



Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

PRÉFET DU FINISTÈRE

Préfecture

Direction de l'animation
des Politiques publique

Bureau des installations classées

**Arrêté préfectoral complémentaire
imposant la mise en place d'une surveillance pérenne des substances dangereuses dans l'eau
à la Société Industrielle Laitière du Léon pour sa laiterie industrielle située
au lieu-dit Le Raden à PLOUVIEN**

Le Préfet du Finistère,
Chevalier de la Légion d'Honneur
Officier de l'Ordre National du Mérite

- VU** la directive 2008/105/CE 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 les articles R211-11-1 à R211-11-3 du titre 1 du livre II du code de l'environnement relatifs 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 DCE 2005/12 du 28 juillet 2005 relative à la définition du « bon état » ;
VU la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007 définissant les « normes de qualité environnementale provisoires (NQE_p) » et les objectifs nationaux de réduction des émissions de certaines substances ;
VU la circulaire DGPR/SRT du 5 janvier 2009 relative à la mise en œuvre 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 (ICPE) soumises à autorisation ;
VU les notes du DGPR aux services du 23 mars 2010 et du 27 avril 2011 relatives aux adaptations des conditions de mise en œuvre de la circulaire du 5 janvier 2009 susvisée ;
VU l'arrêté du 27 octobre 2011 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 ;
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 la note complémentaire de l'INERIS n°DRC-08-94591-06911C à la mise en place de la circulaire du 5 janvier 2009 à l'attention des inspecteurs et des exploitants ;

VU l'arrêté préfectoral n°85/1415 du 22 mai 1985 régularisant la situation administrative et imposant des prescriptions complémentaires à la SILL à PLOUVIEN ;
VU l'arrêté préfectoral n°98/113 du 21 janvier 1998 imposant des prescriptions complémentaires à la Société Industrielle Laitière du Léon (SILL) à PLOUVIEN ;
VU l'arrêté préfectoral n°593-04A du 26 janvier 2005 autorisant la Société Industrielle Laitière du Léon (SILL) à régulariser la situation administrative de son établissement situé au lieu-dit « Le Raden » à PLOUVIEN ;
VU l'arrêté préfectoral n°65-09AI du 2 décembre 2009 imposant des prescriptions complémentaires à la Société SILL – Le Raden – PLOUVIEN ;
VU l'arrêté préfectoral n°38-10AI du 2 juin 2010 autorisant la Société SILL (Société Industrielle Laitière du Léon) à modifier et étendre le plan d'épandage des boues générées par la station d'épuration de son établissement spécialisé dans la transformation du lait et la fabrication et le conditionnement de jus de fruits et potages, situé au lieu-dit « Le Raden » à PLOUVIEN ;
VU le courrier de l'inspection n°EN1201665 du 21 novembre 2012 qui a proposé un projet d'arrêté préfectoral ;
VU le courrier de l'industriel du 3 décembre 2012 en réponse qui n'a pas émis d'observations ;
VU le rapport de l'inspection des installations classées n° EN1201710 en date du 3 décembre 2012 ;
VU l'avis du CODERST du 20 décembre 2012 ;
VU le rapport établi par le laboratoire SGS Multilab référencé n°MS11-04874 version 3 et daté du 30 novembre 2011 présentant les résultats d'analyses menées dans le cadre de la recherche initiale de substances dangereuses dans les rejets aqueux de l'établissement ;

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 du Secrétaire Général de la Préfecture

ARRÊTE

Article 1 : Objet

La société **SILL (Société Industrielle Laitière du Léon)** dont le siège social est situé **BP 1 – 29800 PLOUVIEN** doit respecter, pour ses installations situées à la même adresse, 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 en date du 22/05/1985, du 21/01/1998, du 26/01/2005, du 02/12/2009 et du 02/06/2010 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 1 du présent arrêté préfectoral complémentaire et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

Article 3 : Mise en œuvre de la surveillance pérenne

L'exploitant met en œuvre **sous deux mois** à compter de la notification du présent arrêté le programme de surveillance au point de rejet des effluents industriels de l'établissement suivants :

| | |
|-------------------------------|---|
| Point | N°1 : rejet STEP |
| Localisation | Rejet en aval du déversoir triangulaire (angle 90°) en place |
| Coordonnées Lambert II étendu | X = 96 100 ; Y = 2 415 594 |
| Valeur du QMNA ₅ | 14 688 m ³ /j |
| Périodicité des mesures | 1 mesure par trimestre |
| Durée de chaque prélèvement | 24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation |

