



Liberté . Égalité . Fraternité

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

21 JAN. 2010

## PREFECTURE DU MORBIHAN

DIRECTION DE L'AMÉNAGEMENT DU TERRITOIRE  
ET DES AFFAIRES FINANCIÈRES  
Bureau de l'Environnement

**ARRETE PREFECTORAL COMPLEMENTAIRE du 4 décembre 2009**  
**fixant les modalités de surveillance des rejets de substances dangereux issus**  
**des effluents aqueux**  
**société CONSERVERIE MORBIHANNAISE à LANVENEGEN**

**le préfet du Morbihan**  
**chevalier de la Légion d'honneur**  
**chevalier de l'ordre national du Mérite**

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 1<sup>er</sup> 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 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 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 31 janvier 2008 relatif à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets ;

**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<sub>p</sub>) » 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** 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 du 16 septembre 2003 autorisant la société CONSERVERIE MORBIHANNAISE à exercer ses activités relevant de la nomenclature des installations classées sur le territoire de la commune de LANVENEGEN ;
- VU** le courrier de l'inspection du 9 juin 2009 qui a proposé à la société CONSERVERIE MORBIHANNAISE un projet d'arrêté préfectoral ;
- VU** le courrier de l'industriel du 28 juillet 2009 en réponse ;
- VU** le courrier de l'inspection du 24 septembre 2009 en réponse ;
- VU** le rapport de l'inspection des installations classées en date du 24 septembre 2009 ;
- VU** l'avis du CODERST du 3 novembre 2009 ;
- VU** le projet d'arrêté porté à la connaissance du pétitionnaire le 12 novembre 2009 ;
- VU** l'absence de réponse du pétitionnaire dans le délai imparti ;
- VU** l'arrêté préfectoral du 6 juillet 2009 donnant délégation de signature à Monsieur Yves HUSSON, secrétaire général de la Préfecture du Morbihan ;
- VU** les résultats du rapport établi pour la société CONSERVERIE MORBIHANNAISE dans le cadre de la première phase de recherche de substances dangereuses dans l'eau ;
- CONSIDERANT** l'objectif de respect des normes de qualité environnementale dans le milieu en 2015 fixé par la directive 2000/60/CE ;
- CONSIDERANT** les objectifs de réduction et de suppression de certaines substances dangereuses fixées dans la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007 ;
- CONSIDERANT** la nécessité d'évaluer qualitativement et quantitativement par une surveillance périodique les rejets de substances dangereuses dus aux effluents issus du fonctionnement de l'établissement au titre des installations classées pour la protection de l'environnement afin de proposer le cas échéant des mesures de réduction ou de suppression adaptées ;
- CONSIDERANT** les effets toxiques, persistants et bioaccumulables des substances dangereuses visées par le présent arrêté ;
- CONSIDERANT** que l'établissement sus-visé exerce des activités susceptibles d'émettre des substances dangereuses, en référence à l'annexe 1 de la circulaire DGPR/SRT du 5 janvier 2009 ;
- SUR** proposition du Secrétaire Général de la Préfecture ;

## **ARRETE**

### **Article 1 : Objet.**

La société CONSERVERIE MORBIHANNAISE, dont le siège social est situé au lieu-dit Le Moulin de la Coutume à LANVENEGEN (56320), 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 des rejets de substances dangereuses issus des effluents aqueux afin d'améliorer la connaissance qualitative et quantitative des rejets de ces substances.

## **Article 2 : Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses.**

2.1. Les prélèvements et analyses réalisés en application du présent arrêté doivent respecter les dispositions de l'annexe 5 du présent arrêté, reprise de la circulaire DGPR/SRT du 5 janvier 2009 relative à la mise en œuvre de la deuxième phase de l'action nationale RSDE.

2.2. 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.

2.3. L'exploitant doit être en possession de l'ensemble des pièces suivantes fournies par le laboratoire qu'il aura choisi, avant le début des opérations de prélèvement et de mesures afin de s'assurer que ce prestataire remplit bien les dispositions de l'annexe 5 du présent arrêté :

1. Justificatifs d'accréditations sur les opérations de prélèvements et d'analyse de substances dans la matrice « eaux résiduaires » comprenant a minima :
  - a. Numéro d'accréditation
  - b. 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 précisant les limites de quantification pour l'analyse des substances qui doivent être inférieures ou égales à celles de l'annexe 2 du présent arrêté ;
4. Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions de l'annexe 3 du présent arrêté.

