.

La gamme de mesure de l'appareil est adaptée aux régimes de fonctionnement observés.

Une vérification (test électronique interne du transmetteur) est réalisée chaque 6 mois par VALE.

Une mesure comparative 2H n'a pas pu être réalisée par Bureau Veritas pour cause d'accessibilité au centre d'une portion de longueurs droite de 6DN.

Pour le prochain contrôle. Il sera nécessaire de pouvoir accéder à une portion de longueur droite par exemple décrite ci-dessous ou autre :



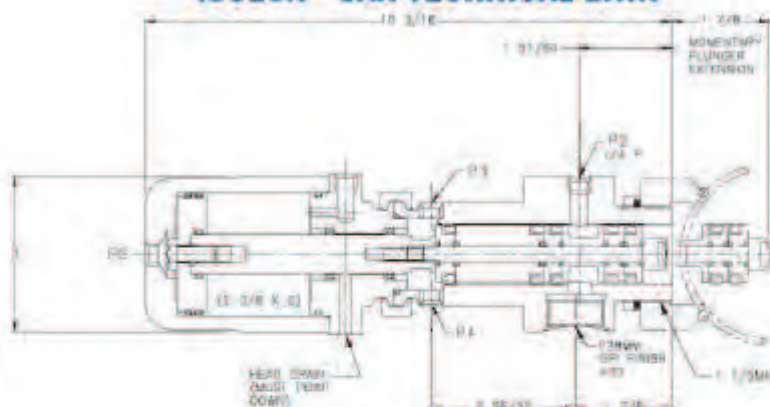
Cette mesure pourra être réalisée à l'aide d'une nacelle / échafaudage et de notre débitmètre Ultrasons temps de transit raccordé CETIAT.

Mesure de débit en écoulement en charge		Coef.	oui	non
1	Le débitmètre est-il installé conformément aux normes ou aux prescriptions du constructeur , le report éventuel de la mesure s'effectue t-il correctement ?	5	X	
2	Si une mesure comparative est possible , l'écart sur au moins 2 heures, entre les résultats de mesures obtenus sur le point de mesure et de manière déportée d'une part, et par l'organisme de contrôle d'autre part, est il $\leq$ à 10% ?	5		
3	Si une mesure comparative est impossible et qu'un bilan eau (entrée - sortie ou autre) peut-être établi , est-il cohérent ?	5	X	
4	Si une mesure comparative est impossible et qu'un étalonnage du débitmètre par un laboratoire accrédité est régulièrement réalisé (au moins tous les 5 ans), l' incertitude de mesure du débitmètre est-elle $\leq$ à 5% ?	5		
5	Si une mesure comparative est impossible et qu'un contrôle de fonctionnement du débitmètre est assuré annuellement par le constructeur ou le fournisseur , le rapport d'intervention atteste t-il d'un bon fonctionnement du débitmètre ?	5	X	
Résultat de la cotation sur 10			10.0	

3.2 Préleveur automatique d'échantillons :



ISOLOK® SAA TECHNICAL DATA



SPECIFICATIONS

Sample Volume per Cycle	3 cc or 8 cc
Maximum Particle Size	3 mm (3-cc) or 7 mm (8 cc)
Basic Electrical Requirements (with Sentry controller)	115 VAC, single phase, 50/60 Hz
Line Mounting Options	MNPS thread, tri-clamp, instrument hub, ANSI flange
Compressed Air Requirements	2 SCFM @ 90 psi (.05 m ³ /min @ 6.2 bar)
Materials of Construction	316 stainless steel; other materials available
Plunger Seals	TPE, polyurethane, EPDM rubber, Kalrez® or custom
Cylinder Seals	Halar®, TFE, or custom
Net Weight, not including controller or accessories	8-10 lb (3.5-4.5 kg)

Kalrez is a registered trademark of E. I. Du Pont de Nemours and Company.
Halar is a registered trademark of Ausimont, U.S.A. Inc.



Conforms to European Directive
2002/95/EC
RoHS (Restriction of Hazardous Substances)



II 2GD TX

Prélèvement		Coef.	oui	non
1	Le point de prélèvement est-il correctement implanté (milieu homogène et brassé) ?	2	X	
2	Le circuit de prélèvement, y compris la boucle primaire, présente-t-il un état de fonctionnement satisfaisant, son diamètre est-il ≥ 9 mm ?	1		X
3	Le volume de prélèvement par cycle est-il > 50 ml ?	1		X
4	La vitesse d'aspiration, y compris celle de la boucle primaire, est-elle $\geq 0,5$ m/s ?	1	X	
5	Le préleveur est-il asservi au débit, ou au volume écoulé, assure-t-il un nombre de prélèvements suffisant (à titre indicatif, une moyenne de 6 par heure de rejet effectif) ? Les horaires de prélèvement et de totalisation des débits sont-ils synchronisés ?	1		X
6	L'écart entre le volume théorique et le volume prélevé (sur au moins 2 heures) est-il $\leq 10\%$?	3	X	
Résultat de la cotation sur 10			6.7	

Le préleveur automatique ne respecte pas la norme ISO-5667-10 faisant référence pour la technique d'échantillonnage des eaux résiduaires.

3.2.1 Rappels l'implantation du prélèvement et les techniques à mettre en œuvre :

Le point de prélèvement sera situé dans un milieu homogène, donc suffisamment brassé et turbulent afin d'appréhender correctement les matières en suspension et flottantes. Un prélèvement dans un écoulement laminaire est donc le plus fréquemment à proscrire et **une implantation à l'aval d'un organe de mesure de débit à conseiller.**

En l'absence d'une telle installation, le point de prélèvement doit figurer suffisamment en aval du dernier raccordement. Sur les stations d'épuration, le point de prélèvement à l'entrée de la station se situera en amont des retours en tête.

