



**PREFET DE LA GIRONDE**

**DIRECTION DEPARTEMENTALE DES  
TERRITOIRES ET DE LA MER**  
Services des procédures Environnementales

**ARRETE DE PRESCRIPTIONS**

**LE PRÉFET DE LA REGION AQUITAINE,  
PRÉFET DE LA GIRONDE,  
OFFICIER DE LA LÉGION D'HONNEUR,  
OFFICIER DE L'ORDRE NATIONAL DU MÉRITE,**

- Vu** la directive 2008/105/CE du 24 décembre 2008 établissant des normes de qualité environnementale dans le domaine de l'eau ;
- Vu** la directive 2006/11/CE concernant la pollution causée par certaines substances dangereuses déversées dans le milieu aquatique de la Communauté ;
- Vu** la directive 2000/60/CE du 23 octobre 2000 établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau (DCE) ;
- Vu** le code de l'environnement et notamment son titre 1er des parties réglementaires et législatives du Livre V ;
- Vu** la nomenclature des installations classées codifiée à l'annexe de l'article R511-9 du code de l'environnement ;
- Vu** le décret n°2005-378 du 20 avril 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- Vu** l'arrêté ministériel du 2 février 1998 modifié relatif aux prélèvements et à la consommation d'eau ainsi qu'aux émissions de toute nature des installations classées pour la protection de l'environnement soumises à autorisation ;
- Vu** l'arrêté ministériel du 20 avril 2005 modifié pris en application du décret du 20 avril 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- Vu** l'arrêté ministériel du 30 juin 2005 modifié relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- Vu** l'arrêté ministériel du 31 janvier 2008 relatif à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets ;
- Vu** l'arrêté ministériel du 25 janvier 2010 modifié relatif aux méthodes et critères d'évaluation de l'état écologique, de l'état chimique et du potentiel écologique des eaux de surface pris en application des articles R.212-10, R.212-11 et R.212-18 du code de l'environnement ;
- Vu** l'arrêté du 12 janvier 2010 modifié relatif aux méthodes et aux critères à mettre en œuvre pour délimiter et classer les masses d'eau et dresser l'état des lieux prévu à l'article R. 212-3 du code de l'environnement ;
- Vu** l'arrêté du 26 juillet 2010 approuvant le schéma national des données sur l'eau ;
- Vu** la circulaire DPPR/DE du 4 février 2002 qui organise une action nationale de recherche et de réduction des rejets de substances dangereuses dans l'eau par les installations classées ;

- Vu** la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007 définissant les « normes de qualité environnementale provisoires (NQE<sub>p</sub>) » et les objectifs nationaux de réduction des émissions de certaines substances ;
- Vu** la circulaire du 5 janvier 2009 relative à la mise en oeuvre de la deuxième phase de l'action nationale de recherche et de réduction des substances dangereuses pour le milieu aquatique présentes dans les rejets des installations classées pour la protection de l'environnement ;
- Vu** les notes du DGPR aux services du 23 mars 2010 et 27 avril 2011 ;
- Vu** le rapport d'étude de l'INERIS N°DRC-07-82615-13836C du 15/01/08 faisant état de la synthèse des mesures de substances dangereuses dans l'eau réalisées dans certains secteurs industriels ;
- Vu** l'arrêté préfectoral 14430 du 9 mai 2001 autorisant la société Les Vignerons de LANDERROUAT-DURAS-CAZAUGITAT à exercer ses activités relevant de la nomenclature des installations classées sur le territoire de la commune de LANDERROUAT ;
- Vu** l'arrêté préfectoral 14430/4 du 28 janvier 2011 prescrivant la surveillance initiale RSDE ;
- Vu** le rapport établi par l'exploitant daté du 21 mars 2013 présentant les résultats d'analyses menées dans le cadre de la recherche initiale de substances dangereuses dans les rejets aqueux de l'établissement
- Vu** le rapport au CODERST de l'inspection des installations classées en date du 29 avril 2013 ;
- Vu** le courrier de l'inspection du 30 avril 2013 qui a proposé à l'exploitant un projet d'arrêté préfectoral complémentaire ;
- Vu** l'avis en date du 13 juin 2013 du CODERST au cours duquel le demandeur a été entendu (a eu la possibilité d'être entendu)

**Considérant** l'objectif de respect des normes de qualité environnementale dans le milieu en 2015 fixé par la directive 2000/60/CE ;

**Considérant** les objectifs de réduction et de suppression de certaines substances dangereuses fixées dans la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007 ;

**Considérant** la nécessité d'évaluer qualitativement et quantitativement par une surveillance périodique les rejets de substances dangereuses dans l'eau issus du fonctionnement de l'établissement au titre des installations classées pour la protection de l'environnement puis de déclarer les niveaux d'émission de ces substances dangereuses afin de proposer le cas échéant des mesures de réduction ou de suppression adaptées ;

**Considérant** les effets toxiques, persistants et bioaccumulables des substances dangereuses visées par le présent arrêté sur le milieu aquatique ;

**SUR proposition** de Monsieur le secrétaire général de la préfecture,

## ARRÊTE

### Article 1. OBJET.

La société Les Vignerons de LANDERROUAT-DURAS-CAZAUGITAT, représentée par monsieur BRUERE Jean-François, dont le siège social est situé 4, Route des Vignerons à LANDERROUAT (33790), doit respecter, pour ses installations situées sur le territoire de la commune de LANDERROUAT (33790), 4, Route des Vignerons, les prescriptions du présent arrêté préfectoral complémentaire qui vise à fixer les modalités de surveillance et de déclaration des rejets de substances dangereuses dans l'eau qui ont été identifiées à l'issue de la surveillance initiale.