Les **annexes 2 et 3** du présent arrêté visées aux points 3 et 4 précédents correspondent aux documents figurant à l'**annexe 5.5** de l'**annexe 5** de la circulaire du 5 janvier 2009.

2.4. 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, 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 au paragraphe 3 de l'**annexe 5** du présent arrêté et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

Pour bénéficier de cette disposition, l'exploitant devra transmettre les éléments à l'inspection des installations classées :

- avant le 1<sup>er</sup> janvier 2010 pour la surveillance initiale définie à l'article 3 du présent arrêté ;
- avant le 1<sup>er</sup> octobre 2011 pour la surveillance pérenne définie à l'article 4 du présent arrêté.

Après transmission, l'exploitant ne pourra procéder par lui-même à ces opérations de prélèvement et d'échantillonnage qu'après avoir recueilli l'accord de l'inspection des installations classées.

2.5. Les mesures de surveillance des rejets aqueux déjà imposées à l'industriel par arrêté préfectoral sur des substances visées dans le présent arrêté peuvent se substituer à certaines mesures visées dans le présent arrêté, sous réserve du respect des conditions suivantes :

- la fréquence de mesures imposée dans le présent arrêté est respectée ;
- les modalités de prélèvement et d'analyses pour les mesures de surveillance répondent aux exigences de l'**annexe 5**, notamment sur les limites de quantification.

## **Article 3 : Mise en œuvre de la surveillance initiale.**

### **3.1. Programme de surveillance initiale**

L'exploitant met en œuvre **avant le 1<sup>er</sup> janvier 2011** le programme de surveillance des substances dangereuses dans les effluents industriels de l'établissement dans les conditions suivantes :

- 1 point de mesure : effluents destinés à l'épandage ;
- liste des substances dangereuses : substances dangereuses visées dans l'annexe 1 du présent arrêté ;
- périodicité : 1 mesure par mois pendant 6 mois ;
- durée de chaque prélèvement : 24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation.

### **3.2. Rapport de synthèse de la surveillance initiale**

L'exploitant doit fournir à l'inspection des installations classées **au plus tard le 1<sup>er</sup> octobre 2011** un rapport de synthèse de la surveillance initiale devant comprendre :

- un tableau récapitulatif des mesures sous une forme synthétique selon l'annexe 4 du présent arrêté. Ce tableau comprend, pour chaque substance, sa concentration et son flux, pour chacune des mesures réalisées. Le tableau comprend également les concentrations minimale, maximale et moyenne relevées au cours de la période de mesures, ainsi que les flux minimal, maximal et moyen 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 de l'article 3.3.
- 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).

### **3.3. Conditions à satisfaire pour arrêter la surveillance d'une substance**

La surveillance au rejet d'une substance telle que celles visées dans le présent arrêté pourra être stoppée si, sur la base de 6 mesures consécutives, au moins l'une des trois conditions suivantes est vérifiée (la troisième condition n'étant remplie que si les deux critères 3.1 et 3.2 qui la composent sont tous les deux respectés) :

1. Il est clairement établi que ce sont les eaux amont qui sont responsables de la présence de la substance dans les rejets de l'établissement ;
2. Toutes les concentrations mesurées pour la substance sont strictement inférieures à la limite de quantification LQ définie à l'annexe 5.2 de l'annexe 5, et reprise dans le tableau de l'annexe 1 ;
3. **3.1** Toutes les concentrations mesurées pour la substance sont inférieures à  $10 \cdot \text{NQE}$  (norme de qualité environnementale ou, en l'attente de leur adoption en droit français,  $10 \cdot \text{NQEp}$ , norme de qualité environnementale provisoire fixée dans la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007) ;

**ET**

**3.2** Tous les flux journaliers calculés pour la substance sont inférieurs à 10% du flux journalier théorique admissible par le milieu récepteur (le flux journalier admissible étant le produit du débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale sèche QMNA5 et de la NQE ou NQEp conformément aux explications de l'alinéa précédent).