L'installation d'un bac de prélèvement de volume modeste à pression atmosphérique est nécessaire pour un dispositif d'autosurveillance sur conduite en charge (après un relevage par exemple), celui-ci devant être alimenté en permanence par un piquage correctement implanté et dimensionné, situé si possible en amont du débitmètre.

Les prélèvements sont réalisés à l'aide de préleveurs échantillonneurs automatiques réfrigérés à 4°C et sont représentatifs de la qualité de l'effluent durant une période ne pouvant excéder en principe 24 heures lors de l'activité polluante.

Afin de limiter le nombre de manipulations des échantillons, l'utilisation d'un seul bidon par jour est conseillée. Pour des programmes d'autosurveillance soutenus (plusieurs fois par semaine), l'installation de préleveurs échantillonneurs multi flacons (4 X 12 litres au minimum) est à privilégier. Pour les préleveurs échantillonneurs installés en extérieur, il est nécessaire de prévoir un abri de protection.



Ces matériels doivent obligatoirement respecter la norme ISO-5667-10, fixant des critères de fonctionnement et notamment :

- ☐ Une vitesse d'aspiration minimale de 0,5 m/s,
- ☐ Un diamètre minimal du tuyau d'aspiration de 9 mm,
- ☐ Un volume unitaire prélevé par cycle supérieur à 50 ml,
- ☐ Un écart limite de 5% entre le volume d'échantillon prélevé et celui devant être théoriquement obtenu,
- ☐ L'existence d'un système de purge préalable du circuit de prélèvement avant chaque cycle de prélèvement.

Un échantillon représentatif est obtenu si les règles suivantes sont respectées :

- ☐ Asservissement du préleveur à une mesure en continu du débit du rejet (de préférence, le préleveur sera piloté par une impulsion délivrée par le débitmètre),
- ☐ Fréquence soutenue des cycles de prélèvement, au minimum 6 à 7 en moyenne par heure de rejet effectif et 150 en moyenne journalière pour un rejet continu.

L'Agence de l'eau ou les Organismes réglementaires peuvent organiser des contrôles analytiques sur les échantillons constitués dans le cadre de l'autosurveillance.

Des doubles de ces échantillons (2 litres au minimum) devront donc être conservés durant au moins 24 heures dans une enceinte de préleveur réfrigéré à 4°C.

3.3 Mesure de pH / Température :

La mesure comparative Bureau Veritas avec ses appareils étalonnés sur les paramètres pH et température en continue est conforme.

	Bureau Veritas	VALE	Ecart toléré
Mesure de pH	8.87	9.05	0.2
Température (°C)	27.1	27.2	1

Les procédures de suivi et d'étalonnage des instruments mises en place pour ces paramètres sont conformes et suffisant.

3.4 Analyses comparatives :

COMPARATIF ANALYTIQUE													
INCO NOUVELLE CALEDONIE (NOUMEA TOM) le 00/01/1900 par LSEH													
Les analyses sont réalisées par				VALE				Ce laboratoire est il agréé et (ou) accrédité					oui
Les échantillons sont ils correctement traités ?				oui		← Si non, cotation analytique réduite de 40%							
nombre de mesures conformes				14		Observations			Inter-comparaison parfaite				
nombre total de mesures				14									
note obtenue sur 10				10.0									

Conditionnement des échantillons avant analyses

Lors de l'audit l'exploitant a homogénéisé l'échantillon au laboratoire.
L'homogénéisation / partage de l'échantillon est manuel avec agitation d'un bidon de 10 litres. Vu le type d'effluent manipulé (clair avec peu de MEST ou particules) cette méthode est acceptable.

Il peut être envisagé « comme axe d'amélioration », de mettre en place un système d'homogénéisation mécanique avec pompage péristaltique pour répartition des échantillons en flacons. (Un système sera décrit en conclusion).

Bilan des analyses comparatives

Commentaires :

L'inter-comparaison analytique est excellente malgré la remarque sur l'homogénéisation.
Les bulletins de résultats des deux parties sont joints en annexe.

3.4.1 Méthode de calcul des écarts analytiques :

ANNEXES : ETAT COMPARATIF ANALYTIQUE et METHODE DE CALCUL DES ECARTS				
Paramètres	Limite inférieure d'expression du résultat	Seuil de comparaison	Concentration supérieure au seuil de comparaison et inférieure ou égale à	Concentration supérieure à
DBO5 en mg/l de O2	4	15	80	80
Ecart Maximum Toléré			30%	20%
DCO en mg/l de O2	30	80	250	250
Ecart Maximum Toléré			30%	10%
ST-DCO en mg/l de O2	10	20	150	150
Ecart Maximum Toléré			30%	10%
MEST en mg/l	5	15	100	100
Ecart Maximum Toléré			30%	20%
NK en mg/l de N	3	6		6
Ecart Maximum Toléré				10%
NGL en mg/l de N	3	6		6
Ecart Maximum Toléré				20%
NH4 en mg/l de NH4	3	6		6
Ecart Maximum Toléré				10%
NO2 en mg/l de NO2	0.5	1		1
Ecart Maximum Toléré				20%
NO3 en mg/l de NO3	1	5		5
Ecart Maximum Toléré				20%
Pt en mg/l de P	0.5	1		1
Ecart Maximum Toléré				20%
Mercuré (Hg) en mg/l	0.001	0.005	0.01	0.01
Ecart Maximum Toléré			60%	30%
Autres métaux et métalloïdes en mg/l	0.1	0.5	1	1
Ecart Maximum Toléré			60%	30%
AOX en mg/l	0.01	0.05	0.5	0.5
Ecart Maximum Toléré			60%	30%
COT en mg/l	2	5	15	15
Ecart Maximum Toléré			30%	10%
Test Daphnies en eq/m3	1	3	20	20
Ecart Maximum Toléré			30%	20%
CN en mg/l	0.1	0.5	1	1
Ecart Maximum Toléré			60%	30%