A- Liste des substances concernées

| Substances | Code SANDRE | NQE (µg/L) | Limite de quantification à atteindre par substance par le laboratoire (µg/L) | Flux journalier d'émission (g/j) (colonne A de la note du 27/04/2011) | Flux journalier d'émission (g/j) (colonne B de la note du 27/04/2011) |
|----------------------|-------------|-----------------|--|---|---|
| Zinc et ses composés | 1383 | 3,1 ou 7,8 ① | 10 | 200 | 500 |

① La valeur de NQE est fonction de la dureté du milieu récepteur :
si la dureté est inférieure ou égale à 24 mg CaCO₃/L, NQE = 3,1 ; si la dureté est supérieure à 24 mg CaCO₃/L, NQE = 7,8.

B- Rapport de synthèse de la surveillance pérenne

Après la réalisation de 10 mesures, l'exploitant fournira à l'inspection des installations classées, un rapport de synthèse de la surveillance en place qui comprendra les éléments ci-dessous :

- un tableau récapitulatif des mesures comprenant :
 - pour chaque campagne de mesure, le débit journalier (avec l'incertitude) de chaque prélèvement au point de rejet n°1 ;
 - pour chaque substance : sa concentration, son flux et les incertitudes qui leurs sont liées pour chacune des mesures réalisées. Doivent également être fournis les concentrations minimale, maximale et moyenne (avec les incertitudes) relevées au cours de la période de mesures, ainsi que les flux minimal, maximal et moyen (avec les incertitudes) et les limites de quantification pour chaque mesure ;
- l'ensemble des rapports d'analyses réalisées en application du présent arrêté ;
- l'ensemble des éléments permettant d'attester de la traçabilité de ces opérations de prélèvement et de mesure de débit et de vérifier le respect des dispositions de l'article 2 du présent arrêté ;
- des commentaires et explications sur les résultats obtenus et leurs éventuelles variations, en évaluant les origines possibles des substances rejetées, notamment au regard des activités industrielles exercées et des produits utilisés ;
- des propositions dûment argumentées, le cas échéant, si l'exploitant met en évidence la possibilité d'arrêter la surveillance de certaines substances, en référence aux dispositions prévues par la note du 27 avril 2011 ;
- des propositions dûment argumentées, le cas échéant, si l'exploitant souhaite adopter un rythme de mesures autre que trimestriel pour la poursuite de la surveillance ;
- le cas échéant, les résultats de mesures de qualité des eaux d'alimentation en précisant leur origine (superficielle, souterraine ou adduction d'eau potable).

Article 4 : Remontée d'informations sur l'état d'avancement de la surveillance des rejets

4.1- 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 seront saisis sur le site de télédéclaration du ministère chargé de l'environnement prévu à cet effet (GIDAF), lorsque celui-ci sera disponible et sont transmis trimestriellement à l'inspection des installations classées par voie électronique avant la fin du mois N+1.

4.2- 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 des installations classées.

Article 5 :

L'exploitant doit respecter les délais prescrits par le présent arrêté, à savoir :

- date APC + 2 mois : début du programme de mesures pour la surveillance pérenne
- date APC + 2 ans et 6 mois : transmission du rapport de synthèse de la surveillance pérenne

Article 6 :

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 :

ANNEXE 1 : Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses

ANNEXE 2 : Exemple de tableau récapitulatif des mesures

Article 8 :

Le Secrétaire Général de la Préfecture du Finistère, le maire de PLOUVIEN, le directeur départemental de la Protection des Populations, l'Inspecteur des installations classées (DDPP), sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté, qui sera notifié à l'exploitant publié dans les formes habituelles

Quimper, le 14 FEV. 2013

Pour le préfet,
Le secrétaire général,


Martin JAEGER

DESTINATAIRES :

- M. le maire de PLOUVIEN
- M. le Directeur de la S.I.L.L. à Plouvien
- M. le Directeur Départemental de la Protection des Populations
- M. l'inspecteur de la DDPP

Annexe 1 :
Prescriptions techniques applicables aux
opérations de prélèvements et d'analyses