### **Article 4 : Mise en œuvre de la surveillance pérenne.**

#### 4.1. Programme de surveillance pérenne

L'exploitant poursuit au plus tard à compter du 1<sup>er</sup> janvier 2012 le programme de surveillance au point de mesure précisé à l'article 3.1 dans les conditions suivantes :

- liste des substances dangereuses : substances dangereuses visées dans l'annexe 1 du présent arrêté, dont la surveillance est retenue sur la base du rapport de synthèse établi à l'issue de la surveillance initiale en référence aux articles 3.2. et 3.3. du présent arrêté ;
- périodicité : 1 mesure par trimestre pendant 2 an et 6 mois, soit 10 mesures ;
- durée de chaque prélèvement : 24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation.

Lors de cette phase de surveillance et en référence aux dispositions prévues par la circulaire RSDE du 5 janvier 2009, l'inspection des installations classées peut demander par écrit à l'exploitant d'adapter si besoin, en terme de substances ou de périodicité, le programme de surveillance qu'il a proposé de poursuivre, au vu du rapport établi en application de l'article 3.2. du présent arrêté et d'éléments complémentaires d'informations connues concernant notamment l'état de la masse d'eau à laquelle le rejet est associé.

#### 4.2. Étude technico-économique

L'exploitant fournira à l'inspection des installations classées au plus tard le 1<sup>er</sup> juillet 2013 une étude technico-économique, accompagnée d'un échéancier de réalisation pouvant s'échelonner jusqu'en 2021 répondant aux objectifs suivants pour l'ensemble des substances figurant dans la surveillance prescrite à l'article 4.1. ci-dessus :

- pour les substances dangereuses prioritaires figurant aux annexes 9 et 10 de la DCE : possibilités de réduction à l'échéance 2015 et de suppression à l'échéance 2021 (2028 pour anthracène et endosulfan) ;
- pour les substances prioritaires figurant aux annexes 9 et 10 de la DCE : possibilités de réduction à l'échéance 2015 et éventuellement 2021 ;
- pour les substances pertinentes figurant à la liste 2 de l'annexe I de la directive 2006/11/CE du 15/02/06, lorsqu'elles sont émises avec un flux supérieur à 20% du flux admissible dans le milieu : possibilités de réduction à l'échéance 2015 et éventuellement 2021 ;
- pour les substances pertinentes figurant à la liste 2 de l'annexe I de la directive 2006/11/CE du 15/02/06, émises avec un flux inférieur à 20% du flux admissible dans le milieu mais pour lesquelles la norme de qualité environnementale n'est pas respectée : possibilités de réduction à l'échéance 2015 et éventuellement 2021.

Cette étude devra mettre en exergue les substances dangereuses dont la présence dans les rejets doit conduire à les supprimer, à les substituer ou à les réduire, à partir d'un examen approfondi s'appuyant notamment sur les éléments suivants :

- les résultats de la surveillance prescrite ;
- l'identification des produits, des procédés, des opérations ou des pratiques à l'origine de l'émission des substances dangereuses au sein de l'établissement ;
- un état des perspectives d'évolution de l'activité (process, niveau de production ...) pouvant impacter dans le temps qualitativement ou quantitativement le rejet de substances dangereuses ;
- la définition des actions permettant de réduire ou de supprimer l'usage ou le rejet de ces substances. Sur ce point, l'exploitant devra faire apparaître explicitement les mesures concernant la ou les substances dangereuses prioritaires et celles liées aux autres substances. Les actions mises en œuvre et/ou envisagées devront répondre aux enjeux vis à vis du milieu, notamment par une comparaison, pour chaque substance concernée, des flux rejetés et des flux admissibles dans le milieu. En particulier, l'exploitant définira un plan d'actions approprié dans le cas d'un rejet effectué dans une masse d'eau déclassée due à la présence excédentaire des substances dangereuses. Ce plan d'actions sera assorti d'une proposition d'échéancier de réalisation.

Pour chacune des substances devant être réduite ou supprimée dans le rejet, l'étude devra faire apparaître l'estimation chiffrée pour chaque substance concernée, du rejet évité par rapport au rejet annuel moyen de l'installation (en valeur absolue en kg/an et en valeur relative en %), et être comparée avec les objectifs de réduction ou de suppression ci-avant précisée.

Un bilan d'étape présentant l'état d'avancement de l'étude (actions engagées, programmées ...) sera fourni à l'inspection des installations classées au plus tard le 1<sup>er</sup> juillet 2012.

