



Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

PRÉFET DE LA NIÈVRE

Préfecture de la Nièvre
Secrétariat Général

Direction du pilotage interministériel
et des moyens

Guichet unique ICPE
Pôle enquêtes publiques

Tél. 03 86 60 71 46
Télécopie : 03 86 60 72 51

N° 2015-084 -0003

ARRÊTÉ PRÉFECTORAL COMPLÉMENTAIRE

à l'arrêté préfectoral n° 2007-P-1939 du 11 avril 2007 autorisant la société RHODIA OPERATIONS
à exercer ses activités sur le territoire de la commune de CLAMECY

Rejets de substances dangereuses dans le milieu aquatique
Seconde phase : surveillance pérenne

Le Préfet de la Nièvre
Chevalier de la Légion d'Honneur
Chevalier de l'Ordre National du Mérite

- VU** la directive n° 2008/105/EC du 24 décembre 2008 établissant des normes de qualité environnementale dans le domaine de l'eau ;
- VU** la directive n° 2006/11/CE concernant la pollution causée par certaines substances dangereuses déversées dans le milieu aquatique de la communauté ;
- VU** la directive n° 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 R. 511-9 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 le rapport d'études 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 n° 2007-P-1939 du 11 avril 2007 ou autre acte antérieur autorisant la société RHODIA OPERATIONS à exploiter ses activités relevant de la nomenclature des installations classées au Quai Saint Roch sur le territoire de la commune de CLAMECY ;

VU l'arrêté préfectoral n° 2010-P-1729 du 9 juillet 2010 prescrivant la surveillance initiale RSDE ;

VU le rapport daté du 24 octobre 2011 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 de l'inspection des installations classées en date du 14 janvier 2015 ;

VU l'avis du CODERST du 27 janvier 2015 ;

VU le projet d'arrêté porté à la connaissance du demandeur le 12 février 2015 ;

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 bio-accumulables des substances dangereuses visées par le présent arrêté sur le milieu aquatique ;

SUR proposition du secrétaire général de la Préfecture,

ARRÊTE

TABLE DES MATIÈRES

ARTICLE 1 - OBJET.....	5
ARTICLE 2 - PRESCRIPTIONS TECHNIQUES APPLICABLES AUX OPÉRATIONS DE PRÉLÈVEMENTS ET D'ANALYSES.....	5
ARTICLE 3 - MISE EN OEUVRE DE LA SURVEILLANCE PÉRENNE.....	5
ARTICLE 4 - SUPPRESSION DES SUBSTANCES DANGEREUSES PRIORITAIRES.....	6
ARTICLE 5 - REMONTÉE D'INFORMATIONS SUR L'ÉTAT D'AVANCEMENT DE LA SURVEILLANCE DES REJETS.....	6
ARTICLE 5.1- DÉCLARATION DES DONNÉES RELATIVES À LA SURVEILLANCE DES REJETS AQUEUX.....	6
ARTICLE 5.2- DÉCLARATION ANNUELLE DES ÉMISSIONS POLLUANTES.....	6
ARTICLE 6 - SANCTIONS.....	6

ARTICLE 1 - OBJET

La société RHODIA OPERATIONS, dont le siège social est situé à AUBERVILLIERS (93 306), doit respecter pour ses installations situées sur le territoire de la commune de CLAMECY, Quai Saint Roch, les modalités 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.

Les prescriptions des actes administratifs antérieurs sont complétées par celles du présent arrêté.

ARTICLE 2 - PRESCRIPTIONS TECHNIQUES APPLICABLES AUX OPÉRATIONS DE PRÉLÈVEMENTS ET D'ANALYSES

Les prélèvements et analyses réalisés en application du présent arrêté doivent respecter les dispositions de l'annexe 1 du présent arrêté préfectoral complémentaire.