SOMMAIRE

| | |
|---|---|
| 1. INTRODUCTION | 2 |
| 2. PRESCRIPTIONS GENERALES | 2 |
| 3. OPERATIONS DE PRELEVEMENT | 3 |
| 3.1. OPERATEURS DU PRELEVEMENT..... | 3 |
| 3.2. CONDITIONS GENERALES DU PRELEVEMENT..... | 3 |
| 3.3. MESURE DE DEBIT EN CONTINU..... | 3 |
| 3.4. PRELEVEMENT CONTINU SUR 24 HEURES A TEMPERATURE CONTROLEE..... | 4 |
| 3.5. ECHANTILLON..... | 5 |
| 3.6. BLANC DE PRELEVEMENT..... | 5 |
| 4. ANALYSES | 6 |
| 5. TRANSMISSION DES RESULTATS | 7 |
| 6. LISTE DES ANNEXES | 7 |

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 GENERALES

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 :

- Etre 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 2.3 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 2.3 sont téléchargeables sur le site <http://rsde.ineris.fr>.
- Respecter les limites de quantification 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. OPERATIONS DE PRELEVEMENT

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. OPERATEURS 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 GENERALES 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 5667-3¹. 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 DEBIT 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.

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.

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. PRELEVEMENT CONTINU SUR 24 HEURES A TEMPERATURE CONTROLEE

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 oeuvre.

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. ECHANTILLON

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 5667-3¹.

- ↪ 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. BLANC DE PRELEVEMENT

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 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'éthoxylates² de nonylphénols (NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates² 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.

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 2.1 (à l'exception de la DCO, du COT et des MES), il est demandé:

- Si $50 < \text{MES} < 250$ mg/l : réaliser 3 extractions liquide/liquide successives au minimum sur l'échantillon brut sans séparation.
- Si $\text{MES} \geq 250$ 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

² Les éthoxylates de nonylphénols et d'octylphénols constituent à terme une source 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 dérivation. Disponible auprès de l'AFNOR, commission T 91M 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

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 (MES \geq 250 mg/l) sera la suivante pour l'ensemble des substances: 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 RESULTATS

L'application informatique GIDAF (Gestion Informatisée des Données d'autosurveillance fréquente) permettra à terme la saisie directe des informations demandées par l'annexe 2.1 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 2.2 (qui reprend les éléments demandés dans l'annexe 2.1) 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 2.2 devront être adressés mensuellement par l'exploitant à l'inspection par courrier.

6. LISTE DES ANNEXES

| Repère | Désignation | Nombre de pages |
|---------------|---|------------------------|
| ANNEXE 1.1 | INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE RESTITUTION AU FORMAT SANDRE | 3 |
| ANNEXE 1.2 | TRAME DE RESTITUTION DES INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE FIGURANT A L'ANNEXE 2.3 | 1 |
| ANNEXE 1.3 | LISTE DES PIECES A FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATAIRE DE L'EXPLOITANT | 5 |

**ANNEXE 1.1 : INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION
ANALYSEE RESTITUTION AU FORMAT SANDRE**

| POUR CHAQUE PRELEVEMENT : INFORMATIONS DEMANDEES | | |
|---|---------------------------------------|---|
| Critère SANDRE | Valeurs possibles | Exemples de restitution |
| IDENTIFICATION DE L'ORGANISME DE PRELEVEMENT | Imposé | Code Sandre du prestataire de prélèvement Code exploitant |
| IDENTIFICATION DE L'ECHANTILLON | Texte | Champ libre permettant d'identifier l'échantillon. Référence donnée par le laboratoire |
| TYPE DE PRELEVEMENT | Liste déroulante | - Asservi au débit - Proportionnel au temps - Prélèvement ponctuel |
| PERIODE DE PRELEVEMENT DATE_DEBUT | Date | Date de début Format JJ/MM/AAAA |
| DUREE DE PRELEVEMENT | Nombre | Durée en Nombre d'heures |
| REFERENTIEL DE PRELEVEMENT | Texte | Champ destiné à recevoir la référence à la norme de prélèvement |
| DATE DERNIER CONTROLE METROLOGIQUE DU DEBITMETRE | Date | Renseigne la date du dernier contrôle métrologique valide du débitmètre |
| NOMBRE D'ECHANTILLON | Nombre entier | Nombre de prélèvements pour constituer l'échantillon moyen (valeur par défaut 1) |
| BLANC SYSTEME PRELEVEMENT | | Oui, Non |
| BLANC ATMOSPHERE | | 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 |
| TEMPERATURE DE L'ENCEINTE (ARRIVEE 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 DEBUT D'ANALYSE PAR LE LABORATOIRE | | Date | Date de début d'analyse par le laboratoire Format JJ/MM/AAAA |
| NOM PARAMETRE | | Imposé | Nom sandre |
| REFERENTIEL | | Imposé | <i>Analyse réalisée sous accréditation</i> <i>Analyse réalisée hors accréditation</i> |
| NUMERO DOSSIER ACCREDITATION | | | Numéro d'accréditation De type N° X-XXXX |
| FRACTION ANALYSEE | | Imposé | 3 : Phase aqueuse de l'eau 23 : Eau brute 41 : MES brutes |
| METHODE DE PREPARATION | | L / L SPE SBSE SPE disk. L / S (MES) ASE (MES) SOXHLET (MES) Minéralisation Eau régale Minéralisation Acide nitrique Minéralisation autre | |
| TECHNIQUE DE DETECTION | | 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 | |
| METHODE D'ANALYSE (norme ou à défaut le type de méthode) | | texte | |
| LIMITE DE QUANTIFICATION | Valeur | Libre (numérique) | <i>Libre (numérique)</i> |
| | Unité | Imposé | <i>EAU BRUTE : µg/l ; PHASE AQUEUSE : µg/l , MES (PHASE PARTICULAIRE) : µg/kg</i> sauf MES, DCO ou COT (<i>unité en mg/l</i>) |
| | Incertitude avec facteur d'élargissement (k=2) | Libre (numérique) | <i>Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15</i> |
| RESULTAT | 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 |