#### **4.3. Rapport de synthèse de la surveillance pérenne**

L'exploitant doit fournir à l'inspection des installations classées au plus tard le 1<sup>er</sup> juillet 2014 un rapport de synthèse de la surveillance pérenne dans les formes prévues à l'article 3.2. du présent arrêté.

Ce rapport devra conduire l'exploitant à proposer la nature du programme de surveillance à poursuivre selon les dispositions de l'article 3.3. et en fonction des conclusions de l'étude technico-économique visée au point 4.2., lorsque l'engagement d'une telle étude aura été nécessaire.

#### **4.4. Actualisation du programme de surveillance pérenne**

L'exploitant poursuit au plus tard à compter du 1<sup>er</sup> juillet 2015 le programme de surveillance au point de mesure précisé à l'article 3.1 dans les conditions suivantes :

- liste des substances dangereuses : substances dangereuses visées dans l'annexe 1 du présent arrêté, dont la surveillance est retenue sur la base du rapport de synthèse établi en référence aux articles 4.3. et 3.3. du présent arrêté ;
- périodicité : 1 mesure par trimestre ;
- durée de chaque prélèvement : 24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation.

En cas d'évolution dans les produits, des procédés, des opérations ou des pratiques susceptibles d'être à l'origine de l'émission dans les rejets de nouvelles substances dangereuses au sein de l'établissement, l'exploitant est tenu d'actualiser le cadre de sa surveillance à ces nouvelles substances jusqu'à la vérification du respect des dispositions définies à l'article 3.3. Il en informera l'inspection des installations classées.

### **Article 5 : Remontée d'informations sur l'état d'avancement de la surveillance des rejets.**

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

Les résultats des mesures du mois N réalisées au titre de la surveillance des rejets aqueux devront être saisis sur le site de télédéclaration du ministère chargé de l'environnement prévu à cet effet et transmis mensuellement à l'inspection des installations classées par voie électronique avant la fin du mois N+1, lorsque celui-ci sera rendu opérationnel pour la région Bretagne.

Dans l'attente, ou si l'exploitant n'utilise pas la transmission électronique via le site de déclaration susvisé, ils seront, sauf après dispense accordée par l'inspection des installations classées, saisis à partir de l'outil informatique GEDAI mis à disposition par l'agence de l'eau Loire-Bretagne et la DRIRE Bretagne. Ils seront dans tous les cas transmis selon les mêmes formes que celles retenues pour les résultats d'autosurveillance des rejets d'effluents industriels aqueux.

#### **5.2. Déclaration annuelle des émissions polluantes**

Les substances faisant l'objet de la surveillance pérenne décrite à l'article 4 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 4 du présent arrêté pour les émissions de substances dangereuses dans l'eau ou par toute autre méthode plus précise validée par les services de l'inspection (émissions dans l'eau et émissions dans le sol dans le cas d'épandage d'eaux brutes ou si les boues produites par l'installation font l'objet d'un plan d'épandage).

**Article 6 : Dispositions applicables en cas d'infraction ou d'inobservations du présent arrêté.**

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 :**

Un extrait du présent arrêté énumérant les prescriptions complémentaires imposées, et faisant connaître qu'une copie du dit arrêté est déposée aux archives de la mairie de Lanvenegen avec mise à disposition à tout intéressé, sera affiché à la porte de la mairie pendant une durée minimum d'un mois. Procès-verbal de l'accomplissement de ces formalités sera dressé par les soins du maire de la commune précitée et adressé à la préfecture du Morbihan. Le même extrait sera affiché en permanence de façon visible dans l'établissement par les soins du bénéficiaire.

Un avis sera inséré par les soins du préfet du département du Morbihan, aux frais de l'exploitant, dans deux journaux d'annonces légales du département.

**Article 8 :**

Le recours contentieux dont peut faire l'objet le présent arrêté doit intervenir devant la juridiction compétente dans un délai de 2 mois pour le demandeur ou l'exploitant. Ce délai commence à courir du jour où la présente décision a été notifiée. Pour les tiers, personnes physiques ou morales, les communes intéressées ou leurs groupements, le délai de recours est de quatre ans à compter de la publication ou de l'affichage du présent arrêté.

**Article 9 :**

Copie du présent arrêté sera remise à Monsieur le directeur de la société Conserverie Morbihannaise, qui devra toujours l'avoir en sa possession et la présenter à toute réquisition.