Le présent arrêté prévoit que l'exploitant réalise une surveillance pérenne des substances dangereuses pour lesquelles la phase de surveillance initiale a démontré que les seuils de rejet décrits dans la note du DGPR du 27 avril 2011 étaient dépassés.

Les prescriptions des actes administratifs antérieurs 14430 et 14430/4 en date du 9 mai 2001 et du 28 janvier 2011 sont complétées par celles du présent arrêté.

### Article 2. PRESCRIPTIONS TECHNIQUES APPLICABLES AUX OPERATIONS DE PRELEVEMENTS ET D'ANALYSES.

Les prélèvements et analyses réalisés en application du présent arrêté doivent respecter les dispositions de l'Annexe 1 - 2 du présent arrêté.

Pour l'analyse des substances, l'exploitant doit faire appel à un laboratoire d'analyse accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la matrice « Eaux Résiduelles », pour chaque substance à analyser.

Dans le cas où l'exploitant souhaite réaliser lui-même le prélèvement des échantillons, celui-ci doit fournir à l'inspection avant le début des opérations de prélèvement et de mesures prévues à l'Article 3 du présent arrêté, les procédures qu'il aura établies démontrant la fiabilité et la reproductibilité de ses pratiques de prélèvement et de mesure de débit. Ces procédures doivent intégrer les points détaillés aux paragraphes 3.2 à 3.6 du document figurant en Annexe I - 2 du présent arrêté préfectoral complémentaire et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

### **Article 3. CARACTERISTIQUES DU MILIEU RECEPTEUR.**

Le milieu récepteur du rejet de l'établissement étant la masse d'eau FRFRR41\_8 "La Soulège", le QMNA5 à prendre en compte pour le calcul du flux journalier théorique admissible est  $0,103 \text{ m}^3/\text{s}$ .

### **Article 4. MISE EN ŒUVRE DE LA SURVEILLANCE PERENNE.**

L'exploitant met en œuvre sous 3 mois à compter de la notification du présent arrêté le programme de surveillance au point de rejet des effluents industriels de l'établissement dans les conditions fixées à l'Annexe I - 1 du présent arrêté.

### **Article 5. CONDITIONS A SATISFAIRE POUR ABANDONNER LA SURVEILLANCE D'UNE SUBSTANCE.**

Au cours de cette surveillance pérenne, l'analyse au rejet de certaines substances pourra être abandonnée, après accord de l'inspection des installations classées, si au moins l'une des deux conditions suivantes est vérifiée :

- 1. La concentration moyenne (obtenue en effectuant la moyenne arithmétique pondérée par les débits des mesures effectuées) sur 4 analyses consécutives de la surveillance pérenne est inférieure à la limite de quantification LQ définie à l'Annexe I - 1 du présent arrêté ;
- 2. Le flux journalier moyen calculé à partir de 4 analyses consécutives de la surveillance pérenne, est strictement inférieur à la valeur figurant dans la colonne A du tableau de l'Annexe I - 1 du présent arrêté. En cas de masse importée d'une substance par les eaux amonts (le milieu prélevé devant être strictement le même que le milieu récepteur), c'est le flux moyen journalier « net » (flux moyen journalier moins le flux importé) qui devra être strictement inférieur à la valeur figurant dans la colonne A du tableau de l'Annexe I - 1.

Cependant, le critère 2 visé ci-dessus ne pourra s'appliquer si la quantité rejetée de la substance concernée est à l'origine d'un impact local. Les arguments permettant de conclure à un impact local du rejet sont les suivants :

- La concentration moyenne mesurée pour la substance est supérieure à  $10 \cdot \text{NQE}$  (NQE étant la norme de qualité environnementale réglementaire figurant dans l'arrêté ministériel du 25 janvier 2010 modifié) ;
- Le flux journalier moyen émis est supérieur à 10% du flux journalier théorique admissible par le milieu récepteur (le flux journalier admissible étant considéré comme le produit du débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale sèche (QMNA5) et de la NQE) ;
- La contamination du milieu récepteur par la substance est avérée (substance déclassant la masse d'eau ; substance affichée comme paramètre responsable d'un risque de non atteinte du bon état des eaux ; mesures de la concentration de la substance dans le milieu récepteur très proche voire dépassant la NQE).

Par ailleurs, si une substance n'a pas été prélevée ou analysée conformément aux conditions fixées à l'Annexe I - 2 du présent arrêté et que la mesure est qualifiée d' « Incorrecte - rédhibitoire » par l'administration, cette mesure ne pourra pas être prise en compte dans les critères d'abandons visés ci-dessus.

### **Article 6. SUPPRESSION DES SUBSTANCES DANGEREUSES.**

Afin de respecter l'échéance 2021 de la DCE visant à la suppression totale des émissions de ces substances, l'exploitant prendra toutes les dispositions adéquates pour la suppression de ces émissions à l'échéance 2021, même si elles ne font pas partie des substances maintenues dans la surveillance en phase pérenne.

Les substances dangereuses prioritaires détectées lors de la phase de surveillance initiale sont les Nonylphénols.

