



PRÉFET DE LA SEINE-MARITIME

**DIRECTION RÉGIONALE DE L'ENVIRONNEMENT,
DE L'AMÉNAGEMENT ET DU LOGEMENT
DE HAUTE-NORMANDIE**

Service Risques

Arrêté du – 5 OCT. 2015

portant sur les prescriptions complémentaires dans le cadre de la recherche de substances dangereuses dans l'eau (RSDE) de la société Orfèvrerie CHRISTOFLE S.A.S. à YAINVILLE - deuxième phase : surveillance pérenne, sur l'évaluation de certaines pollutions des sols et des eaux souterraines, sur la modification des modalités de surveillance des eaux souterraines, sur la mise à jour du tableau des rubriques ICPE, sur la modification des valeurs limites de rejets en AOX

**Le préfet de la région Haute-Normandie, préfet de la Seine-Maritime
commandeur de la Légion d'honneur,**

- Vu la directive n° 2000/60/CE établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau (DCE) ;
- Vu la directive n° 2006/11/CE concernant la pollution causée par certaines substances dangereuses déversées dans le milieu aquatique de la Communauté ;
- Vu la directive n° 2008/105/CE du 16 décembre 2008 établissant des normes de qualité environnementale dans le domaine de l'eau ;
- Vu le livre V du code de l'environnement et notamment ses articles L. 511-1, L. 512-3 et R. 512-31 ;
- Vu la nomenclature des installations classées codifiées à l'annexe de l'article R. 511-9 du code de l'environnement ;
- Vu les articles R. 211-11-1 à R. 211-11-3 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 le décret n°2004-374 du 29 avril 2004 modifié relatif aux pouvoirs des préfets, à l'organisation et à l'action des services de l'État dans les régions et les départements ;
- Vu le décret du 17 janvier 2013 du président de la République nommant M. Pierre-Henry MACCIONI préfet de la région Haute-Normandie, préfet de la Seine-Maritime ;
- 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 des articles R. 211-11-1 à R. 211-11-3 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 30 juin 2005 modifié relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- Vu l'arrêté du 25 janvier 2010 établissant le programme de surveillance de l'état des eaux en application de l'article R. 212-22 du code de l'environnement ;
- Vu l'arrêté ministériel du 31 janvier 2008 modifié relatif à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets ;
- Vu l'arrêté ministériel du 25 janvier 2010 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 ministériel 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 ministériel du 26 janvier 2010 approuvant le schéma national des données sur l'eau ;
- Vu l'arrêté ministériel du 11 janvier 2007 relatif aux limites et références de qualité des eaux brutes et des eaux destinées à la consommation humaine mentionnées aux articles R. 321-2, R. 1321-3, R. 1321-7 et R. 1321-38 du code de la santé publique
- Vu l'arrêté n°13-196 du 25 avril 2013 portant délégation de signature à M. Eric MAIRE, secrétaire général de la Seine-Maritime ;
- Vu l'arrêté préfectoral du 27 novembre 2001 autorisant la société Orfèvrerie CHRISTOFLE S.A.S. (ex-Société d'Orfèvrerie de Normandie) à exercer ses activités sur le territoire de la commune de YAINVILLE (76480) ;
- Vu l'arrêté préfectoral complémentaire du 19 novembre 2010 relatifs aux rejets de substances dangereuses dans le milieu aquatique de la société Orfèvrerie CHRISTOFLE S.A.S. à YAINVILLE, prescrivant la surveillance initiale de l'action de recherche des substances dangereuses dans les rejets ;
- Vu la circulaire DPPR/DE du 04 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 07 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 du 05 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 ;
- Vu les circulaires du 23 mars 2010 et du 27 avril 2011 sur les modalités d'adaptation des conditions de mise en œuvre de la circulaire du 05 janvier 2009 relative aux actions de recherche et de réduction des substances dangereuses dans les rejets aqueux des installations classées ;
- Vu la note du 19 septembre 2011 de la DGPR aux services de l'inspection relative à l'étude technico-économique dans le cadre de la mise en œuvre de la surveillance pérenne de l'action RSDE ;
- Vu le rapport d'étude de l'INERIS N°DRC-07-82 615-13836C du 15 janvier 2008 faisant état de la synthèse des mesures de substances dangereuses dans l'eau réalisée dans certains secteurs industriels ;
- Vu le rapport établi par le comité de pilotage régional du secrétariat permanent pour la prévention des pollutions industrielle (SPPPI) Basse Seine sur les rejets de substances dangereuses dans l'eau en Haute Normandie par les installations classées et les stations d'épuration urbaines – Campagnes de recherche 2003 – 2006 de novembre 2007 ;

- Vu les résultats des rapports établis par le laboratoire SGS référencés 5-SCO-04-492-VP-02.doc et 5-SCO-04-492.doc et datés respectivement des 8 août 2005 et 25 novembre 2005 présentant les résultats d'analyse menées dans le cadre de la première phase de recherche de substances dangereuses dans l'eau ;
- Vu le rapport établi par le Laboratoire de Rouen et daté du 15 mai 2012 présentant la synthèse des résultats des analyses menées dans le cadre de la surveillance initiale ;
- Vu les transmissions annuelles de la société concernant les résultats de la qualité des eaux souterraines au droit du site ;
- Vu les observations formulées par l'inspection des installations classées par courrier du 01 juillet 2013 à la suite de la visite du 10 décembre 2013 ;
- Vu les observations formulées par l'inspection des installations classées par courrier du 23 décembre 2014 à la suite de la visite du 24 septembre 2014 ;
- Vu les observations formulées par l'inspection des installations classées à la suite de la visite du 25 mars 2015 ;
- Vu le diagnostic des sols transmis par l'exploitant par courrier du 30 juillet 2014 ;
- Vu le tableau des activités ICPE mis à jour transmis par l'exploitant le 13 janvier 2015 ;
- Vu le courrier de l'inspection des installations classées du 22 mai 2015 qui propose à l'exploitant le projet d'arrêté préfectoral de mise en œuvre de la surveillance pérenne, d'évaluation des risques des pollutions des sols et des eaux souterraines, d'extension des aménagements de collecte des eaux pluviales, de modification de certaines modalités de la surveillance des eaux souterraines ;
- Vu le courrier en réponse de l'exploitant daté du 30 juillet 2015 ;
- Vu le rapport de présentation de l'inspection des installations classées en date du 13 août 2015 devant les membres du conseil départemental de l'environnement et des risques sanitaires et technologiques ;
- Vu l'avis du conseil départemental de l'environnement et des risques sanitaires et technologiques en date du 8 septembre 2015 ;
- Vu la transmission du projet d'arrêté faite à l'exploitant en date du 11 septembre 2015 ;