**Article 10 :**

Messieurs le secrétaire général de la préfecture du Morbihan, le maire de LANVENEGEN, le directeur de la société Conserverie Morbihannaise, le directeur régional de l'industrie de la recherche et de l'environnement, sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté.

**Copie du présent arrêté sera adressée à :**

- Mme le sous-préfet de Pontivy
- M. le maire de Lanvénegen
- M. le directeur régional de l'industrie, de la recherche et de l'environnement  
34, rue Jules Legrand 56100 Lorient
- M. le directeur de la société Conserverie Morbihannaise  
Le Moulin de la Coutume - 56320 Lanvénegen

Vannes, le 4 décembre 2009

Le préfet  
Pour le préfet et par délégation  
Le secrétaire général

Yves Husson

**LISTE DES SUBSTANCES DANGEREUSES  
FAISANT PARTIE DU PROGRAMME DE SURVEILLANCE**

Établissement : CONSERVERIE MORBIHANNAISE à LANVENEGEN

Effluents destinés à l'épandage

Substances	Code SANDRE	Catégorie de Substance : 1 = dangereuses prioritaires, 2 = prioritaires, 3 = pertinentes liste 1, 4 = pertinentes liste 2.	Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : LQ en µg/l	Valeurs limites admissibles vis à vis du milieu (eaux de surfaces intérieures) : 10*NQE ou 10*NQEp en µg/l
Nonylphénols	1957	1	0,1	3
Octylphénols	1920	2	0,1	1
Acide chloroacétique	1465	4	25	5,8
Chloroforme	1135	2	1	120
Fluoranthène	1191	2	0,01	1
Plomb et ses composés	1382	2	5	72
Nickel et ses composés	1386	2	10	200
Zinc et ses composés	1383	4	10	Fc du bruit de fond
Cuivre et ses composés	1392	4	5	Fc du bruit de fond
Chrome et ses composés	1389	4	5	Fc du bruit de fond
4 tert butyl phénol				
Cadmium et ses composés	1388	1	2	50
Tributylétain cation	2879	1	0,02	0,002
Toluène	1278	4	1	740
Arsenic et ses composés	1369	4	5	Fc du bruit de fond

☆☆☆☆☆☆☆☆☆☆

## SOMMAIRE

1	INTRODUCTION	3
2	PRESCRIPTIONS GENERALES	3
3	OPERATIONS DE PRELEVEMENT	4
3.1	OPERATEURS DU PRELEVEMENT	4
3.2	CONDITIONS GENERALES DU PRELEVEMENT	4
3.3	MESURE DE DEBIT EN CONTINU	5
3.4	PRELEVEMENT CONTINU SUR 24 HEURES A TEMPERATURE CONTROLEE	5
3.5	ECHANTILLON	6
3.6	BLANCS DE PRELEVEMENT	6
4	ANALYSES	7
5	TRANSMISSION DES RESULTATS	9
6	Liste des annexes	10

### Annexe 5 :

### Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses

Vu pour être annexé à l'arrêté d'installation en date de  
YANNES, le 04 DEC. 2009

Par déléguation  
Le Secrétaire Général  
Yves HUSSON

## 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 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'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 habilité 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 5667-3<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.

<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.

## 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 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.

## 6 LISTE DES ANNEXES

Repère	Désignation	Nombre de pages
ANNEXE 5.1	SUBSTANCES A SURVEILLER	3
ANNEXE 5.2	LIMITES DE QUANTIFICATION A ATTEINDRE PAR SUBSTANCE	3
ANNEXE 5.3	INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE RESTITUTION AU FORMAT SANDRE	3
ANNEXE 5.4	TRAME DE RESTITUTION DES INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE FIGURANT A L'ANNEXE 5.3	1
ANNEXE 5.5	LISTE DES PIECES A FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATAIRE DE L'EXPLOITANT	5