Méthode de calcul des écarts (mesure des débits, résultats d'analyses) :

Soit **a**, le résultat de la mesure produit par la station ou l'établissement

Soit **b**, le résultat de la mesure produit par l'organisme ou le laboratoire de contrôle,

Soit **C**=(a+b)/2 la moyenne arithmétique des 2 mesures,

3.4.2 Domaine d'Accréditation VALE :

Le laboratoire VALE est accrédité COFRAC pour certaines analyses de suivi sur site. Les certificats d'étalonnage et/ou vérification des instruments d'analyses nous ont été transmis.

Manuels, Politiques, Procédures, Formulaires
Manuals, Policies, Procedures, Templates

Standards Usine sur Devweb
Plant Documents on Devweb

[Cahiers des documents normatifs](#)

[Normes Vale NC](#)

[Documents normatifs applicables
sur coordinateurs de VNC](#)

[Comment utiliser cette page ?](#)

Lignes affichées: 29

[Afficher tout](#)

Reference	Titre	Propriétaire	Type de document	Type of document	Tn
REG-0001-LAB	Politique du laboratoire d'analyse	Laboratoire	Politique	X X	03 18/02/2013 Int -
REG-0002-LAB	Manuel Qualité du laboratoire d'analyse	Laboratoire	Manuel	X X	01 14/12/2012 Int -
REG-0003-LAB	Analyse en laboratoire	Laboratoire	Processus	X X	02 18/10/2012 Int -
PTP-0003-LAB	Analyse des échantillons et livraison des résultats	Laboratoire	Procédure	X X	01 14/12/2012 Int -
PTP-0005-LAB	Validation et contrôles qualité des méthodes de préparation et d'analyse	Laboratoire	Procédure	X X	01 23/11/2012 Int -
PTP-0007-LAB	Gestion des installations et des équipements du laboratoire	Laboratoire	Procédure	X X	01 18/10/2012 Int -
PRQ-0401-LAB	Paramétrage des spécifications produits fins	Laboratoire	Procédure	X X	01 30/03/2012 Int -
PRQ-0601-LAB	GRV01 - Détermination de la cene au feu à 1200°C	Laboratoire	Méthode	X	01 12/08/2012 Int -
PRQ-0602-LAB	GRV02 - Dosage des matières en suspension	Laboratoire	Méthode	X	01 10/10/2012 Int -
PRQ-0604-LAB	ICP01 - Analyse d'éléments dans les minerais par ICP-AES après fusion alcaline	Laboratoire	Méthode	X	01 12/08/2012 Int -
PRQ-0605-LAB	ICP02 - Analyse d'éléments dissous dans les eaux douces et résiduaires par ICP-AES	Laboratoire	Méthode	X	01 13/02/2013 Int -
PRQ-0606-LAB	ICP03 - Analyse d'éléments dans les solides hydro-métallurgiques par ICP-AES après fusion alcaline	Laboratoire	Méthode	X	01 10/04/2013 Int -
PRQ-0608-LAB	PRE01 - Préparation des échantillons solides pour essai	Laboratoire	Méthode	X X	01 23/11/2012 Int -
PRQ-0609-LAB	SPE01 - Analyse du chrome VI dissous dans les eaux naturelles et usées par spectrométrie d'absorption moléculaire	Laboratoire	Méthode	X	01 26/02/2013 Int -



Section Laboratoires - Convention n° 2882

ATTESTATION D'ACCREDITATION AVENANT N° 4

Le Cofrac atteste que l'organisme ci-dessous désigné :

NOM :	VALE NOUVELLE-CALEDONIE S.A.S.
Adresse :	38 rue du Colisée 75008 PARIS
Contact :	Monsieur Mickael CABON
Tél :	(687) 23.50.00
Fax :	(687) 23.50.75
E-mail :	mickael.cabon@vale.com

est accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 version 2005 pour son laboratoire, site et périmètres d'accréditation précisément définis dans l'annexe technique suivante :

- Annexe technique n° 1 : site du MONT DORE - NOUVELLE CALEDONIE
accréditation n° 1-2025
prenant effet le 1^{er} novembre 2010

Cette accréditation est la preuve de la compétence technique du laboratoire pour les activités susmentionnées et du bon fonctionnement dans ce laboratoire d'un système de management de la qualité adapté (cf communiqué conjoint ISO / ILAC / IAF de janvier 2009).