CONSIDÉRANT :

que la société Orfèvrerie CHRISTOFLE exerce sur son site situé sur la commune de Yainville, une activité d'orfèvrerie de couverts et de pièces de grosse orfèvrerie en métal argentée, acier et argent massif, dûment réglementées par les arrêtés susvisés ;

que l'objectif de respect des normes de qualité environnementale dans le milieu en 2015 est fixé par la directive n° 2000/60/CE ;

que le SDAGE du bassin de la Seine et des cours d'eau côtiers normands 2010-2015 fixe les objectifs pour lutter contre les pollutions aquatiques ;

que les objectifs de réduction et de suppression de certaines substances dangereuses sont fixées dans la circulaire DE/DPPR du 07/05/2007 ;

qu'il est nécessaire 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 et de déclarer les niveaux d'émission de ces substances afin de proposer le cas échéant des mesures de réduction ou de suppression adaptées ;

que les effets toxiques, persistants et bio-accumulables des substances dangereuses sur le milieu aquatique sont visés par le présent arrêté ;

que l'établissement rejette dans un fossé de récupération des eaux pluviales communales avant de rejoindre la masse d'eau nommée Seine – Estuaire Moyen de code SANDRE(1) FRHT02M ;

que les transmissions annuelles des résultats de la surveillance de la qualité des eaux souterraines au droit du site par l'exploitant montrent la présence de nickel dans des concentrations supérieures aux normes définies pour la potabilité de l'eau par l'arrêté ministériel du 11 janvier 2007 ;

que les concentrations en nickel dans les eaux souterraines au droit du site augmentent entre le piézomètre situé en amont hydraulique (Pz1) et le piézomètre situé en aval hydraulique (Pz2) ;

que les résultats des prélèvements et analyses des sols de janvier 2014 font apparaître la présence, notamment, de composés aliphatiques et de trichlorobenzène dans des concentrations supérieures au bruit de fond déterminé pour la zone d'étude ;

qu'il y a lieu par conséquent de demander à l'exploitant de déterminer l'origine de la pollution des eaux souterraines par le nickel ;

qu'il y a lieu par conséquent que l'exploitant détermine si la pollution des eaux souterraines par le nickel présente un impact à l'extérieur de son site ;

qu'il y a lieu de demander à l'exploitant de s'assurer que la pollution des sols identifiée dans son diagnostic des sols est de nature à ne pas présenter un inconvénient pour les intérêts protégés définis à l'article L. 511-1 du code de l'environnement ;

que l'exploitant doit prendre les dispositions nécessaires s'il identifie un inconvénient pour les intérêts protégés définis à l'article L. 511-1 du code de l'environnement ;

que la gestion des eaux pluviales doit être étendue sur une partie du site actuellement non aménagée pour limiter les risques de transfert de pollution dans les sols ;

qu'en raison de l'implantation d'un nouveau piézomètre de surveillance des eaux souterraines, en particulier pour suivre l'évolution du nickel dans les eaux souterraines, il est nécessaire de compléter le dispositif de surveillance des eaux souterraines de l'exploitant ;

qu'en raison de la présence de nickel dans les eaux souterraines, il est nécessaire de renforcer la fréquence des campagnes de surveillance des eaux souterraines à deux campagnes par an ;

qu'en raison des substances retrouvées dans les sols lors du diagnostic des sols, il est nécessaire de compléter les substances à surveiller dans les eaux souterraines ;

qu'il est nécessaire de modifier la nature des communications à l'administration des résultats des campagnes d'analyses des eaux souterraines, en supprimant les références aux VCI, et en introduisant l'obligation d'interprétation des résultats ;

que les valeurs d'émission des AOX dans les eaux rejetées ne sont pas adaptées à la qualité des eaux entrantes sur le site ;

qu'il y a lieu de mettre à jour le tableau des activités ICPE du site au regard des éléments du dossier transmis par l'exploitant en 2009, des évolutions non substantielles apportées aux activités du site et des modifications de la nomenclature des ICPE introduites par plusieurs décrets successifs en comparaison avec le tableau figurant à l'arrêté préfectoral du 27 novembre 2001 ;

qu'il y a lieu, en conséquence, de faire application, à l'encontre de la société Orfèvrerie CHRISTOFLE S.A.S., des dispositions prévues par l'article R. 512-31 du code de l'environnement susvisé.

Sur proposition du secrétaire général de la préfecture,

ARRETE

Article 1

La société Orfèvrerie CHRISTOFLE S.A.S.U. dont le siège social est situé 9, rue Royale à PARIS (75008) est tenue de respecter les prescriptions ci-annexées dès notification du présent arrêté, concernant l'établissement implanté sise route de DUCLAIR à YAINVILLE (76480)

Les prescriptions des actes administratifs antérieurs, notamment l'arrêté préfectoral en date du 27 novembre 2001 sont complétées par celles du présent arrêté.