ANNEXE 5.1 : SUBSTANCES A SURVEILLER

Famille	Substances <sup>1</sup>	Code SANDRE <sup>2</sup>	n DCE <sup>3</sup>	n °76/46 <sup>4</sup>	
Alcylphénols	Oxyphénols	1920	25		
	Op10E	déjà en cours			
	Op20E	déjà en cours			
	Anilines	2 chloroaniline	1593		17
		3 chloroaniline	1592		18
		4 chloroaniline	1591		19
		4-chloro-2-nitroaniline	1594		27
	Autres	3,4 dichloroaniline	1586		52
		Biphenyle	1584		11
	BDE	Epichlorohydrine	1494		78
Tributylphosphate		1847		114	
Acide chloroacétique		1465		16	
Tetra bromodiphényléther (BDE183)		2919	5		
BDE147					
BTX	Hexabromodiphényléther (BDE154)	2911	5		
	Hexabromodiphényléther (BDE155)	2912	5		
	Heptabromodiphényléther (BDE183)	2910	5		
	Décabromodiphényléther (BDE209)	1815	13		
	Benzène	1114	4	7	
	Ethylbenzène	1497		79	
	Isopropylbenzène	1633		87	
	Toluène	1278		112	
	Xylènes (somme o,m,p)	1780		129	
	Chlorobenzènes	1,2,3 trichlorobenzène	1630	31	117
1,2,4 trichlorobenzène		1283	31	118	
1,3,5 trichlorobenzène		1629	31	117	
Chlorobenzène		1467		20	
1,2 dichlorobenzène		1165		53	
1,3 dichlorobenzène		1164		54	
1,4 dichlorobenzène		1166		55	
1,2,4,5 tétrachlorobenzène		1631		109	
1-chloro-2-nitrobenzène		1469		28	
1-chloro-3-nitrobenzène		1468		29	
1-chloro-4-nitrobenzène	1470		30		
Chlorophénols	Pentachlorophénol	3225	27	102	

Famille	Substances <sup>1</sup>	Code SANDRE <sup>2</sup>	n DCE <sup>3</sup>	n °76/46 <sup>4</sup>	
COHV	4-chloro-3-méthylphénol	1436		24	
	2 chlorophénol	1471		33	
	3 chlorophénol	1651		34	
	4 chlorophénol	1650		35	
	2,4 dichlorophénol	1486		64	
	2,4,5 trichlorophénol	1548		122	
	2,4,6 trichlorophénol	1549		122	
	Hexachloropentadiène	2612			
	1,2 dichloroéthane	1360	10	59	
	Chlorure de méthylène	1168	11	62	
Chloroformes	Chloroforme	1135	32	23	
	Chloroprene	2611		36	
	3-chloroprene (chlorure d'allyle)	2065		37	
	1,1 dichloroéthane	1160		58	
	1,1 dichloroéthylène	1162		60	
	1,2 dichloroéthylène	1163		61	
	Hexachloroéthane	1656		86	
	1,1,2,2 tétrachloroéthane	1271		110	
	1,1,1 trichloroéthane	1284		119	
	1,1,2 trichloroéthane	1285		120	
Chlorotoluènes	Chlorure de vinyle	1753		128	
	2-chlorotoluène	1602		38	
	3-chlorotoluène	1601		39	
	4-chlorotoluène	1600		40	
	HAP	Fluoranthène	1191	15	
Naphthalène		1517	22	96	
Acénaphthène		1453			
Métaux		Plomb et ses composés	1382	20	
		Nickel et ses composés	1386		
	Arsenic et ses composés	1369		4	
	Zinc et ses composés	1383		133	
	Chrome et ses composés	1392		134	
	2-nitrotoluène	1389		136	
	Nitrobenzène	2614			
	Nitro aromatiques	Dibutylcain cation	1771		49,50,51
		Monobutylcain cation	2542		
	Organétains				

ANNEXE 5.2 : LIMITES DE QUANTIFICATION A ATTEINDRE

Famille	Substances <sup>1</sup>	Code SANDRE <sup>2</sup> <i>demande en cours</i>	n° DCE <sup>3</sup>	n° 76/464 <sup>4</sup> <i>125,126,127</i>
PCB	Triphénylétain cation			
	PCB 28	1239		
	PCB 52	1241		
	PCB 101	1242		101
	PCB 118	1243		
	PCB 138	1244		
Pesticides	PCB 153	1245		
	PCB 180	1246		
	Trifluraline	1289	33	
	Alachlore	1101	1	
	Atrazine	1107	3	
Paramètres de suivi	Chlorure d'vinphos	1464	8	
	Chlorpyrifos	1083	9	
	Diuron	1177	13	
	Isoproturon	1208	19	
Autres	Simazine	1263	29	
	Demande chimique au système d'analyse global	181		
	Oxyde de carbone	184		
	Matière en suspension	305		