La présente attestation est valable du 1^{er} novembre 2010 au 30 avril 2013

Fait à Paris, le 21 octobre 2010
Pour le Directeur Général du Cofrac, le Responsable de Pôle
Stéphane BOVIN



N°rapport: CB677-2605191-JBe-ind 1

Page 13/28

4. CONCLUSION / AVIS TECHNIQUE :

EVALUATION D'UN SYSTEME D'AUTOSURVEILLANCE		
station ou de établissement industriel de	VALE INCO NOUVELLE CALEDONIE (NOUMEA TOM)	
Numéro Interlocuteur	MR MICKAEL CABON	
Numéro Ouvrage	WASTE WATER TREATMENT PLANT	
Date d'intervention	mardi 16 avr 2013	
Organisme de contrôle	BUREAU VERITAS LYON	
Laboratoire de contrôle	LSEH	
Dénomination des points d'autosurveillance		
Point 1	Sortie station	
Point 2		
Point 3		
Point 4		
Point 5		
Point 6		
SYNTHESE DES COTATIONS		
Existe-t-il un système qualité performant ?	oui	<i>Si non Cotation globale -10%</i>
① Cotation des dispositifs de mesure de débit (sur 10)	10.0	Si une des cotations est < 6, le système est non valide système valide
② Cotation des dispositifs de prélèvement (sur 10)	6.7	
③ Cotation du comparatif analytique (sur 10)	10.00	
④ = moyenne(①+②+③) Cotation globale (sur 10)	8.9	

Aucune cotation n'est inférieure à 6 / 10.

La note globale moyenne est de **8.9 / 10**.

Des modifications importantes doivent être apportées au système de prélèvement automatique d'échantillon.

Sur les autres domaines concernés par l'audit (Inter-comparaison laboratoire, techniques d'analyse, suivi et entretien du matériel / système qualité) aucune remarque n'est formulée, les résultats sont de très bonne qualité.

5. PRECONISATIONS D'AMELIORATIONS DU SYSTEME D'AUTO-SURVEILLANCE :

5.1 Préleveur automatique d'échantillon :

Comme décrit au paragraphe 3.2 le préleveur automatique d'échantillon ne répond pas aux critères de conformité d'une chaîne de prélèvement représentative et conforme à la **ISO-5667-10**.

Pour palier a ce manque, il est nécessaire de mettre en place :

Un bac tampon de taille raisonnable (5 à 10 litre) alimenté en permanence par l'effluent en cours de rejet.

Ce bac tampon doit être alimenté par une conduite d'au moins 9 mm de diamètre et être naturellement homogénéisé par le flux introduit.

A côté de ce bac tampon doit être installé un préleveur automatique d'échantillon répondant à la **ISO-5667-10**.

Exemple de préleveur conforme : ENDRESS-HAUSER ASP STATION 2000.

Autre fournisseurs : (HYDREKA / NEOTEC ISCO / LANGE etc...)

Ce préleveur d'échantillon doit être réfrigéré et asservi / piloté par les impulsions du débitmètre électromagnétique (de quoi réaliser au moins 150 échantillons / jour d'un minimum de 50 ml par échantillon. Celui-ci prélèvera dans le bac tampon précédemment décrit par le biais d'un tuyau d'au moins 9 mm de diamètre intérieur.

Exemple en photographie :



5.2 Homogénéisation avant analyses :

L'homogénéisation de l'échantillon journalier reconstitué doit être réalisée dans un flacon PE d'au moins 12 litres et ayant une ouverture de col d'au moins 80mm.

Ce flacon est ensuite placé sous un système d'homogénéisation mécanique (type moteur vitesse variable avec agitateur à pâles ou agitateur magnétique grande dimension).

Lors de l'agitation, il ne doit pas apparaître de phénomène de vortex (cône d'air) afin de ne pas oxygéner l'échantillon.

A ce système est ajoutée une pompe de type péristaltique qui vient aspirer dans le flacon en cours d'agitation.

Elle permettra de répartir l'échantillon dans plusieurs flacons pour partage / filtration et/ou analyse chez un sous traitant etc...

Exemple en photographie :



Après chaque utilisation. L'ensemble du système devra être soigneusement rincé / laver et purger.

Ce type de système est fortement conseillé lorsque les concentrations en MEST peuvent dépasser les 10 mg/l ou lors de présence de cristaux ou décantât organique / minéraux.

A titre d'information les préconisations décrites aux §5.1 et 5.2 représentent un investissement d'environ 10 K€.

6. ANNEXES

6.1 Résultats d'analyses Bureau Veritas :

CARSO - LABORATOIRE SANTE ENVIRONNEMENT HYGIENE DE LYON

Laboratoire agréé pour les analyses d'eau par le Ministère de la Santé

Rapport d'analyse Page 11 / 2
Edité le : 16/05/2013



BUREAU VERITAS
Perf HSE Rhône-Alpes Auvergne

16 Chemin de Jubin
BP 26
69571 DARDILLY Cedex

Le rapport établi ne concerne que les échantillons soumis à l'essai. Il comporte 2 pages.
La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous la forme de fac-similé photographique intégral.
L'accréditation du COFRAC atteste de la compétence des laboratoires pour les seuls essais couverts par l'accréditation, identifiés par le symbole #.
Les paramètres sous-traités sont identifiés par (*).

Identification dossier : LSE13-37697
Identification échantillon : LSE1304-30609-1
Doc Adm Client : Cde 1510003473 13-1882 - Aff 2505191/2/1
Référence client : 265 TNX 16
Nature : Eau usée
Prélèvement : Réceptionne le 26/04/2013
Flaconnage : CARSO-LSEHL

Les données concernant la réception, la conservation, le traitement analytique de l'échantillon et les incertitudes de mesure sont consultables au laboratoire. Pour déclarer, ou non, la conformité à la spécification, il n'a pas été tenu explicitement compte de l'incertitude associée au résultat.