En outre, l'exploitant doit se conformer strictement aux dispositions édictées par le livre II (titre III) – parties législatives et réglementaires – du code de l'environnement et aux textes pris pour son application dans l'intérêt de l'hygiène et de la sécurité des travailleurs. Sur sa demande, tous renseignements utiles lui seront fournis par l'inspection du travail pour l'application de ces règlements.

Article 2

Une copie du présent arrêté est tenue au siège de l'exploitation, à la disposition des autorités chargées d'en contrôler l'exécution et est affichée en permanence de façon visible à l'intérieur du site.

Article 3

L'établissement est soumis à la surveillance de la police, de l'inspection des installations classées, de l'inspection du travail et des services d'incendie et de secours, ainsi qu'à l'exécution, de toutes mesures ultérieures que l'administration jugerait nécessaire d'ordonner dans l'intérêt de la sécurité et de la salubrité publique.

Article 4

En cas de contraventions dûment constatées aux dispositions qui précèdent, le titulaire du présent arrêté peut faire l'objet, indépendamment de sanctions pénales, de sanctions administratives prévues par la législation sur les installations classées.

Sauf cas de force majeure, le présent arrêté cesse de produire effet si l'établissement n'est pas exploité pendant deux années consécutives.

Article 5

Au cas où la société est amenée à céder son exploitation, le nouvel exploitant ou son représentant fait la déclaration aux services préfectoraux, dans le mois qui suit la prise en charge de l'exploitation.

S'il est mis un terme au fonctionnement de l'activité, l'exploitant est tenu d'en faire la déclaration au moins trois mois avant la date de cessation, dans les formes prévues à l'article R. 512-39-1 du code de l'environnement, et de prendre les mesures qui s'imposent pour remettre le site dans un état tel qu'il ne s'y manifeste aucun des dangers ou inconvénients mentionnés à l'article L. 511-1 du code de l'environnement.

Article 6

Le présent arrêté peut être déféré auprès du tribunal administratif de ROUEN :

1° dans un délai d'un an à compter de la publication ou de l'affichage de la présente décision, par les tiers, personnes physiques ou morales, les communes intéressées ou leurs groupements, en raison des inconvénients ou des dangers que le fonctionnement de l'installation présente pour les intérêts mentionnés aux articles L. 211-1 et L. 511-1 du code de l'environnement ;

2° dans un délai de deux mois à compter de la date à laquelle la décision leur a été notifiée, par les demandeurs ou les exploitants.

Les tiers qui n'ont acquis ou pris à bail des immeubles ou n'ont élevé des constructions dans le voisinage d'une installation classée que postérieurement à l'affichage ou à la publication de l'arrêté autorisant l'ouverture de cette installation ou atténuant les prescriptions primitives ne sont pas recevables à déférer ledit arrêté à la juridiction administrative.

Article 7

Conformément aux dispositions de l'article R. 512-39 du code de l'environnement, un extrait du présent arrêté mentionnant qu'une copie du texte intégral est déposée aux archives des mairies et mise à disposition de toute personne intéressée, sera affiché en mairie de YAINVILLE pendant une durée minimum d'un mois.

Le maire de YAINVILLE fera connaître par procès-verbal, adressé à la préfecture de la Seine-Maritime, l'accomplissement de cette formalité.

Le même extrait sera affiché en permanence, de façon visible, sur le site de l'exploitant à la diligence de la société Orfèvrerie CHRISTOFLE.

Un avis au public sera inséré par les soins de la préfecture et aux frais de la société Orfèvrerie CHRISTOFLE dans deux journaux diffusés dans tout le département.

Article 8

Le secrétaire général de la préfecture de la Seine-Maritime, le directeur régional de l'environnement, de l'aménagement et du logement, et l'inspection des installations classées pour la protection de l'environnement sont chargés chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté dont une copie sera adressée au maire de YAINVILLE et à la société Orfèvrerie CHRISTOFLE.

Fait à ROUEN, le - 5 OCT. 2015

Pour le préfet, et par délégation,
le secrétaire général,



Éric MAIRE

Vu pour être annexé à mon arrêté
en date du : ... 5. OCT. 2015 ...

ROUEN, le : - 5 OCT. 2015

Prescriptions techniques annexées à l'arrêté préfectoral du ... LE PRÉFET,

Pour le Préfet et par délégation,
Le Secrétaire Général

Eric MAIRE

Société Orfèvrerie CHRISTOFLE
route de DUCLAIR
76480 YAINVILLE

1. Évaluation des risques dus à certains polluants dans les sols et de nickel dans les eaux souterraines

1.1. Consolidation des informations sur le nickel dans les eaux souterraines

L'exploitant prend les dispositions pour confirmer la présence du nickel dans les eaux souterraines au droit du site (confirmation du sens d'écoulement de la nappe, représentativité des piézomètres).

Pour le 31/03/2016, l'exploitant communique à l'inspection des installations classées les conclusions des démarches entreprises et conclut quant à l'impact du nickel sur les eaux souterraines en aval du site.

1.2. Évaluation des risques

L'exploitant est tenu de mettre en œuvre, à ses frais, les évaluations que rendent nécessaires la découverte de la pollution des eaux souterraines par le nickel et par les composés aliphatiques et les trichlorobenzènes, notamment pour évaluer si les conséquences ou les inconvénients menacent de porter atteinte aux intérêts mentionnés à l'article L. 511-1. du code de l'environnement. En cas de risques sanitaires avérés, la démarche de plan de gestion définie par la circulaire du 8 février 2007 du ministère en charge de l'environnement pourra être utilisée.