| POUR CHAQUE PARAMETRE ET POUR CHAQUE FRACTION ANALYSEE : INFORMATIONS DEMANDEES | | | |
|---|--|-------------------|--|
| Critère SANDRE | | Valeurs possibles | Exemples de restitution |
| | 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 |
| CODE REMARQUE DE L'ANALYSE | | Imposé | Code 0 : Analyse non faite Code 1 : Résultat \geq limite de quantification Code 10 : Résultat $<$ limite de quantification |
| CONFIRMATION DU RESULTAT | | Imposé | Code 0 : NON CONFIRME (analyse unique) Code 1 : CONFIRME (analyse dupliquée, confirmation par SM) |
| COMMENTAIRES | | 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 1.3 : LISTE DES PIECES A FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATAIRE A L'EXPLOITANT

Justificatifs à produire

1. **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
2. Liste de références en matière d'opérations de prélèvements de substances dangereuses dans les rejets industriels
3. 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 de l'annexe 2.2.
4. Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions de l'annexe technique (modèle joint)

**TABLEAU DES PERFORMANCES ET ASSURANCE QUALITE
A RENSEIGNER ET A RESTITUER A L'EXPLOITANT**

| Famille | Substances | Code SANDRE | Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires | LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire) |
|-------------------------|----------------------------------|-------------|--|---|
| Alkylphénols | Nonylphénol | 1927 | | |
| | Octylphénol | 1928 | | |
| | Hexylphénol | 1929 | | |
| | Octylphénols | 1920 | | |
| | OP1OE | 6370 | | |
| Anilines | 2 chloroaniline | 1593 | | |
| | 3 chloroaniline | 1592 | | |
| | 4 chloroaniline | 1591 | | |
| | 4-chloro-2 nitroaniline | 1594 | | |
| | 3,4 dichloroaniline | 1586 | | |
| Autres | Biphényle | 1584 | | |
| | Epichlorhydrine | 1494 | | |
| | Tributylphosphate | 1847 | | |
| | Acide chloroacétique | 1465 | | |
| BDE | Tétrabromodiphényléther BDE 47 | 2919 | | |
| | Pentabromodiphényléther (BDE 99) | 2916 | | |
| | Hexabromodiphényléther (BDE 153) | 2915 | | |
| | Hexabromodiphényléther BDE 154 | 2911 | | |
| | Hexabromodiphényléther BDE 153 | 2912 | | |
| | Heptabromodiphényléther BDE 183 | 2910 | | |
| BTEX | Décabromodiphényléther (BDE 209) | 1815 | | |
| | Benzène | 1114 | | |
| | Ethylbenzène | 1497 | | |
| | Isopropylbenzène | 1633 | | |
| | Toluène | 1278 | | |
| Chlorobenzènes | Xylènes (Somme o,m,p) | 1780 | | |
| | Hexachlorocyclopentadiène | 1333 | | |
| | Pentachlorocyclopentadiène | 1338 | | |
| | 1,2,3 trichlorobenzène | 1630 | | |
| | 1,2,4 trichlorobenzène | 1283 | | |
| | 1,3,5 trichlorobenzène | 1629 | | |
| | Chlorobenzène | 1467 | | |
| | 1,2 dichlorobenzène | 1165 | | |
| | 1,3 dichlorobenzène | 1164 | | |
| | 1,4 dichlorobenzène | 1166 | | |
| | 1,2,4,5 tétrachlorobenzène | 1631 | | |
| | 1-chloro-2-nitrobenzène | 1469 | | |
| 1-chloro-3-nitrobenzène | 1468 | | | |