-  Substances Dangereuses Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE (tableau A de la circulaire du 07/05/07) et de la directive "file" de la DCE adoptée le 20 octobre 2008 (embracène et endosulfan)
-  Substances Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE (tableau A de la circulaire du 07/05/07)
-  Autres substances pertinentes issues de la liste I de la directive 2006/117/CE (anciennement Directive 76/464/CEE) et ne figurant pas à l'annexe X de la DCE (tableau B de la circulaire du 07/05/07)
-  Autres substances pertinentes issues de la liste II de la directive 2006/117/CE (anciennement Directive 76/464/CEE) et autres substances, non SDP ni SP (tableaux D et E de la circulaire du 07/05/07)
-  Autres paramètres

1 : Les groupes de substances sont indiqués en italique.  
 2 : Code Sandre de la substance : <http://sandre.eaufrance.fr/app/References/client.php>  
 3 : Correspondance avec la numérotation utilisée à l'annexe X de la DCE (Directive 2000/60/CE).  
 4 : N° UE : le nombre mentionné correspond au classement par ordre alphabétique issu de la communication de la Commission européenne au Conseil du 22 Juin 1982.

Famille	Substances	Code SANDRE <sup>2</sup>	LQ <sup>3</sup> à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l Eaux Résiduaires
Alkylphénols	Octylphénols		0,1
	OP10E	demande en cours	0,1
	OP10E	demande en cours	0,1
	2 chloroaniline	1593	0,1
	3 chloroaniline	1592	0,1
Anilines	4 chloroaniline	1591	0,1
	4-chloro-2, nitroaniline	1594	0,1
	3,4 dichloroaniline	1586	0,1
	Biphényle	1584	0,05
Autres	Epicalorhydine	1494	0,5
	Tributylphosphate	1847	0,1
	Acide chloracétique	1465	25
	Tétrabromodiphényléther (BDE47)	2919	
	Hexabromodiphényléther (BDE153)	2911	
BDE	Hexabromodiphényléther (BDE153)	2912	La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ équivalente dans l'égalité 0,05 µg/l pour chaque BDE
	Heptabromodiphényléther (BDE183)	2910	
	Décabromodiphényléther (BDE209)	1815	
	Benzène	1114	
	Ethylbenzène	1497	1
	Isopropylbenzène	1633	1
BTX	Toluène	1278	1
	Xylènes (Somme o, m, p)	1780	2
	Chlorobenzènes		
Chlorobenzènes	1,2,3 trichlorobenzène	1630	1
	1,2,4 trichlorobenzène	1283	1
	1,3,5 trichlorobenzène	1629	1
	Chlorobenzène	1467	1
	1,2 dichlorobenzène	1165	1
	1,3 dichlorobenzène	1164	1
1,4 dichlorobenzène	1166	1	
1,2,4,5 tetrachlorobenzène	1631	0,05	





ANNEXE 5.4 : FORMAT DE RESTITUTION DES INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION

Le format de restitution sera mis en ligne sur le site <http://rsde.ineris.fr/>

Conditions de prélèvement et d'analyses

Identification	Localisation	Zone	Code	Paramètre	Fraction	Unité	Limite de détection	Limite de quantification	Limite de restitution
Identification de l'échantillon	Localisation de l'échantillon	Zone de prélèvement	Code de prélèvement	Paramètre de mesure	Fraction de mesure	Unité de mesure	Limite de détection	Limite de quantification	Limite de restitution

Résultats d'analyses

Code	Paramètre	Fraction	Unité	Valeur	Limite de détection	Limite de quantification	Limite de restitution
Code de mesure	Paramètre de mesure	Fraction de mesure	Unité de mesure	Valeur de mesure	Limite de détection	Limite de quantification	Limite de restitution

POUR CHAQUE PARAMETRE ET POUR CHAQUE FRACTION ANALYSEE, INFORMATIONS DEMANDEES

Code	Paramètre	Fraction	Unité	Valeur	Limite de détection	Limite de quantification	Limite de restitution
Code de mesure	Paramètre de mesure	Fraction de mesure	Unité de mesure	Valeur de mesure	Limite de détection	Limite de quantification	Limite de restitution