### **Article 7. REMONTEE D'INFORMATIONS SUR L'ETAT D'AVANCEMENT DE LA SURVEILLANCE DES REJETS.**

#### **Article 7.1. Déclaration des données relatives à la surveillance des rejets aqueux.**

Les résultats des mesures du mois N réalisées en application de l'Article 3 du présent arrêté sont saisis sur le site de télédéclaration du ministère chargé de l'environnement prévu à cet effet et sont transmis mensuellement à l'inspection des installations classées par voie électronique avant la fin du mois N+1.

#### **Article 7.2. Déclaration annuelle des émissions polluantes.**

Les substances faisant l'objet de la surveillance pérenne décrite à l'Article 3 du présent arrêté doivent faire l'objet d'une déclaration annuelle conformément aux dispositions de l'arrêté ministériel du 31 janvier 2008 relatif au registre et à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets. Ces déclarations peuvent être établies à partir des mesures de surveillance prévues à l'Article 3 du présent arrêté ou par toute autre méthode plus précise validée par les services de l'inspection.

#### **Article 8. DISPOSITIONS FINALES.**

Le non respect des dispositions de cet arrêté expose l'exploitant aux sanctions pénales et administratives prévues par le titre 1<sup>er</sup> du livre V du Code de l'Environnement.

#### **Article 9. DROIT DES TIERS.**

Les droits des tiers sont et demeurent expressément réservés.

#### **Article 10. DELAIS ET VOIES DE RECOURS.**

Le présent arrêté est soumis à un contentieux de pleine juridiction.

Il peut être déféré à la juridiction administrative :

- Par les demandeurs ou exploitants, dans un délai de deux mois qui commence à courir du jour où lesdits actes leur ont été notifiés ;
- Par les tiers, personnes physiques ou morales, les communes intéressées ou leurs groupements, en raison des inconvénients ou des dangers que le fonctionnement de l'installation présente pour les intérêts visés à l'article L. 511-1, dans un délai de un an à compter de la publication ou de l'affichage desdits actes. Toutefois, si la mise en service de l'installation n'est pas intervenue six mois après la publication ou l'affichage de ces décisions, le délai de recours continue à courir jusqu'à l'expiration d'une période de six mois après cette mise en service.

#### **Article 11. PUBLICITÉ.**

Le Maire de LANDERROUAT est chargé de faire afficher à la porte de la mairie, pendant une durée minimum d'un mois, un extrait du présent arrêté énumérant les présentes prescriptions, en faisant connaître qu'une copie intégrale est déposée aux archives communales et mise à la disposition de tout intéressé.

Un avis sera inséré, par les soins de la Direction Départementale des Territoires et de la Mer et aux frais de l'exploitant, dans deux journaux du département et sur le site de la Préfecture de la Gironde.

#### **Article 12. EXECUTION.**

Le Secrétaire Général de la Préfecture de la Gironde,

Le Directeur Départemental des Territoires et de la Mer de la Gironde,

Le Sous-Préfet de LANGON,

Le Maire de LANDERROUAT,

L'inspecteur des installations classées de la direction départementale de la protection des populations, et tous les agents sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté dont une copie leur sera adressée, ainsi qu'à la société Les Vignerons de LANDERROUAT-DURAS-CAZAUGITAT.

BORDEAUX, le 18 JUIL 2013

LE PRÉFET,

Pour le Préfet,  
Le Secrétaire Général par intérim,

Philippe BRUGNOT

## ANNEXE I - REJETS DES SUBSTANCES DANGEREUSES DANS L'EAU (RSDE).

Annexe I - 1 - Liste des substances dangereuses faisant partie de la surveillance pérenne.

Nom du rejet	Substances	Code SANDRE	Catégorie de la Substance	Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : LQ en µg/L	Périodicité	Durée de chaque prélèvement	Colonne A Flux journalier d'émission (en g/jour)	Colonne B Flux journalier d'émission (en g/jour)	Valeurs limites admissibles vis à vis du milieu (eaux douces de surfaces) : 10*NQE-MA ou 10*NQEp en µg/L
Eaux industrielles en sortie de station de traitement	Nonyphénols	6598 = 1957 + 1958	1	0,1	1 mesure par trimestre (la périodicité peut être adaptée sur justification de l'exploitant)	24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation (la durée peut être adaptée sur justification de l'exploitant selon son activité)	2	10	3
	Cuivre et ses composés	1392	4	5			200	500	14
	Zinc et ses composés	1383	4	10			200	500	78

1. Substances Dangereuses Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE 2006/60/CE
2. Substances Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE 2006/60/CE
3. Substances pertinentes issues de la liste I de la directive 2006/11/CE
4. Substances pertinentes issues de la liste II de la directive 2006/11/CE

## Annexe I - 2 - Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses.

### 1. INTRODUCTION.

Cette annexe a pour but de préciser les prescriptions techniques qui doivent être respectées pour la réalisation des opérations de prélèvements et d'analyses de substances dangereuses dans l'eau.

Ce document doit être communiqué à l'exploitant comme cahier des charges à remplir par le laboratoire qu'il choisira. Ce document permet également à l'inspection de vérifier à réception du rapport de synthèse de mesures les bonnes conditions de réalisation de celles-ci.