Date de début d'analyse : 26/04/2013

Paramètres analytiques	Résultats	Unités	Méthodes	Normes	Unités de mesure	Références de qualité	CONFORME
Analyses physicochimiques							
<i>Analyses physicochimiques de base</i>							
Carbone organique total (COT)	2.8	mg/l C	Pyrolyse au Oxydation par voie humide (AO 17)	NF EN 15959			SI
Sulfates	8080	mg/l SO4=	Chromatographie ionique	NF EN ISO 15705-1			SI
Demande biochimique en oxygène (BOD) avec ATU (5 jours)	< 3	mg/l O2	Avec dilution	NF EN ISO 15705-1			SI
Demande chimique en oxygène (indice ST-DQO)	35	mg/l O2	Spectrophotométrie	NF EN 15705			SI
Matières en suspension totales	9.4	mg/l	Grauvimétrie après filtration	NF EN 15705			SI
Chrome hexavalent (Cr VI)	< 0.05	mg/l Cr VI	Spectrophotométrie automatique	NF EN 15705-1			SI
Cyanures totaux (indice cyanure)	< 0.05	mg/l CN=	Flux continu (CFAC)	NF EN 15705-1			SI
AuX dissous après filtration	0.23	mg/l Cl-	Grauvimétrie	NF EN 15705-1			SI
<i>Formes de l'azote</i>							
Nitrites	mg/l NO2=	0.11	Spectrophotométrie	NF EN 15705-1			SI
Nitrates	mg/l NO3=	< 10	Chromatographie ionique	NF EN ISO 15705-1			SI
Azote Kjeldahl	mg/l N	< 3	Distillation	NF EN 15705-1			SI
Azote global	mg/l N	0.0	Catalyse	Méthode interne			SI
<i>Formes du phosphore</i>							

Document communiqué en vertu de la loi n° 178 du 17 JANVIER 1978 (art. 1) - ACCUSE DE RECEPTION - Le 16/05/2013 à 14h00 - Par M. J. B. / 15705-1

CARSO-LSEHL
Rapport d'analyse Page 2 / 2
Edité le : 16/05/2013
Identification échantillon : LSE1304-30609-1
Destinataire : BUREAU VERITAS

Doc Adm Client : Cde 1510003473 13-1852 - Aff 2506191/2/1

Paramètres analytiques	Résultats	Unités	Méthodes	Normes	Unités de rapport	Intervalle de confiance	Statut
Phosphore total	< 0.16	mg/l P	Motivation et spectrophotométrie (Guthrie)	AF 23 200-2010			+
Métaux							
Digestion	-	-	Digestion acide	Méthode interne			+
Aluminium total	0.066	mg/l Al	ICPMS après digestion	ISO 17244-1 et NF EN ISO 17244-2			+
Mercurie total	< 0.05	ug/l Hg	SAA sans flamme après minéralisation	NF EN 1483			+
Arsenic total	< 0.004	mg/l As	ICPMS après digestion	ISO 17244-1 et NF EN ISO 17244-2			+
Chrome total	0.039	mg/l Cr	ICPMS après digestion	ISO 17244-1 et NF EN ISO 17244-2			+
Cobalt total	0.022	mg/l Co	ICPMS après digestion	ISO 17244-1 et NF EN ISO 17244-2			+
Cuivre total	< 0.020	mg/l Cu	ICPMS après digestion	ISO 17244-1 et NF EN ISO 17244-2			+
Etain total	< 0.005	mg/l Sn	ICPMS après digestion avec H ₂ O ₂	ISO 17244-1 et NF EN ISO 17244-2			+
Fer total	0.040	mg/l Fe	ICPMS après digestion	AF EN ISO 11883			+
Manganèse total	0.26	mg/l Mn	ICPMS après digestion	ISO 17244-1 et NF EN ISO 17244-2			+
Nickel total	0.112	mg/l Ni	ICPMS après digestion	ISO 17244-1 et NF EN ISO 17244-2			+
Plomb total	< 0.004	mg/l Pb	ICPMS après digestion	ISO 17244-1 et NF EN ISO 17244-2			+
Zinc total	0.04	mg/l Zn	ICPMS après digestion	ISO 17244-1 et NF EN ISO 17244-2			+
Calcium total	419.8	mg/l Ca	ICPMS après digestion	AF EN ISO 11883			+
Magnésium total	1206	mg/l Mg	ICPMS après digestion	AF EN ISO 11883			+
Dioxines							
PCDD et PCDF							
Résultats Dioxines	Cf. rap. spécifique	-	HPLC/HRMS	Méthode interne			+

NOLOBEU AZOTE GLOBAL

DCC : résultat sous réserve d'interférences des chlorures.

Nitrates : la limite de quantification a été renouée en raison de la présence d'interférences.

Nitrites : délai de mise en analyse supérieur à 24 heures.

Chrome hexavalent : délai de mise en analyse supérieur à 24 heures.

COT : délai de prise en charge dépassé.

Le calcul de l'azote global n'inclut pas les espèces azotées dont les concentrations sont inférieures à leur limite de quantification.

Fabien BOVETTO
Responsable de Laboratoire



CARSO - LABORATOIRE SANTÉ ENVIRONNEMENT HYGIÈNE DE LYON

LSE13-37897

RAPPORT D'ESSAI	ANALYSE DES PCDD ET PCDF
------------------------	---------------------------------



Date : 13/05/2013

L'essai LSE13-37897-1 a été réalisé à la demande de

BUREAU VERITAS
Perf HSE Rhône-Alpes Auvergne
16 Chemin de Jubin
DARDILLY Cedex 69571

Code essai CARSO-LSEH : LSE13-37897-1

Référence client dossier : Cde 1510003473 13-1882 - Aff 2508 191/2/1

La reproduction de ce document n'est autorisée que sous la forme de fac-similé photographique intégral.

Il comporte 4 pages.