Au vu des résultats des évaluations, l'exploitant propose à l'inspection des installations classées les mesures de gestion appropriées pour le 31/07/2016.

1.3. Mesures de gestion

Au regard des résultats du point 1.2. ci-dessus, l'exploitant met en œuvre les différentes actions du plan de gestion pour le 31/07/2017.

1.4. Impact extérieur au site

L'exploitant fait réaliser une campagne de prélèvements d'eaux dans les puits situés au-delà des limites de propriété de son site et dans une zone de 500 m en aval hydraulique de ses installations. Les paramètres recherchés sont ceux du point 3.2.7.2.1. de l'arrêté préfectoral du 27/11/2001 modifiés par les dispositions du présent arrêté.

Les résultats interprétés de cette campagne seront communiqués à l'inspection des installations classées pour le 31/03/2016

Dans le mois qui suit, si les résultats démontrent un impact significatif par le nickel, les composés aliphatiques ou les trichlorobenzènes, dont l'origine est imputable aux activités de la société, la démarche d'interprétation de l'état des milieux définie par la circulaire du 8 février 2007 du ministère en charge de l'environnement pourra être utilisée.

2. Extension du réseau d'eaux pluviales

Dans le cadre de la protection des sols et des eaux souterraines, l'exploitant étend la zone de collecte des eaux pluviales entre l'Ouest des rotoclones et les armoires de stockage extérieures (zonage défini en annexe du courrier C2015m07j21AR du 30 juillet 2015).

Ces aménagements de collectes (regards, avaloirs, réseau, etc.) respectent les dispositions prévues aux points 3.2.2., 3.2.6.2. et 3.2.6.4. de l'arrêté préfectoral du 27 novembre 2001.

L'exploitant prend toutes les dispositions pour que les travaux correspondant soient achevés pour le 31 août 2016.

3. Modification de la composition de la surveillance des eaux souterraines

Les dispositions du point 3.2.7.2.1. de l'arrêté préfectoral du 27/11/2001 sont abrogées et remplacées les dispositions ainsi rédigées :

«

3.2.7.2.1. Programme de Surveillance des eaux souterraines

Le classement de l'évaluation simplifiée des risques qui a mis en évidence plusieurs anomalies analytiques et qui place en classe 2 le site au sens du guide « gestion des sites potentiellement pollués » version 2 du ministère en charge de l'environnement. L'exploitant est tenu de réaliser la surveillance des eaux souterraines.

La surveillance des eaux souterraines s'effectue sur :

- un piézomètre situé en amont hydraulique des activités : le piézomètre Pz1,
- 2 piézomètres situés en aval hydraulique des activités : les piézomètres Pz2, Pz3,
- le forage d'eaux industrielles du site situé en aval hydraulique.

La surveillance est effectuée sur des échantillons prélevés deux fois par an sur des périodes choisies en fonction des hautes et basses eaux de la nappe souterraine. La programmation des prélèvements tient également compte des marées influençant le niveau des eaux souterraines : les conditions de marée descendante ou montante choisies lors des dernières campagnes sont reprises pour les campagnes suivantes.

Lors de ces prélèvements, le niveau piézométrique est relevé.

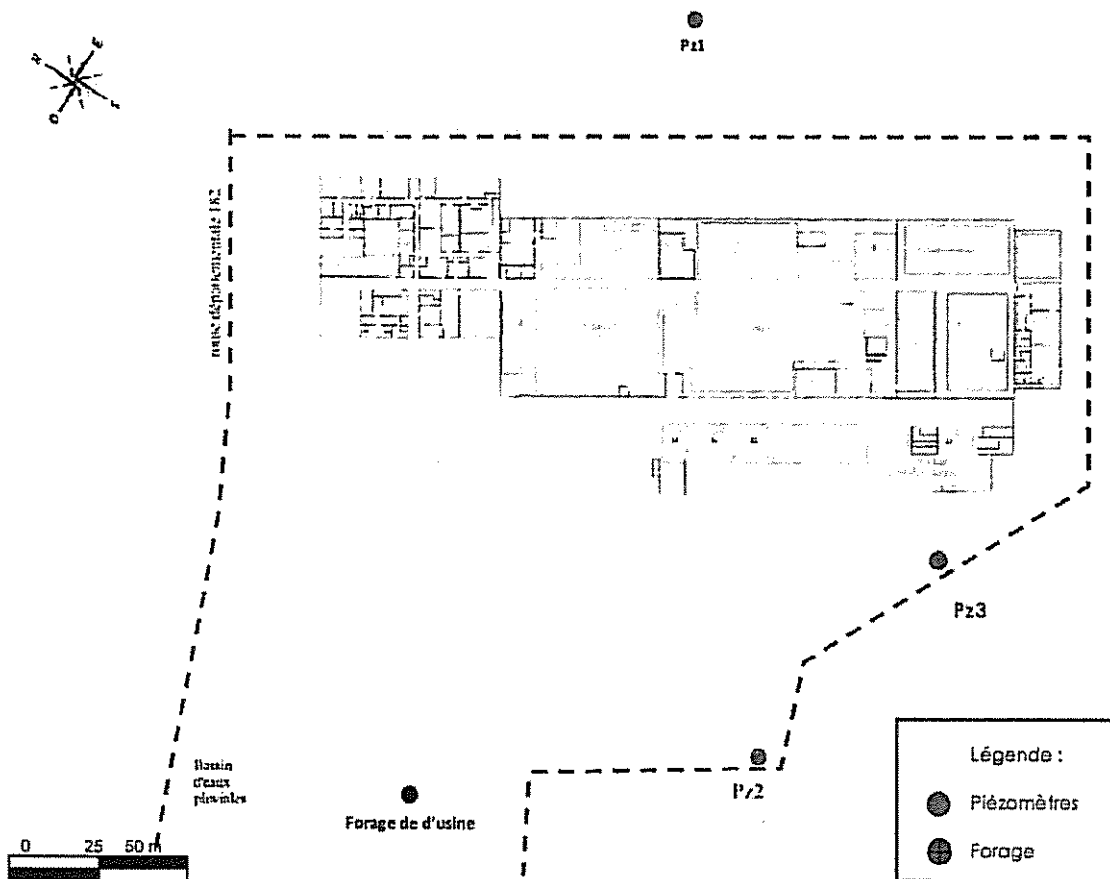
Les substances recherchées sont les suivantes :