### 2. PRESCRIPTIONS GÉNÉRALES.

Dans l'attente d'une prise en compte plus complète de la mesure des substances dangereuses dans les eaux résiduaires par l'arrêté ministériel du 29 novembre 2006 portant modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques au titre du code de l'environnement, le laboratoire d'analyse choisi devra impérativement remplir les deux conditions suivantes :

- Être accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la matrice «Eaux Résiduaires», pour chaque substance à analyser. Afin de justifier de cette accréditation, le laboratoire devra fournir à l'exploitant l'ensemble des documents listés à l'Annexe I - 5 avant le début des opérations de prélèvement et de mesures afin de justifier qu'il remplit bien les dispositions de la présente annexe. Les documents de l'Annexe I - 5 sont téléchargeables sur le site <http://rsde.ineris.fr>.
- Respecter les limites de quantification listées à l'Article 3 pour chacune des substances.

Le prestataire ou l'exploitant pourra faire appel à de la sous-traitance ou réaliser lui-même les opérations de prélèvements. Dans tous les cas il devra veiller au respect des prescriptions relatives aux opérations de prélèvements telles que décrites ci-après, en concertation étroite avec le laboratoire réalisant les analyses.

La sous-traitance analytique est autorisée. Toutefois, en cas de sous-traitance, le laboratoire désigné pour ces analyses devra respecter les mêmes critères de compétences que le prestataire c'est à dire remplir les deux conditions visées au paragraphe 2 ci-dessus.

**Le prestataire restera, en tout état de cause, le seul responsable de l'exécution des prestations et s'engagera à faire respecter par ses sous-traitants toutes les obligations de l'annexe technique.**

Lorsque les opérations de prélèvement sont diligentées par le prestataire d'analyse, il est **seul responsable de la bonne exécution de l'ensemble de la chaîne.**

Lorsque les opérations de prélèvements sont réalisées par l'exploitant lui-même ou son sous-traitant, l'exploitant est le **seul responsable de l'exécution des prestations de prélèvements** et de ce fait, **responsable solidaire de la qualité des résultats d'analyse.**

**Le respect du présent cahier des charges et des exigences demandées** pourront être contrôlés par un organisme mandaté par les services de l'Etat.

L'ensemble des données brutes devra être conservé par le laboratoire pendant au moins 3 ans.

### 3. OPÉRATIONS DE PRÉLÈVEMENT.

Les opérations de prélèvement et d'échantillonnage devront s'appuyer sur les normes ou les guides en vigueur, ce qui implique à ce jour le respect de :

- La norme NF EN ISO 5667-3 "Qualité de l'eau - Échantillonnage - Partie 3 : Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau"
- Le guide FD T 90-523-2 « Qualité de l'Eau - Guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement - Prélèvement d'eau résiduaire »

Les points essentiels de ces référentiels techniques sont détaillés ci-après en ce qui concerne les conditions générales de prélèvement, la mesure de débit en continu, le prélèvement continu sur 24 heures à température contrôlée, l'échantillonnage et la réalisation de blancs de prélèvements.

#### 3.1. OPÉRATEURS DU PRELEVEMENT.

Les opérations de prélèvement peuvent être réalisées sur le site par :

- Le prestataire d'analyse ;
- Le sous-traitant sélectionné par le prestataire d'analyse ;
- L'exploitant lui-même ou son sous traitant

Dans le cas où c'est l'exploitant ou son sous traitant qui réalise le prélèvement, il est impératif qu'il dispose de procédures démontrant la fiabilité et la reproductibilité de ses pratiques de prélèvement et de mesure de débit. Ces procédures doivent intégrer les points détaillés aux paragraphes 3.2 à 3.6 ci-après et démontrer que la traçabilité de ces opérations est assurée.

#### 3.2. CONDITIONS GÉNÉRALES DU PRELEVEMENT.

Le volume prélevé devra être représentatif des flux de l'établissement et conforme avec les quantités nécessaires pour réaliser les analyses sous accréditation.

En cas d'intervention de l'exploitant ou d'un sous-traitant pour le prélèvement, le nombre, le volume unitaire,

le flaconnage, la préservation éventuelle et l'identification des échantillons seront obligatoirement définis par le prestataire d'analyse et communiqués au préleveur. Le laboratoire d'analyse fournira les flaconnages (prévoir des flacons supplémentaires pour les blancs du système de prélèvement).

Les échantillons seront répartis dans les différents flacons fournis par le laboratoire selon les prescriptions des méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux substances à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3<sup>1</sup>. Les échantillons acheminés au laboratoire dans un flaconnage d'une autre provenance devront être refusés par le laboratoire.

Le prélèvement doit être adressé afin d'être réceptionné par le laboratoire d'analyse au plus tard 24 heures après la fin du prélèvement, sous peine de refus par le laboratoire.

### 3.3. MESURE DE DÉBIT EN CONTINU.

La mesure de débit s'effectuera en continu sur une période horaire de 24 heures, suivant les normes en vigueur figurant dans le FDT-90-523-2 et les prescriptions techniques des constructeurs des systèmes de mesure.

Afin de s'assurer de la qualité de fonctionnement de ces systèmes de mesure, des contrôles métrologiques périodiques devront être effectués par des organismes accrédités, se traduisant par :

- Pour les systèmes en écoulement à surface libre :
  - Un contrôle de la conformité de l'organe de mesure (seuil, canal jaugeur, venturi, déversoir...) vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs,
  - Un contrôle de fonctionnement du débitmètre en place par une mesure comparative réalisée à l'aide d'un autre débitmètre.
- Pour les systèmes en écoulement en charge :
  - Un contrôle de la conformité de l'installation vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs,
  - Un contrôle de fonctionnement du débitmètre par mesure comparative exercée sur site (autre débitmètre, jaugeage, ...) ou par une vérification effectuée sur un banc de mesure au sein d'un laboratoire accrédité.