Le rapport établi ne concerne que les échantillons soumis à l'essai.

L'accréditation du COFRAC atteste de la compétence des laboratoires pour les seuls essais couverts par l'accréditation.



Stéphanie DEFOUR
Responsable de Laboratoire

CARSO - LABORATOIRE SANTÉ ENVIRONNEMENT HYGIÈNE DE LYON

LSE13-37897

OBJET DE L'ESSAI

L'objet de ce rapport d'essai référencé sous le code d'essai LSE13-37897 est l'analyse de PCDD et PCDF.

RESULTATS

Résumé des résultats en PCDD/F-TEQ

Référence client échantillon	Référence CARSO-LSEH	PCDD/F-TEQ (OMS 1998)	PCDD/F-TEQ (OMS 2005)	Unité	Incertitude de mesure (+/-15% TEF OMS 1998)
285 TNK 18	LSE1304-30609	0.00083	0.00058	ng/l de matière brute (nd=0)	+/- 0.00009

Les résultats du tableau sont ceux obtenus avec zéro pour les congénères non détectés.
 Les résultats complets sont rapportés dans la deuxième partie du rapport.

Dans le cas d'échantillons contenant de la matière grasse, le pourcentage est déterminé par pesée.

Dans le cas d'échantillons dont la teneur en eau est communiquée, cette dernière est déterminée par dessiccation puis pesée de la perte de poids de l'échantillon.

INFORMATIONS SPECIFIQUES A L'ESSAI

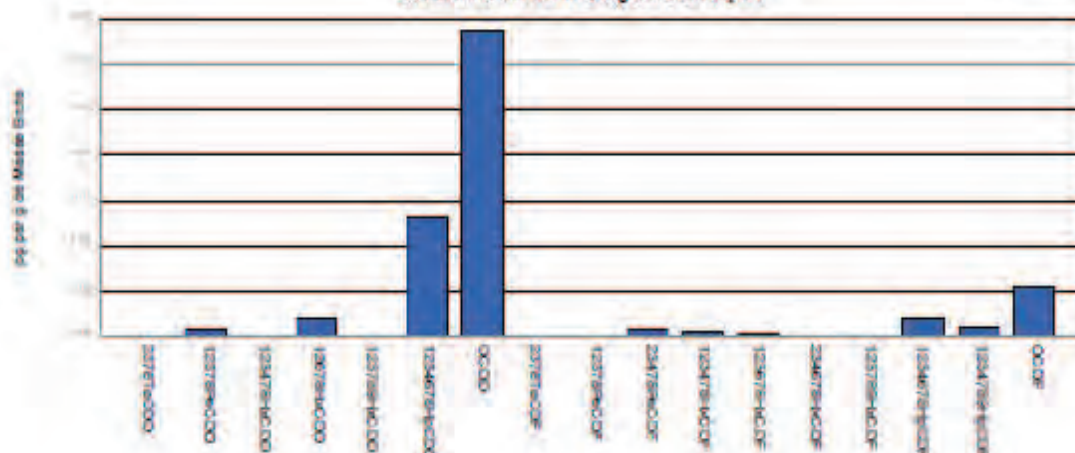
Description	Information
Date de réception des échantillons	25/04/2013
Méthode(s) interne(s) d'analyse	LSE1304-30609 MET006
Norme(s) de référence	EPA1613
Instrument de mesure HRGC/HRMS	Autospec. ULTIMA (Waters)
Volumé injecté en micro-litres	1 à 3 microlitres
Volumé final	25 à 50 microlitres
Ecart par rapport à la norme	LSE1304-30609 Aucun écart
Observations spécifiques à l'essai :	Rien à signaler

Les prélèvements ont été réalisés par le client.

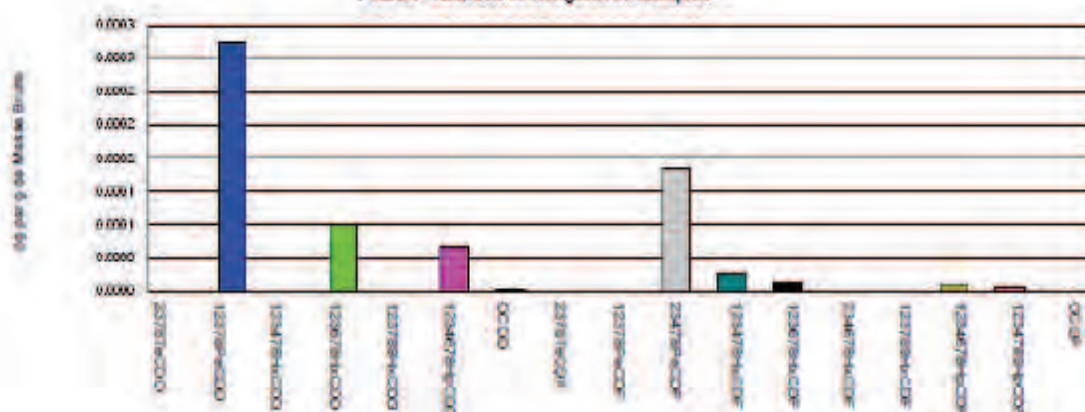
CARSO - LABORATOIRE SANTÉ ENVIRONNEMENT HYGIÈNE DE LYON

LSE13-37897

Concentration des 17 congénères toxiques



PCODIF-TEQ des 17 congénères toxiques



Dans le cas des échantillons agro-alimentaires, LOQ = Limite de quantification telle que définie dans l'annexe III du règlement (UE) n° 253/2012. Il s'agit de la concentration de l'analyte dans l'extrait qui produit une réponse instrumentale aux deux ions suivis avec un rapport S/B (signal sur bruit) de 3:1 pour le signal le moins intense et remplit les critères d'identification tels que définis dans la méthode EPA 1613, Révision B.