- le pH ;
- la conductivité ;
- le trichloroéthylène ;
- les composés de décomposition du trichloroéthylène et, en particulier, le chlorure de vinyle, le cis 1,2-dichloroéthylène ;
- certains métaux : l'argent, le nickel, le cuivre, le plomb et le zinc ;
- les cyanures totaux ;
- les composés aliphatiques au travers des hydrocarbures totaux et de la COT ;
- les COHV ;
- les composés du chlorobenzène,
- les AOX.

Leur analyses sont réalisées suivant les normes en vigueur.

La liste des substances surveillées pourra être révisée sur demande justifiée et argumentée de l'exploitant auprès de l'inspection des installations classées. Aucune demande n'est recevable avant cinq années après la mise en place de ces nouvelles modalités.

La localisation des ouvrages de surveillance est donnée sur le plan suivant :



»

4. Modification du contenu des transmissions de la surveillance des eaux souterraines

Les dispositions du point 3.2.7.2.4. de l'arrêté préfectoral du 27/11/2001 sont abrogées et remplacées les dispositions ainsi rédigées :

«

3.2.7.2.4. Communication des résultats

Les résultats des analyses d'eaux souterraines sont transmis à l'inspection des installations classées dans le mois qui suit l'obtention des résultats.

Le rapport précise, a minima, les points suivants :

- le responsable (Orfèverie CHRISTOFLE, laboratoire ou autre), la date et la méthode de prélèvement (notamment la durée de pompage avant la prise d'échantillon) ;
- le mode de conditionnement, de conservation et de transport des échantillons ;
- la raison sociale, l'adresse et les accréditations et/ou agréments du laboratoire pour ce type d'analyses ;
- la date de réception des échantillons par le laboratoire ;
- s'il y a lieu, la date et la méthode de préparation des échantillons avant analyse ;
- la date et la norme des analyses ;
- l'analyse et l'interprétation de l'évolution des paramètres vis-à-vis de l'historique,
- les propositions d'actions correctives appropriées lorsque les résultats font présager des risques ou inconvénients pour l'environnement, ou d'écart par rapport au respect des valeurs réglementaires relatives aux émissions de ses installations ou de leurs effets sur l'environnement ;

- les propositions de modifications éventuelles du programme d'autosurveillance, les actions correctives mises en œuvre ou prévues (sur l'outil de production, de traitement des effluents, la maintenance...) et l'efficacité attendue.

Les analyses chimiques sont reprises sous la forme :

1. du tableau ci-dessous :

Paramètres	Concentration	Unité	Commentaires

2. de graphiques (échelles adaptées) reprenant l'historique de la surveillance et montrant ses évolutions.

Les analyses, l'évolution des paramètres vis-à-vis de l'historique, sont obligatoirement commentés avec tous les éléments d'interprétation.

Si une anomalie est constatée, le responsable du site en informe immédiatement l'inspecteur des installations classées et en donne les causes possibles. En cas de détérioration notable de la qualité des eaux souterraines susceptible d'avoir des répercussions sur la santé humaine, l'inspection des installations classées prendra toutes dispositions, par voie d'arrêté préfectoral, pour que la surveillance soit renforcée ; ces dispositions se traduiront en particulier par un raccourcissement du délai entre deux prélèvements.

Les rapports de synthèse sont tenus à la disposition permanente de l'inspection des installations classées pendant une durée de 10 ans.

5. Recherche de substances dangereuses dans l'eau

5.1. 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 5 du présent arrêté préfectoral.

Pour l'analyse des substances visées en annexe 1 du présent arrêté préfectoral, l'exploitant doit faire appel à un laboratoire d'analyse accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la matrice « Eaux Résiduelles », et ce pour chaque substance à analyser.

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 vérifier que ce prestataire remplit bien les dispositions de l'annexe 5 du présent arrêté préfectoral :

1. justificatifs d'accréditation sur les opérations de prélèvements et d'analyse de substances dans la matrice « eaux résiduelles » 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 (annexe 2 du présent arrêté préfectoral à compléter et à transmettre à l'inspection des installations classées) précisant les limites de quantification pour l'analyse des substances. Ces limites de quantification doivent être inférieures ou égales à celles indiquées à l'annexe 1 du présent arrêté préfectoral ;
4. attestation du prestataire (annexe 3 du présent arrêté préfectoral à compléter et à transmettre à l'inspection des installations classées) s'engageant à respecter les prescriptions figurant à l'annexe 5 du présent arrêté préfectoral.

L'exploitant transmet, au plus tard un mois avant la réalisation de la première mesure de la surveillance pérenne, un courrier à l'inspection des installations classées l'informant de l'organisme qu'il aura choisi pour procéder aux prélèvements et aux analyses du programme de surveillance imposé par le présent arrêté.