Le contrôle métrologique aura lieu avant le démarrage de la première campagne de mesures, ou à l'occasion de la première mesure, avant d'être renouvelé à un rythme annuel.

### 3.4. PRÉLÈVEMENT CONTINU SUR 24 HEURES À TEMPÉRATURE CONTRÔLÉE.

Ce type de prélèvement nécessite du matériel spécifique permettant de constituer un échantillon pondéré en fonction du débit.

Les matériels permettant la réalisation d'un prélèvement automatisé en fonction du débit ou du volume écoulé, sont :

- Soit des échantillonneurs monoflacons fixes ou portatifs, constituant un seul échantillon moyen sur toute la période considérée.
- Soit des échantillonneurs multiflacons fixes ou portatifs, constituant plusieurs échantillons (en général 4, 6, 12 ou 24) pendant la période considérée. Si ce type d'échantillonneurs est mis en œuvre, les échantillons devront être homogénéisés pour constituer l'échantillon moyen avant transfert dans les flacons destinés à l'analyse.

**Les échantillonneurs utilisés devront réfrigérer les échantillons pendant toute la période considérée.**

Dans le cas où il s'avérerait impossible d'effectuer un prélèvement proportionnel au débit de l'effluent, le préleveur pratiquera un prélèvement asservi au temps, ou des prélèvements ponctuels si la nature des rejets le justifie (par exemple rejets homogènes en batchs). Dans ce cas, le débit et son évolution seront estimés par le préleveur en fonction des renseignements collectés sur place (compteurs d'eau, bilan hydrique, etc). Le préleveur devra lors de la restitution préciser la méthodologie de prélèvement mise en œuvre.

Un contrôle métrologique de l'appareil de prélèvement doit être réalisé périodiquement sur les points suivants (recommandations du guide FD T 90-523-2) :

- Justesse et répétabilité du volume prélevé (volume minimal : 50 ml, écart toléré entre volume théorique et réel 5%)
- Vitesse de circulation de l'effluent dans les tuyaux supérieure ou égale à 0,5 m/s

Un contrôle des matériaux et des organes de l'échantillonneur seront à réaliser (voir blanc de système de prélèvement).

Le positionnement de la prise d'effluent devra respecter les points suivants :

- Dans une zone turbulente ;
- À mi-hauteur de la colonne d'eau ;
- À une distance suffisante des parois pour éviter une contamination des échantillons par les dépôts ou les biofilms qui s'y développent.

<sup>1</sup> La norme NF EN ISO 5667-3 est un Guide de Bonne Pratique. Quand des différences existent entre la norme NF EN ISO 5667-3 et la norme analytique spécifique à la substance, c'est toujours les prescriptions de la norme analytique qui prévalent.

### 3.5. ÉCHANTILLON.

La représentativité de l'échantillon est difficile à obtenir dans le cas du fractionnement de certaines eaux résiduaires en raison de leur forte hétérogénéité, de leur forte teneur en MES ou en matières flottantes. Un système d'homogénéisation pourra être utilisé dans ces cas. Il ne devra pas modifier l'échantillon.

Le conditionnement des échantillons devra être réalisé dans des contenants conformes aux méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux substances à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3<sup>1</sup>.

Le **transport** des échantillons vers le laboratoire devra être effectué dans une **enceinte** maintenue à une **température égale à 5°C ± 3°C**, et être **accompli** dans les **24 heures** qui suivent la fin du prélèvement, afin de garantir l'intégrité des échantillons.

La température de l'enceinte ou des échantillons sera contrôlée à l'arrivée au laboratoire et indiquée dans le rapportage relatif aux analyses.

### 3.6. BLANCS DE PRÉLÈVEMENT.

#### Blanc du système de prélèvement :

Le blanc de système de prélèvement est destiné à vérifier l'absence de contamination liée aux matériaux (flacons, tuyaux) utilisés ou de contamination croisée entre prélèvements successifs. Il appartient au préleveur de mettre en œuvre les dispositions permettant de démontrer l'absence de contamination. La transmission des résultats vaut validation et l'exploitant sera donc réputé émetteur de toutes les substances retrouvées dans son rejet, aux teneurs correspondantes. Il lui appartiendra donc de contrôler cette absence de contamination avant transmission des résultats.

Si un blanc du système de prélèvement est réalisé, il est recommandé de suivre les prescriptions suivantes :

- Il devra être fait obligatoirement sur une durée de **3 heures minimum**. Il pourra être réalisé en laboratoire en faisant circuler de l'eau exempte de micropolluants dans le système de prélèvement.

Les critères d'acceptation et de prise en compte du blanc seront les suivants :

- Si valeur du blanc < LQ : ne pas soustraire les résultats du blanc du système de prélèvement des résultats de l'effluent
- Si valeur du blanc ≥ LQ et inférieure à l'incertitude de mesure attachée au résultat : ne pas soustraire les résultats du blanc du système de prélèvement des résultats de l'effluent
- Si valeur du blanc > l'incertitude de mesure attachée au résultat : la présence d'une contamination est avérée, le laboratoire devra refaire le prélèvement et l'analyse du rejet considéré.

#### Blanc d'atmosphère :

La réalisation d'un blanc d'atmosphère permet au laboratoire d'analyse de s'assurer de la fiabilité des résultats obtenus concernant les composés volatils ou susceptibles d'être dispersés dans l'air et pourra fournir des données explicatives à l'exploitant.