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 5.5 : LISTE DES PIÈCES A FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATITAIRE 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 5.2.
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 oui/ non sur matrice: eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)	
Alkylphénols	Octylphénols	1970			
	OP10E	demande en cours			
	OP20E	demande en cours			
	2 chloroaniline	1593			
Anilines	3 chloroaniline	1592			
	4 chloroaniline	1591			
	4-chloro-2 nitroaniline	1594			
	3,4 dichloroaniline	1586			
Autres	Biphényle	1584			
	Epichlorohydrine	1494			
	Tributylphosphate	1847			
	Acide chloroacétique	1465			
BDE	Tétrabromodiphényléther BDE 47	2919			
	Hexabromodiphényléther BDE 154	2911			
	Hexabromodiphényléther BDE 153	2912			
	Heptabromodiphényléther BDE 183	2910			
	Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815			
	Benzène	1114			
	Ethylbenzène	1497			
	Isopropylbenzène	1633			
	Toluène	1278			
	Xylènes (Somme o, m, p)	1780			
	Chlorobenzènes	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			
BTEX	1,2,4,5 tétrachlorobenzène	1631			
	1-chloro-2-nitrobenzène	1469			
	1-chloro-3-nitrobenzène	1468			

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance accréditée <sup>1</sup> oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)	
Chlorophénols	1-chloro-4-nitrobenzène	1470			
	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			
	Hexachloropentadiène	2612			
COHV	1,2-dichloroéthane	1161			
	Chlorure de diméthylène	1168			
	Chloroforme	1335			
	Chloropène	2611			
	3-chloropène (chlorure d'allyle)	2065			
	1,1-dichloroéthane	1160			
	1,1-dichloroéthylène	1162			
	1,2-dichloroéthylène	1163			
	Hexachloroéthane	1656			
	1,1,2,2-tétrachloroéthane	1271			
HAP	1,1,1-trichloroéthane	1284			
	1,1,2-trichloroéthane	1285			
	Chlorure de vinyle	1793			
	Fluoranthène	1491			
	Naphthalène	1512			
	Acénaphrène	1453			
	Métaux	Plomb et ses composés	382		
		Nickel et ses composés	386		
		Arsenic et ses composés	1369		
		Zinc et ses composés	1383		
Cuivre et ses composés		1392			
Chrome et ses composés		1389			
Organotétrais		Dibutylétain cation	1771		
		Monobutylétain cation	2542		
		Triphénylétain cation	demande en cours		

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance accréditée <sup>1</sup> oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
Pesticides	PCB 28	1239		
	PCB 52	1241		
	PCB 101	1242		
	PCB 118	1243		
	PCB 138	1244		
	PCB 153	1245		
	PCB 180	1246		
	Trifluraline	1289		
	Alachlore	1101		
	Azinphos	1102		
Paramètres de suivi	Chlorocvriphos	1464		
	Chlorpyrifos	1083		
	Duron	1027		
	Isoproturon	1208		
	Sinazine	1263		
	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314		
	Matières en Suspension	1841		
		1305		

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

### 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.
- ↳ 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, ventur, 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 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 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  $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ , 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 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  $\geq$  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 diphenyléthers 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>.

<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 sélectivement- Partie 2 : Détermination des alkylphénols, déthoxyalates d'alkylphénol et bisphénol A – Méthode pour échantillons non filtrés en

- ☞ 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 RSDÉ 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 < MES < 250 mg/l : réaliser 3 extractions liquide/liquide successives au minimum sur l'échantillon brut sans séparation.
- Si MES ≥ 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 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, 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, chloropène, 3 chloropropène, 1,1 dichloroéthane, 1,1 dichloroéthylène, 1,2 dichloroéthylène, hexachloroéthane, 1,1,2,2 tétrachloroéthylène, 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 ≥ 250 mg/l) sera la suivante pour l'ensemble des substances de l'ANNEXE 5.1 : valeur en µg/l obtenue dans la phase aqueuse, valeur en µg/kg obtenue dans la phase particulaire et valeur totale calculée en µg/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 ≥ 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 µg/l pour chaque BDE.

utilisant l'extraction sur phase solide et chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse après dérivasation. 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 : Ligands 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

## 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>8</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 :

Cachet de la société :

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

---

<sup>8</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.