L'exploitant peut réaliser lui-même le prélèvement des échantillons, dans la mesure où il est capable de justifier du respect de la fiabilité et de la reproductibilité de ses pratiques de prélèvement et de mesure de débit. Les procédures établies dans ce cadre sont transmises pour accord préalable à l'inspection des installations classées avant le début des opérations de prélèvement et de mesures prévues à l'article 3 (« Mise en œuvre de la surveillance pérenne ») du présent arrêté préfectoral. Ces procédures doivent intégrer les points détaillés aux paragraphes 3.2 à 3.6 du document figurant en annexe 5 du présent arrêté préfectoral et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

5.2. Mise en œuvre de la surveillance pérenne

L'exploitant met en œuvre dans un délai de 3 mois à compter de la notification du présent arrêté, le programme de surveillance pérenne au point de rejet des effluents industriels de l'établissement dans les conditions suivantes :

- les substances à rechercher au cours des mesures sont définies à l'**annexe 1** du présent arrêté préfectoral. Celles-ci englobent les substances retenues après l'analyse de la surveillance initiale ;
- la périodicité à respecter est de 1 mesure par trimestre ;
- Les prélèvements devront être effectués sur une durée de 24 h représentatives du fonctionnement de l'installation selon les modalités de l'arrêté ministériel du 27/10/2011 relatif aux 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.

5.3. Modalités d'abandon de la surveillance pérenne

Une substance n'ayant pas été prélevée ou analysée conformément aux conditions fixées par l'annexe 5 du présent arrêté préfectoral et dont la mesure a été qualifiée d'« incorrecte-réductible » par l'administration, ne peut être abandonnée.

Le programme de surveillance pérenne des substances visées à l'annexe 1 du présent arrêté préfectoral et définit à l'article 3 « Mise en œuvre de la surveillance pérenne » du présent arrêté peut être révisé à la demande de l'exploitant si les conditions suivantes sont vérifiées :

- **Condition 1** : La concentration moyenne d'une substance, obtenue en effectuant la moyenne arithmétique pondérée par les débits des mesures effectuées **sur 10 mesures**, est strictement inférieure à la limite de quantification LQ définie à l'annexe 1 du présent arrêté préfectoral pour cette substance ;
- **Condition 2** : Le flux moyen journalier d'une substance, correspondant à la moyenne arithmétique des flux journaliers calculés **sur 10 mesures**, est strictement inférieur à la valeur figurant dans la colonne A du tableau de l'**annexe 1** du présent arrêté préfectoral pour cette substance.

Dans le cas où il a été clairement démontré qu'une partie du flux de la substance provenait d'une contamination des eaux amont alors c'est le flux journalier net (flux journalier net = flux moyen journalier moins le flux importé par les eaux amont) qui devra être strictement inférieur à la valeur figurant dans la colonne A du tableau de l'**annexe 1** du présent arrêté préfectoral. Cet argument n'est cependant valable uniquement si le milieu prélevé est strictement le même que le milieu récepteur (cette disposition **n'est pas valable** pour une eau prélevée en nappe et rejetée en rivière par exemple).

- **Condition 3** : La substance rejetée n'est pas à l'origine d'un impact local. Les arguments permettant de conclure à un impact local du rejet sont les suivants :
 - les concentrations mesurées pour la substance sont supérieures à 10*NQE (NQE étant la Norme de Qualité Environnementale réglementaire fixées par l'arrêté ministériel du 25 janvier 2010 modifié) ;
 - le flux journalier moyen émis est supérieur à 10 % du flux journalier théorique admissible par le milieu récepteur ; (le flux journalier admissible étant calculé à partir du produit du débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale sèche QMNA₅ et de la NQE) ;
 - la contamination du milieu récepteur par la substance rejetée a été clairement identifiée et avérée (substance déclassant la masse d'eau ou substance affichée comme paramètre responsable de non atteinte du bon état des eaux dans les documents de planification et de gestion des eaux (SDAGE), schéma d'aménagement et de gestion des eaux (SAGE) ou plan d'action opérationnel territorialisé (PAOT) ou concentration de la substance dans le milieu très proche de la NQE, voire dépassant la NQE).

Afin de justifier de l'abandon de la surveillance, l'exploitant doit fournir un rapport de synthèse de la surveillance réalisée devant comprendre à minima :

- un tableau récapitulatif des mesures sous une forme synthétique selon le modèle de l'**annexe 4** du présent arrêté préfectoral. Ce tableau comprend, pour chaque substance, sa concentration et son flux journalier (flux journalier = concentration mesurée x débit journalier mesuré), pour chacune des mesures réalisées.

Le tableau comprend également pour les 10 échantillons :

- les concentrations (minimale, maximale et moyenne) mesurées avec la concentration moyenne égale à la moyenne arithmétique pondérée par les débits des mesures effectuées. La prise en compte des incertitudes sur l'ensemble des mesures devra apparaître dans le tableau.

De plus, si une concentration, mesurée au cours d'une des 10 analyses, est inférieure à la limite de quantification de travail du laboratoire, la valeur à prendre en compte dans le calcul de la moyenne devra être **égale à la moitié de la limite de quantification indiquée par le laboratoire**. Cette limite de quantification (LQ laboratoire) ne pouvant pas par ailleurs être supérieure à la limite de quantification indiquée à l'**annexe 1** du présent arrêté préfectoral ;