Le blanc d'atmosphère peut être réalisé à la demande de l'exploitant en cas de **suspicion de présence de substances volatiles** (BTEX, COV, Chlorobenzène, mercure...) sur le site de prélèvement.

S'il est réalisé, il doit être obligatoirement et systématiquement :

- Le jour du prélèvement des effluents aqueux,
- Sur une durée de 24 heures ou en tout état de cause, sur une durée de prélèvement du blanc d'atmosphère identique à la durée du prélèvement de l'effluent aqueux. La méthodologie retenue est de laisser un flacon d'eau exempte de COV et de métaux exposé à l'air ambiant à l'endroit où est réalisé le prélèvement 24h asservi au débit,
- Les valeurs du blanc d'atmosphère seront mentionnées dans le rapport d'analyse et en aucun cas soustraites des autres.

## 4. ANALYSES.

**Toutes les procédures analytiques doivent être démarrées si possible dans les 24h et en tout état de cause 48 heures au plus tard après la fin du prélèvement.**

Toutes les analyses doivent rendre compte de la **totalité** de l'échantillon (effluent brut, MES comprises) en respectant les dispositions relatives au traitement des MES reprises ci-dessous, hormis pour les diphényléthers polybromés.

Dans le cas des **métaux**, l'analyse demandée est une détermination de la concentration en **métal total** contenu dans l'effluent (aucune filtration), obtenue après digestion de l'échantillon selon les normes en vigueur :

- Norme ISO 15587-1 "Qualité de l'eau Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau Partie 1 : digestion à l'eau régale" ou
- Norme ISO 15587-2 "Qualité de l'eau Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau Partie 2 : digestion à l'acide nitrique".

Pour le **mercure**, l'étape de digestion complète sans filtration préalable est décrite dans les normes analytiques spécifiques à cet élément.

Dans le cas des **alkylphénols**, il est demandé de rechercher **simultanément** les nonylphénols, les octylphénols ainsi que les deux premiers homologues d'éthoxylates<sup>2</sup> de nonylphénols (NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates<sup>2</sup> d'octylphénols (OP1OE et OP2OE). La recherche des éthoxylates peut être effectuée sans surcoût conjointement à celle des nonylphénols et des octylphénols par l'utilisation du projet de norme ISO/DIS 18857-2<sup>3</sup>.

Certains paramètres de suivi habituel de l'établissement, à savoir la **DCO** (Demande Chimique en Oxygène) ou **COT** (Carbone Organique Total) en fonction de l'arrêté préfectoral en vigueur, et les **MES** (Matières en Suspension) seront analysés systématiquement dans chaque effluent selon les normes en vigueur (cf. notes<sup>4, 5, 6 et 7</sup>) afin de vérifier la représentativité de l'activité de l'établissement le jour de la mesure.

Les performances analytiques à atteindre pour les eaux résiduaires sont indiquées à l'**Article 3**. Elles sont issues de l'exploitation des limites de quantification transmises par les prestataires d'analyses dans le cadre de l'action RSDE depuis 2005.

### **Prise en compte des MES**

Le laboratoire doit préciser et décrire de façon détaillée les méthodes mises en œuvre en cas de concentration en MES > 50 mg/L.

Pour les paramètres visés à l'Article 3, il est demandé:

- Si  $50 < \text{MES} < 250 \text{ mg/l}$  : réaliser 3 extractions liquide/liquide successives au minimum sur l'échantillon brut sans séparation.
- Si  $\text{MES} \geq 250 \text{ mg/l}$  : analyser séparément la phase aqueuse et la phase particulaire après filtration ou centrifugation de l'échantillon brut, sauf pour les composés volatils pour lesquels le traitement de l'échantillon brut par filtration est à proscrire. Les composés volatils concernés sont :  
3,4 dichloroaniline, Epichlorhydrine, Tributylphosphate, Acide chloroacétique, Benzène, Ethylbenzène, Isopropylbenzène, Toluène, Xylènes (Somme o,m,p), 1,2,3 trichlorobenzène, 1,2,4 trichlorobenzène, 1,3,5 trichlorobenzène, Chlorobenzène, 1,2 dichlorobenzène, 1,3 dichlorobenzène, 1,4 dichlorobenzène, 1 chloro 2 nitrobenzène, 1 chloro 3 nitrobenzène, 1 chloro 4 nitrobenzène, 2 chlorotoluène, 3 chlorotoluène, 4 chlorotoluène, Nitrobenzène, 2 nitrotoluène, 1,2 dichloroéthane, Chlorure de méthylène, Chloroforme, Tétrachlorure de carbone, chloroprène, 3 chloropropène, 1,1 dichloroéthane, 1,1 dichloroéthylène, 1,2 dichloroéthylène, hexachloroéthane, 1,1,2,2 tétrachloroéthane, Tétrachloroéthylène, 1,1,1 trichloroéthane, 1,1,2 trichloroéthane, Trichloroéthylène, Chlorure de vinyle, 2 chloroaniline, 3 chloroaniline, 4 chloroaniline et 4 chloro 2 nitroaniline.
- La restitution pour chaque effluent chargé ( $\text{MES} \geq 250 \text{ mg/l}$ ) sera la suivante pour l'ensemble des substances de l'Article 3 : valeur en  $\mu\text{g/l}$  obtenue dans la **phase aqueuse**, valeur en  $\mu\text{g/kg}$  obtenue dans la **phase particulaire** et valeur **totale calculée en  $\mu\text{g/l}$** .