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 Résiduaires », 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 2 du présent arrêté préfectoral complémentaire et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

Les mesures de surveillance des rejets aqueux imposées à l'industriel par l'arrêté préfectoral du 11 avril 2007 à son article 9.2.3.1 sur des substances mentionnées à l'article 3 du présent arrêté peuvent se substituer aux mesures mentionnées dans ce présent arrêté, sous réserve que la fréquence de mesures imposée soit respectée et que les modalités de prélèvement et d'analyses pour les mesures répondent aux exigences de l'annexe 1 du présent arrêté préfectoral complémentaire, notamment sur les limites de quantification.

ARTICLE 3 - MISE EN OEUVRE DE LA SURVEILLANCE PÉRENNE

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 suivantes :

Nom du rejet	Substance	Périodicité	Durée de chaque prélèvement	Limite de quantification à atteindre par substance par les laboratoires en µg/l <i>(source : annexe 5.2 du document en annexe 1)</i>
Eaux industrielles Point de rejet n°3	Zinc et ses composés	1 mesure par trimestre	24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation	10
	Cuivre et ses composés			5

ARTICLE 4 - SUPPRESSION DES SUBSTANCES DANGEREUSES PRIORITAIRES

Afin de respecter l'objectif de la DCE visant la suppression totale des émissions de substances dangereuses prioritaires, l'exploitant devra prendre toutes les dispositions adéquates pour la suppression de ces émissions à l'échéance 2021, même si ces substances ne font pas partie des substances maintenues dans la surveillance en phase pérenne visées ci-avant.

ARTICLE 5 - REMONTÉE D'INFORMATIONS SUR L'ÉTAT D'AVANCEMENT DE LA SURVEILLANCE DES REJETS

ARTICLE 5.1- 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.

ARTICLE 5.2- 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 6 - SANCTIONS

Les infractions ou l'inobservation des conditions légales fixées par le présent arrêté entraîneront l'application des sanctions pénales et administratives prévues par le titre 1er du livre V du Code de l'Environnement.

ARTICLE 7 - DÉLAI ET VOIE DE RECOURS

Le destinataire du présent arrêté peut saisir le tribunal administratif, sis 22, rue d'Assas à Dijon, d'un recours contentieux dans le délai de deux mois à compter de la notification du présent arrêté.

À l'intérieur de ce délai, il peut également saisir le préfet d'un recours gracieux, ou le ministre de l'écologie et du développement durable d'un recours hiérarchique qui n'interrompt en aucune façon le délai de recours contentieux (l'absence de réponse de l'administration au terme d'un délai de deux mois vaut décision implicite de rejet).

ARTICLE 8 - EXÉCUTION - NOTIFICATION

Une ampliation du présent arrêté sera notifiée par la voie administrative au directeur de la société RHODIA OPERATIONS, chargé d'en afficher, en permanence et de façon visible, un extrait dans son établissement.

Une copie sera adressée à :

- M. le Secrétaire Général de la préfecture,
- M. le Sous-Préfet de CLAMECY,
- Mme le Maire de CLAMECY,
- Mme la Directrice Régionale de l'environnement, de l'aménagement et du logement de Bourgogne,

- M. le Colonel, commandant le groupement de gendarmerie de la Nièvre,
- M. le Directeur départemental de la cohésion sociale et de la protection des populations,
- M. le Directeur départemental des territoires,
- M. le Directeur de l'unité territoriale de la direction régionale des entreprises, de la concurrence, de la consommation, du travail et de l'emploi de Bourgogne,
- M. le Directeur départemental des services d'incendie et de secours de la Nièvre,
- M. le Chef du service interministériel de défense et de protection civile de la Nièvre,
- M. l'Inspecteur des installations classées à NEVERS,

chargés, chacun en ce qui le concerne, d'en assurer l'application et l'exécution.