- les débits (minimal, maximal et moyen) mesurés avec l'étendue de l'incertitude sur l'ensemble des mesures ;
 - les flux journaliers (minimal, maximal et moyen) avec la valeur de l'incertitude, calculés à partir des 10 campagnes de mesures. Le flux journalier moyen étant égal à la moyenne arithmétique des flux journaliers calculés pour chaque mesure ;
 - les limites de quantification pour chaque mesure ;
- l'ensemble des rapports d'analyses réalisées en application du présent arrêté (avec la mention des incertitudes). Doivent en particulier apparaître dans ce rapport les dates de prélèvement et les dates de réception des échantillons au laboratoire. Ces données devront être conformes au regard des prescriptions techniques mentionnées à l'annexe 5 du présent arrêté préfectoral ;
 - des éléments permettant de justifier de la représentativité des mesures par rapport aux conditions de fonctionnement habituelles de l'installation (production, pas de maintenance exceptionnelle, débit du rejet comparé au débit de l'autosurveillance, etc.) ;
 - les coordonnées géographiques en Lambert II étendu du ou des différents points de rejets de l'établissement ou à défaut un plan de localisation précis du ou des points de rejets ;
 - l'ensemble des éléments permettant d'attester de la traçabilité de ces opérations de prélèvement et de mesure de débit et permettant de vérifier le respect des dispositions de l'article 2 du présent arrêté (transmettre les annexes 2 et 3 du présent arrêté préfectoral dûment complétées) ;
 - 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 ;
 - le cas échéant, les résultats de mesures de la qualité des eaux d'alimentation en précisant leur origine et leur utilisation.

5.4. Remontée des informations sur l'état d'avancement de la surveillance des rejets

5.4.1. Déclaration des données relatives à la surveillance des rejets aqueux

Les résultats des mesures du mois M réalisées au titre de la surveillance pérenne des substances dangereuses dans les rejets et en application de l'article 3 du présent arrêté devront être saisis et transmis **au plus tard** avant la fin du mois M+1 à l'inspection des installations classées sur le site de télédéclaration du ministère en charge de l'environnement prévu à cet effet (gestion informatisée des données d'autosurveillance fréquente - GIDAF) suivant les modalités définies en accord avec l'inspection des installations classées.

5.4.2. Déclaration annuelle des émissions polluantes

Les substances faisant l'objet de la surveillance pérenne visées 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 modifié relatif au registre et à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets **quel que soit le flux annuel rejeté**. 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 qui devra être préalablement validée par les services de l'inspection.

5.5. Utilisation d'herbicides

Il est interdit d'utiliser des herbicides à base hexachlorure, d'atrazine, diuron, d'isoproturon, de simazine ou de trifluraline pour traiter les espaces verts.

5.6. Émissions de chloroalcanes C10 – C13

L'exploitant n'utilise pas de chloroalcanes C10 – C13.

L'exploitant est dans l'obligation d'informer l'inspection des installations classées de toute modification de cet état de fait. Il devra alors, sous réserve d'être autorisé, réaliser une déclaration annuelle des émissions polluantes correspondantes (par le biais d'un bilan matière notamment).

6. Valeurs limites de rejet en AOX

Les valeurs limites imposés pour le paramètre AOX figurant au point 3.2.6.3.2.4.2. des prescriptions annexées à l'arrêté préfectoral du 27/11/2001 sont abrogées et remplacées par :

Paramètre	Concentration maximale (mg/L)	Flux maximal journalier (kg/j)
AOX	0,2	0,006

Annexe 1 : liste des substances dangereuses faisant l'objet de la surveillance pérenne

Substance	Code SANDRE	Catégorie de Substance : - 1 : dangereuses prioritaires - 2 : prioritaires - 3 : pertinentes liste 1 - 4 : pertinentes liste 2 - 5 : autres substances mesurées dans le cadre de l'opération RSDE depuis 2009	Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : [Q] en µg/L (source : annexe 5.2 de la circulaire du 05/01/2009)	Colonne A Flux journalier d'émission en g/jour (source : annexe 2 de la circulaire du 27/04/2011)	Colonne B Flux journalier d'émission en g/jour (source : annexe 2 de la circulaire du 27/04/2011)	Valeurs limites admissibles vis-à-vis du milieu (eaux douces de surfaces) 10*NQE-MA ou 10*NQEP en µg/L
Nonylphénols	1957	1	0,1	2	10	3
Chloroforme	1135	2	1	20	100	25
Cuivre et ses composés	1392	4	5	200	500	14

Vu pour être annexé à mon arrêté
en date du : ... 5 OCT 2015 ...
ROUEN, le : ... 5 OCT 2015 ...

LE PRÉFET

Pour le Préfet et par délégation,
Le Secrétaire Général

Eric MAIRE

**Annexe 2 - Tableau des performances et assurance qualité et attestation
du prestataire à renseigner par le laboratoire et à restituer à l'exploitant**
(Annexe 5.5 de la circulaire du 5 janvier 2009)

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée (!) oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
Alkylphénols				
COHV	Chloroforme	1135		
Métaux	Cuivre et ses composés	1392		
Paramètres de suivi	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841		
	Matières en Suspension	1305		

Vu pour être annexé à mon arrêté
en date du : .. 5 OCT. 2015 ..

ROUEN, le : - 5 OCT. 2015

LE PRÉFET,

Pour le Préfet et par déléation,
Le Secrétaire Général

Eric MAIRE

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, diphényl'étherbromés, alkylphénols et hexachloropentadiène ».

ANNEXE n° 3 : Attestation du prestataire

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^a
- ❖ reconnais les accepter et les appliquer sans réserve.

A :

Le :

Pour le soumissionnaire^a, nom et prénom de la personne habilitée à signer le marché :

Signature :

Cachet de la société :

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

^a 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.