L'analyse des diphenyléthers polybromés (**PBDE**) n'est pas demandée dans l'eau, et sera à réaliser selon la norme ISO 22032 **uniquement sur les MES** dès que leur concentration est  $\geq 50 \text{ mg/l}$ . La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ équivalente dans l'eau de  $0,05 \mu\text{g/l}$  pour chaque BDE.

## **5. TRANSMISSION DES RÉSULTATS.**

L'application informatique GIDAF (Gestion Informatisée des Données d'autosurveillance fréquente) permettra à terme la saisie directe des informations demandées par l'Annexe I - 3 et leur télétransmission à l'inspection et à l'INERIS, chargé du suivi de la qualité des prestations des laboratoires et du traitement des données issues de cette seconde campagne d'analyse des substances dangereuses. L'extension nationale de cette application informatique actuellement testée par certains DRIRE est prévue pour le courant de l'année 2009.

Dans l'attente de l'utilisation généralisée de cet outil, c'est par le biais du site <http://rsde.ineris.fr> que l'Annexe I - 4 (qui reprend les éléments demandés dans l'Annexe I - 3) doit être transmise à l'INERIS par l'exploitant.

Les résultats d'analyses ainsi que les éléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances décrit à l'Annexe I - 4 devront être adressés mensuellement par l'exploitant à l'inspection par courrier.

<sup>2</sup> Les éthoxylates de nonylphénols et d'octylphénols constituent à terme une source indirecte de nonylphénols et d'octylphénols dans l'environnement.

<sup>3</sup> ISO/DIS 18857-2 : Qualité de l'eau - Dosage d'alkylphénols sélectionnés- Partie 2 : Détermination des alkylphénols, d'éthoxylates d'alkylphénol et bisphénol A - Méthode pour échantillons non filtrés en utilisant l'extraction sur phase solide et chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse après dérivation. Disponible auprès de l'AFNOR, commission T 91M et qui sera publiée prioritairement en début 2009.

<sup>4</sup> NF T 90-101 : Qualité de l'eau : Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO)

<sup>5</sup> NF EN 872 : Qualité de l'eau : Dosage des matières en suspension Méthode par filtration sur filtre en fibres de verre

<sup>6</sup> NF EN 1484 - Analyse des eaux : Lignes directrices pour le dosage du Carbone Organique Total et du Carbone Organique Dissous

<sup>7</sup> NF T 90-105-2 : Qualité de l'eau : Dosage des matières en suspension Méthode par centrifugation

**Annexe I - 3 - Informations demandées par prélèvement, par paramètre et par fraction analysée - Restitution au format sandre.**

<b>POUR CHAQUE PRELEVEMENT - INFORMATIONS DEMANDEES</b>		
<b>Critère SANDRE</b>	<b>Valeurs possibles</b>	<b>Exemples de restitution</b>
Identification de l'organisme de Prélèvement	Imposé	Code Sandre du prestataire de prélèvement Code exploitant
Identification de l'échantillon	Texte	Champ libre permettant d'identifier l'échantillon. Référence donnée par le laboratoire
Type de prélèvement	Liste déroulante	- Asservi au débit - Proportionnel au temps - Prélèvement ponctuel
Période de prélèvement Date de début	Date	Date de début Format JJ/MM/AAAA
Durée de prélèvement	Nombre	Durée en Nombre d'heures
Référentiel de prélèvement	Texte	Champ destiné à recevoir la référence à la norme de prélèvement
Date dernier contrôle métrologique du débitmètre	Date	Renseigne la date du dernier contrôle métrologique valide du débitmètre
Nombre d'échantillon	Nombre entier	Nombre de prélèvements pour constituer l'échantillon moyen (valeur par défaut 1)
Blanc Systeme prélèvement		Oui, Non
Blanc Atmosphère		Oui, Non
Date de prise en charge par le laboratoire	Date	Date d'arrivée au laboratoire Format JJ/MM/AAAA
Identification laboratoire principal analyse		Code Sandre Laboratoire
Température de l'enceinte (arrivée au laboratoire)	Nombre décimal 1 chiffre significatif	Température (unité °C)

POUR CHAQUE PARAMETRE ET POUR CHAQUE FRACTION ANALYSEE : INFORMATIONS DEMANDEES		
Critère SANDRE	Valeurs possibles	Exemples de restitution
Code Sandre Parametre	Imposé	
Date de début d'analyse par le laboratoire	Date	Date de début d'analyse par le laboratoire Format JJ/MM/AAAA
Nom paramètre	Imposé	Nom sandre
Référentiel	Imposé	Analyse réalisée sous accréditation Analyse réalisée hors accréditation
Numero dossier accréditation		Numéro d'accréditation De type N° X-XXXX
Fraction analysée	Imposé	3 : Phase aqueuse de l'eau 23 : Eau brute 41 : MES brutes
Méthode de préparation	L / L SPE SBSE SPE disk. L / S (MES) ASE (MES) SOXHLET (MES) Minéralisation Eau régale Minéralisation Acide nitrique Minéralisation autre	
Technique de détection	FID TCD ECD GC/MS LC/MS GC/MS/MS GC/LRMS GC/LRMS/MS LC/MS/MS GC/HRMS GC/HRMS/MS FAAS ZAAS ICP/OES ICP/MS HPLC-DAD HPLC FLUO HPLC UV	
Méthode d'analyse (norme ou à défaut le type de méthode)	texte	