Fait à Nevers, le 25 MARS 2015

Le Préfet

Pour le Préfet
et par délégation,
Le Secrétaire Général

Jean-Michel VIDUS

ANNEXE 1 - Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses (joindre l'annexe 5 de la circulaire du 5 janvier 2009)

ANNEXE 2 – Liste des substances dangereuses prioritaires.

ANNEXE 1 - 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 5.5 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 5.5 sont téléchargeables sur le site <http://rsde.ineris.fr>,
- respecter les limites de quantification listées à l'annexe 5.2 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'État.

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 -Echantillonnage - 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 prélèvement

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 prélèvement

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 5667-3¹. 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

¹ 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.

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 batches). 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.

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 5667-3².

Le transport des échantillons vers le laboratoire devra être effectué dans une enceinte maintenue à une température égale à $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$, 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 l'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 24 h 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 24 h 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'éthoxylates² de nonylphénols

2 Les éthoxylates de nonylphénols et d'octylphénols constituent à terme une source

(NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates³ 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 18857-2³.

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^{4,5,6} et ⁷) 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 en annexe 5.2. 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'annexe 5.1 (à l'exception de la DCO, du COT et des MES), 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 :
- 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, épichlorhydrine, tributylphosphate, acide chloroacétique, benzène, éthylbenzène, 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 ,

indirecte de nonylphénols et d'octylphénols dans l'environnement.

3 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 dérivatisation. Disponible auprès de l'AFNOR, commission T 91 M et qui sera publiée prioritairement en début 2009.

4 NF T 90-101 : Qualité de l'eau : détermination de la demande chimique en oxygène (DCO)

5 NF EN 872 : Qualité de l'eau : dosage des matières en suspension – Méthode par filtration sur filtre en fibres de verre

6 NF EN 1484 – Analyse des eaux : lignes directrices pour le dosage du carbone organique total et du carbone organique dissous

7 NF T 90-105-2 : Qualité de l'eau : dosage des matières en suspension – Méthode par centrifugation

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 (MES \geq 250 mg/l) sera la suivante pour l'ensemble des substances de l'annexe 5.1 : 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 à 50 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'auto-surveillance fréquente) permettra à terme la saisie directe des informations demandées par l'annexe 5.3 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 certaines 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 5.4 (qui reprend les éléments demandés dans l'annexe 5.3) 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 5.4 devront être adressés mensuellement par l'exploitant à l'inspection par courrier.

Annexe 2 - Substances prioritaires et substances spécifiques de l'état écologique :

Substance	Code SANDRE	Catégorie de Substance	Colonne A Flux journalier d'émission en g/jour	Colonne B Flux journalier d'émission en g/jour
phthalate de bis(2-éthylhexyle) DEHP	6616 (ancien 1461)	2	4	30
Octylphénols	6600 =1959+ 1920	2	10	30
Benzène	1114	2	20	100
1,2,3 trichlorobenzène	1630	2	4	30
1,2,4 trichlorobenzène	1283	2	4	30
1,3,5 trichlorobenzène	1629	2	4	30
Pentachlorophénol	1235	2	4	30
1,2 dichloroéthane	1161	2	20	100
Chlorure de méthylène (dichlorométhane)	1168	2	20	100
Chloroforme (trichlorométhane)	1135	2	20	100
Fluoranthène	1191	2	4	30
Naphtalène	1517	2	20	100
Arsenic et ses composés	1369	4	10	100
Chrome et ses composés	1389	4	200	500
Cuivre et ses composés	1392	4	200	500
Zinc et ses composés	1383	4	200	500

Atrazine	1107	2	4	30
Diuron	1177	2	4	30
Isoproturon	1208	2	4	30
Simazine	1263	2	4	30
Plomb et ses composés	1382	2	20	100
Nickel et ses composés	1386	2	20	100
Alachlore	1101	2	4	100
Trifluraline	1289	2	4	100
Chlorfenvinphos	1464	2	4	100
Chlorpyrifos (ethylchlorpyrifos)	1083	2	4	100