6.2 Résultats d'analyses VALE :



Certificat d'Analyses : LAB-CA-28484

Numéro de demande : 26464

Référence de votre demande : NA

Client : Lixiviation

Date de soumission des échantillons : 17/04/2013

Nombre d'échantillon(s) : 1

Approuvé par Mickael Cabon

Le 19/04/2013

Commentaires :

- Les résultats ne se rapportent qu'aux échantillons soumis à l'analyse.
- Les méthodes d'analyse correspondant au code sont dépendantes des instruments dans le même laboratoire.
- L'incertitude relative élargie est comprise entre $\pm 100\%$ et $\pm 10\%$ pour des limites concordes entre la limite de détection (LD) et la limite de quantification (LQ) et est meilleure que $\pm 10\%$ pour des niveaux $> LQ$.
- L'accréditation du COFRAC atteste de la compétence des laboratoires pour les seuls essais couverts par l'accréditation, identifiés par le symbole "COFRAC".
- Tout certificat comportant un numéro chrono-accrédité et remplace le certificat précédent qui doit être détruit. Ce certificat ne peut être reproduit partiellement sans l'autorisation du laboratoire Vale Neoumea-Calédonie. La reproduction de ce certificat n'est autorisée que sous la forme de fac-similé photographique intégral.
- Pour les tests, dans le cas où le débiteur de prélèvement ne suit pas les modalités de la norme ISO 9001-2, le client, le laboratoire ne garantit pas la validité des résultats car le délai entre le prélèvement et l'analyse peut être supérieur aux règles de la norme ISO 9001-2.
- Les dates d'analyse sont à disposition du laboratoire.
- Les films utilisés pour la MES sont de type : films en acrylonitrile de verre (APC), diamètre 47 mm, cat N° 1602 047, (Mettler).



N° LIMS de l'échantillon : 669 283

Identité du produit : 285-TNK16-A

Nom complémentaire :

Date et heure de prélèvement : 17/04/2013 06:00:00

Matrice de l'échantillon : Eau résiduaire

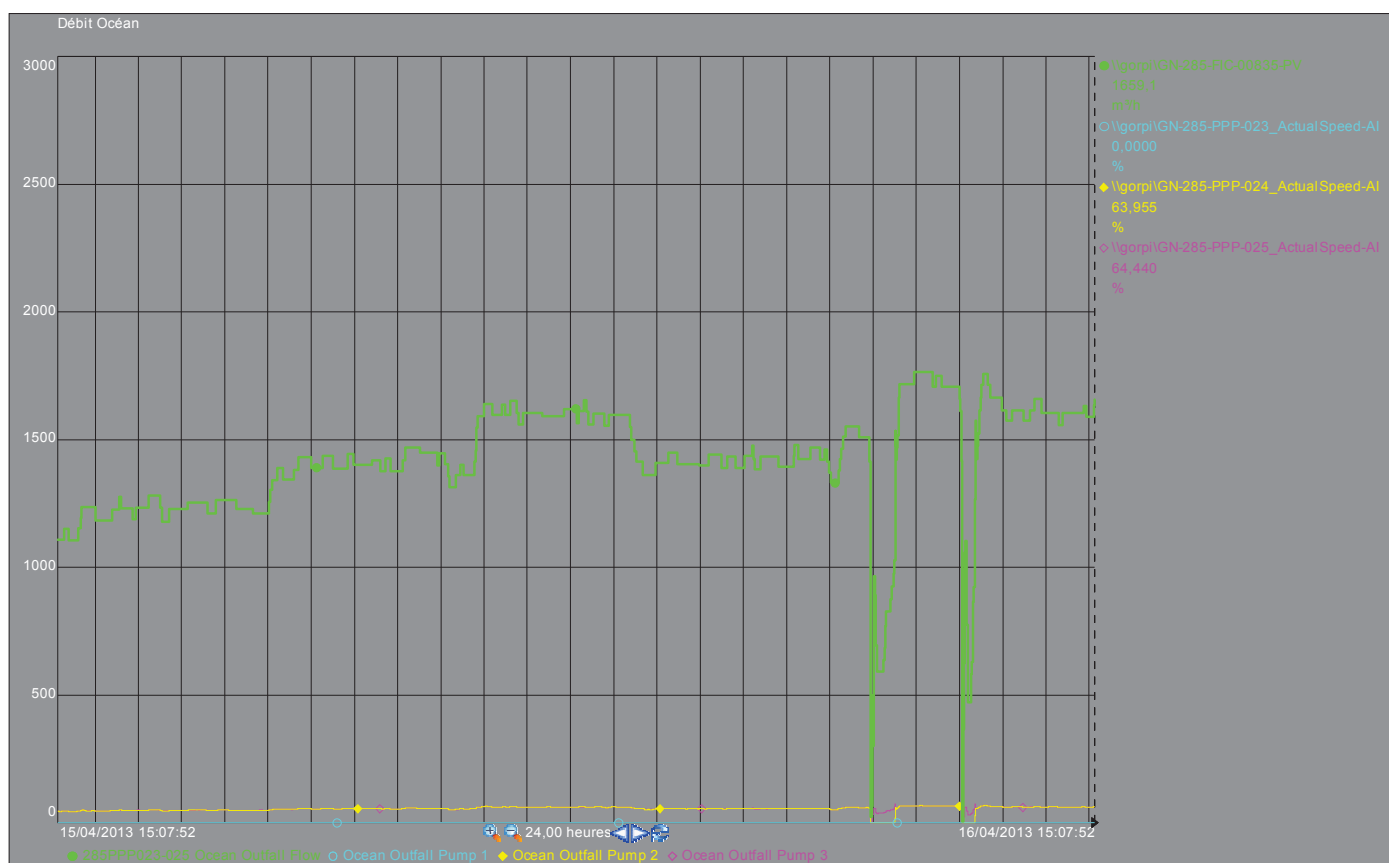
Méthode	Analyte	LD	LQ	Résultat	Unité
CAL25	SO4	-	-	3470	mg/l
GRV02-COFRAC	MES	5	50	6.2	mg/l
PH01	pH	-	-	6.2	
SPE01-COFRAC	Cr(VI)	0.01	0.1	0.03	mg/l
SPE03	DOC	10	50	<50	mg/l
TIT10	Cl	0.01	1	1.16	g/l
TIT11	TA	2	25	<2	mg/l
	TAC	2	25	54	mg/l
TUR01	Turb.	0.1	10	2.6	NTU
ICP02-COFRAC	Al	0.1	1	<0.1	mg/l
	As	0.02	0.1	<0.02	mg/l
	Ca	1	1	494	mg/l
	Cd	0.01	0.1	<0.01	mg/l
	Co	0.01	0.1	0.01	mg/l
	Cr	0.01	0.1	0.03	mg/l
	Cu	0.01	0.1	<0.01	mg/l
	Fe	0.1	1	<0.1	mg/l
	K	0.1	1	34.2	mg/l