| Famille | Substances | Code SANDRE | Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires | LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire) | |
|--------------------------|-----------------------------------|-----------------|--|---|--|
| | 1-chloro-4-nitrobenzène | 1470 | | | |
| Chlorophénols | Pentachlorophénol | 1235 | | | |
| | 4-chloro-3-méthylphénol | 1636 | | | |
| | 2 chlorophénol | 1471 | | | |
| | 3 chlorophénol | 1651 | | | |
| | 4 chlorophénol | 1650 | | | |
| | 2,4 dichlorophénol | 1486 | | | |
| | 2,4,5 trichlorophénol | 1548 | | | |
| | 2,4,6 trichlorophénol | 1549 | | | |
| COHV | Hexachloropentadiène | 2612 | | | |
| | 1,2 dichloroéthane | 1161 | | | |
| | Chlorure de méthylène | 1168 | | | |
| | Chloroforme | 1135 | | | |
| | Chloroprène | 2611 | | | |
| | 3-chloroprène (chlorure d'allyle) | 2065 | | | |
| | 1,1 dichloroéthane | 1160 | | | |
| | 1,1 dichloroéthylène | 1162 | | | |
| | 1,2 dichloroéthylène | 1163 | | | |
| | Hexachloroéthane | 1656 | | | |
| | 1,1,2,2 tétrachloroéthane | 1271 | | | |
| | 1,1,1 trichloroéthane | 1284 | | | |
| | 1,1,2 trichloroéthane | 1285 | | | |
| | Chlorure de vinyle | 1753 | | | |
| | Chlorotoluènes | 2-chlorotoluène | 1602 | | |
| | | 3-chlorotoluène | 1601 | | |
| | | 4-chlorotoluène | 1600 | | |
| | | | | | |
| HAP | Fluoranthène | 1191 | | | |
| | Naphtalène | 1517 | | | |
| | Acénaphène | 1453 | | | |
| | | | | | |
| Métaux | Plomb et ses composés | 1382 | | | |
| | Nickel et ses composés | 1386 | | | |
| | Arsenic et ses composés | 1369 | | | |
| | Zinc et ses composés | 1383 | | | |
| | Cuivre et ses composés | 1392 | | | |
| | Chrome et ses composés | 1389 | | | |
| | | | | | |
| Nitro aromatiques | 2-nitrotoluène | 2613 | | | |
| | Nitrobenzène | 2614 | | | |

| Famille | Substances | Code SANDRE | Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires | LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire) |
|----------------------------|--|--------------|--|---|
| Organoétains | Tributylétain cation | 7678 | | |
| | Dibutylétain cation | 1771 | | |
| | Monobutylétain cation | 2542 | | |
| | Triphénylétain cation | 6372 | | |
| PCB | PCB 28 | 1239 | | |
| | PCB 52 | 1241 | | |
| | PCB 101 | 1242 | | |
| | PCB 118 | 1243 | | |
| | PCB 138 | 1244 | | |
| | PCB 153 | 1245 | | |
| | PCB 180 | 1246 | | |
| Pesticides | Trifluraline | 1289 | | |
| | Alachlore | 1101 | | |
| | Atrazine | 1107 | | |
| | Chlorfenvinphos | 1464 | | |
| | Chlorpyrifos | 1083 | | |
| | Diuron | 1177 | | |
| | Alifluorène | 1178 | | |
| | PCB 105 | 1179 | | |
| | Chlordane | 1200 | | |
| | Hexachlorocyclopentadiène | 1203 | | |
| | Isoproturon | 1208 | | |
| Simazine | 1263 | | | |
| Paramètres de suivi | Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total | 1314 1841 | | |
| | Matières en Suspension | 1305 | | |

¹ : Une absence d'accréditation pourra être acceptée pour certaines substances (substances très rarement accréditées par les laboratoires voire jamais). Il s'agit des substances : « Chloroalcanes C10-C13, diphénylétherbromés, alkylphénols et hexachloropentadiène ».

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 prélèvement²
- ❖ 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 :

Cachet de la société :

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