POUR CHAQUE PARAMETRE ET POUR CHAQUE FRACTION ANALYSEE - INFORMATIONS DEMANDEES			
Critère SANDRE		Valeurs possibles	Exemples de restitution
<b>Limite de quantification</b>	Valeur	Libre (numérique)	Libre (numérique)
	Unité	Imposé	EAU BRUTE : $\mu\text{g/l}$ ; PHASE AQUEUSE : $\mu\text{g/l}$ , MES (PHASE PARTICULAIRE) : $\mu\text{g/kg}$ sauf MES, DCO ou COT (unité en mg/l)
	Incertitude avec facteur d'élargissement (k=2)	Libre (numérique)	Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15
<b>Résultat</b>	Valeur	Libre (numérique)	Si résultat < limite de détection ou résultat < LQ : saisir dans résultat la valeur LD ou LQ et renseigner le Champ CODE REMARQUE DE L'ANALYSE
	Unité	Imposé	EAU BRUTE : $\mu\text{g/l}$ ; PHASE AQUEUSE : $\mu\text{g/l}$ , MES (PHASE PARTICULAIRE) : $\mu\text{g/kg}$
	Incertitude avec facteur d'élargissement (k=2)	Libre (numérique)	Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15
<b>Code remarque de l'analyse</b>		Imposé	Code 0 : Analyse non faite Code 1 : Résultat $\geq$ limite de quantification Code 10 : Résultat < limite de quantification
<b>Confirmation du résultat</b>		Imposé	Code 0 : NON CONFIRME (analyse unique) Code 1 : CONFIRME (analyse dupliquée, confirmation par SM)
<b>Commentaires</b>		Libre	Liste des paramètres retrouvés dans le blanc du système de prélèvement ou d'atmosphère + ordre de grandeur. LQ élevée (matrice complexe) Présence d'interférents etc....

Les critères identifiés en gras sont à renseigner obligatoirement lors de la restitution des données. L'absence de renseignements sur les champs obligatoires sera une entorse à l'engagement du laboratoire pouvant conditionner le cas échéant le paiement de la prestation par l'exploitant.



## **Annexe I - 5 - Liste des pièces à fournir par le laboratoire prestataire a l'exploitant.**

### **Justificatifs à produire :**

- Justificatifs d'accréditations sur les opérations de prélèvements (si disponible) et d'analyse de substances dans la matrice « eaux résiduaires » comprenant a minima :
  - Numéro d'accréditation
  - Extrait de l'annexe technique sur les substances concernées
- Liste de références en matière d'opérations de prélèvements de substances dangereuses dans les rejets industriels
- Tableau des performances et d'assurance qualité à renseigner obligatoirement : les critères de choix pour l'exploitant pour la sélection d'un laboratoire prestataire sont repris dans ce tableau : substance accréditée ou non, et limite de quantification qui doivent être inférieures ou égales aux LQ du tableau des performances ci-après.
- Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions de l'annexe technique (modèle joint).

**Tableau des performances et assurance qualité à renseigner et à restituer à l'exploitant.**

Famille	Substances	Code SANDRE de la substance	Classement de la substance	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)	Substance Accréditée oui / non sur matrice eaux résiduaires
Alkylphénols	Nonyphénols	6598 = 1957 + 1958	1		
Métaux	Arsenic et ses composés	1369	4		
Métaux	Cadmium et ses composés	1388	1		
COHV	Chloroforme	1135	2		
Métaux	Chrome et ses composés	1389	4		
Métaux	Cuivre et ses composés	1392	4		
HAP	Fluoranthène	1191	2		
Métaux	Nickel et ses composés	1386	2		
Chlorophénols	Pentachlorophénol	1235	2		
Métaux	Plomb et ses composés	1382	2		
Métaux	Zinc et ses composés	1383	4		
Métaux	<i>Mercure et ses composés</i>	1387	1		
Organoétains	<i>Tributylétain cation</i>	2879	1		
Organoétains	<i>Dibutylétain cation</i>	1771	4		
Organoétains	<i>Monobutylétain cation</i>	2542	4		

1. Substances Dangereuses Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE 2006/60/CE
2. Substances Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE 2006/60/CE
3. Substances pertinentes issues de la liste I de la directive 2006/11/CE
4. Substances pertinentes issues de la liste II de la directive 2006/11/CE

## Attestation du prestataire.

Je soussigné(e) (Nom, qualité) .....

Coordonnées de l'entreprise :

.....  
.....

(Nom, forme juridique, capital social, RCS, siège social et adresse si différente du siège)

.....  
.....

- Reconnais avoir reçu et avoir pris connaissance des prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses pour la mise en œuvre de la deuxième phase de l'action nationale de recherche et de réduction des rejets de substances dangereuses pour le milieu aquatique et des documents auxquels il fait référence.
- M'engage à restituer les résultats dans un délai de XXX mois après réalisation de chaque prélèvement<sup>a</sup>
- Reconnais les accepter et les appliquer sans réserve.

A ....., le .....

Pour le soumissionnaire\*, nom et prénom de la personne habilitée à signer le marché :

\*Signature et qualité du signataire (qui doit être habilité à engager sa société) précédée de la mention « Bon pour acceptation »

Signature :

Cachet de la société :

<sup>a</sup> L'attention est attirée sur l'intérêt de disposer des résultats d'analyses de la première mesure avant d'engager la suivante afin d'évaluer l'adéquation du plan de prélèvement, en particulier lors des premières mesures.