ICP02-COFRAC	Mg	0,1	1	1130	mg/l
	Mn	0,01	0,1	0,32	mg/l
	Na	1	1	642	mg/l
	Ni	0,01	0,1	0,06	mg/l
	P	0,1	1	<0,1	mg/l
	Pb	0,01	0,1	<0,01	mg/l
	S	1	1	1830	mg/l
	Si	1	1	1	mg/l
	Sn	0,01	0,1	<0,01	mg/l
	Zn	0,1	1	<0,1	mg/l
COTNT01	COT	0,9	3,0	2,7	mg/l
	NT	0,5	5,0	0,6	mg/l

6.3 Conditions de fonctionnement lors de l'audit

Echantillonneur de la 285-TNK16 : fréquence de prélèvement

Flow (m3/h)	Last value (min)	New values (min)
0,01	14	4,7
500	14	4,7
750	9,6	3,2
1000	7,2	2,4
1250	5,8	1,9
1500	4,8	1,6
1750	4,1	1,4
2000	3,6	1,2
2250	3,2	1,1
4000	2,9	1,0



6.4 Documents laboratoire :

2 – Accréditation – Portée sur le site du cofrac www.cofrac.fr rechercher par organisme – vale.

Pour info, les méthodes accréditées ont changé de référence suite au changement de référencement des documents de Vale et la portée d'accréditation sera mise à jour sur le site du Cofrac d'ici quelques semaines (le Cofrac a d'ailleurs rendu son rapport avec un avis favorable suite au dernier audit de renouvellement les 26 et 27 février dernier)



3 – LIMS et rapport d'analyse

Ci-dessous une copie d'écran du LIMS pour l'enregistrement des échantillons et des résultats (inclus résultats de contrôle qualité – échantillon de référence, blancs, duplicata) et les données de traçabilité (qui – quand – avec quel instrument...)

SAMPLE Classeur : GN-PROD-DATE

Fichier Editor Lancer View Options Chart Batch

Nombre: 39

669283 285-TNK16-A-17-APR-2013-06:00:00	
+	GN-CAL05ICP02 / 1
+	GN-CAL07-CLO / 1
+	GN-COTNT01 / 1
+	GN-GRV02 / 1
+	GN-PH01 / 1
+	GN-SPE01 / 1
+	GN-SPE03 / 1
+	GN-TIT10 / 1
+	GN-TIT11 / 1
+	GN-TUR01 / 1
+	GN-ICP02 / 1
+	GN-STATUT / 1
+	GN-TIT10 / 2
+	GN-TIT10-D / 1
+	GN-SPE01 / 2
+	GN-SPE01-D / 1
+	GN-TIT11 / 2
+	GN-TIT11-D / 1
+	GN-SPE03 / 2
+	GN-SPE03-D / 1

GN-SPE01 / 1	Version 1	Autorisé
Date complétée	17/04/2013 11:38:31 AM	
Date de Décision	17/04/2013 11:55:02 AM	PGOUETCHA
CrVI	✓ 0.03	mg/l
CrVI Brut	✓ 0.02	
dilution	✓ 1.25	
Volume	✓ 20	ml
Analyse	GN-SPE01	
Modifié le	17/04/2013 11:55:03 AM	
Date complétée	17/04/2013 11:38:31 AM	
Batch	SPE01-130417-1	
Numéro de Test	1743644	
Instrument	LA-SPE01	
Décideur	PGOUETCHA	

Les résultats validés (par le personnel habilité) est visible en ligne pour les clients (opération et service environnement). Ci-dessous on voit une ligne vide pour le 15 avril qui contiendra l'analyse du Hg hebdomadaire, une ligne vide pour le 16 avril qui contiendra l'analyse mensuel de la DBO5. Les cellules vides pour la seconde ligne du 16 et celle du 17 sont les analyses pas encore faites ou validées pour ces 2 journées

[illegible]

6.5 Quelques photographies :



ANNEXE II

CARTE DE LOCALISATION DE L'EMISSAIRE