Vu pour être annexé à mon arrêté
en date du : - 5 OCT. 2015 -

ROUEN, le : - 5 OCT. 2015

LE PRÉFET,
Pour le Préfet et par délégation,
Le Secrétaire Général

Eric MAIRE

ANNEXE 4 – RESTITUTION DES DONNEES

4.2- CONTENU DES 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 Prélèvement	Imposé	Code SANDRE du prestataire de prélèvement Code exploitant
Identification de l'échantillon	Texte	Champ libre permettant d'identifier l'échantillon. Référence donnée par le laboratoire
Type de prélèvement	Liste déroulante	- Asservi au débit - Proportionnel au temps - Prélèvement ponctuel
Période de prélèvement date début	Date	Date de début Format JJ/MM/AAAA
Durée de prélèvement	Nombre	Durée en Nombre d'heures
Référentiel de prélèvement	Texte	Champ destiné à recevoir la référence à la norme de prélèvement
date dernier contrôle métrologique du débitmètre	Date	Renseigne la date du dernier contrôle métrologique valide du débitmètre
Nombre d'échantillon	Nombre entier	Nombre de prélèvements pour constituer l'échantillon moyen (valeur par défaut 1)
Blanc Système prélèvement		Oui, Non
Blanc Atmosphère		Oui, Non
Date de prise en charge par le laboratoire	Date	Date d'arrivée au laboratoire Format JJ/MM/AAAA
Identification Laboratoire Principal Analyse		Code SANDRE Laboratoire
Température de l'enceinte (arrivée au laboratoire)	Nombre décimal 1 chiffre significatif	Température (unité °C)

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

POUR CHAQUE PARAMETRE ET POUR CHAQUE FRACTION ANALYSEE : INFORMATIONS DEMANDEES			
	Incertitude avec facteur d'élargissement (k=2)	Libre (numérique)	Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15
Résultat	valeur	Libre (numérique)	Si résultat < limite de détection ou résultat < LQ : saisir dans résultat la valeur LD ou LQ et renseigner le Champ code remarque de l'analyse
	unité	Imposé	eau brute : µg/l ; phase aqueuse : µg/l , MES (phase particulaire) : µg/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 ≥ limite de quantification Code 10 : Résultat < limite de quantification
Confirmation du résultat		Imposé	Code 0 : non confirmé (analyse unique) code 1 : confirmé (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.

Vu pour être annexé à mon arrêté
en date du : ... 5 OCT. 2015 ...
ROUEN, le : 5 OCT. 2015

Société Orfèvrerie CHRISTOFLE	LE PRÉFET, Pour le Préfet et par déléguation, Le Secrétaire Général	Annexe n° 5	Page 1 sur 5
----------------------------------	---	-------------	--------------

ANNEXE 5 : PRÉSCRIPTIONS TECHNIQUES APPLICABLES AUX OPÉRATIONS DE PRÉLÈVEMENTS ET D'ANALYSES

1. INTRODUCTION

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

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

2. PRÉSCRIPTIONS GÉNÉRALES

Le laboratoire d'analyse choisi devra impérativement remplir les deux conditions suivantes :

- être accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la matrice " **Eaux Résiduelles**", 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'article 2 du présent arrêté avant le début des opérations de prélèvement et de mesures afin de justifier qu'il remplit bien les dispositions de la présente annexe ;
- respecter les limites de quantification listées à l'annexe 1 du présent arrêté 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 1er alinéa du paragraphe 2 « Prescriptions générales » ci-dessus (fourniture des mêmes attestations).

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

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

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

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

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

3. OPÉRATIONS DE PRÉLÈVEMENT

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

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

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

3.1. Opérateurs du prélèvement

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

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

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

3.2 Conditions générales du prélèvement

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

En cas d'intervention de l'exploitant ou d'un sous-traitant pour le prélèvement, le nombre, le volume unitaire, le flaconnage, la préservation éventuelle et l'identification des échantillons sont 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 sont 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⁽²⁾. Les échantillons acheminés au laboratoire dans un flaconnage d'une autre provenance devront être refusés par le laboratoire.

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

3.3 Mesure de débit en continu

La mesure de débit s'effectuera en continu sur une période horaire de 24 heures, suivant les normes en vigueur figurant dans le FD T 90-523-2 et les prescriptions techniques des constructeurs des systèmes de mesure.

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

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

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

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

3.4 Prélèvement continu sur 24 heures à température contrôlée

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

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

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

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

Dans le cas où il s'avérerait impossible d'effectuer un prélèvement proportionnel au débit de l'effluent, le préleveur pratiquera un prélèvement asservi au temps, ou des prélèvements ponctuels si la nature des rejets le justifie (par exemple rejets homogènes en batchs). Dans ce cas, le débit et son évolution sont 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 sont à réaliser (voir blanc de système de prélèvement).

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

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

3.5 Échantillon

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

Le conditionnement des échantillons devra être réalisé dans des contenants conformes aux méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux substances à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-31.

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 prélèvement

3.6.1. 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 sont 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.

3.6.2. Blanc d'atmosphère

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

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

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

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

4. ANALYSES

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

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

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

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

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

Dans le cas des **alkylphénols**, il est demandé de rechercher **simultanément** les nonylphénols, les octylphénols ainsi que les deux premiers homologues d'éthoxylates⁽³⁾ de nonylphénols (NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates⁽³⁾ 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⁽⁴⁾.

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) sont analysés systématiquement dans chaque effluent selon les normes en vigueur (cf. notes ⁽⁵⁾, ⁽⁶⁾, ⁽⁷⁾ et ⁽⁸⁾) 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.** de la circulaire du 5 janvier 2009 et sont également reprises à l'**annexe 1** du présent arrêté préfectoral. Elles sont issues de l'exploitation des limites de quantification transmises par les prestataires d'analyses dans le cadre de l'action RSDE depuis 2005.

4.1. 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 1 du présent arrêté préfectoral (à l'exception de la DCO, du COT et des MES), il est demandé :

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

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

3 : Les éthoxylates de nonylphénols et d'octylphénols constituent à terme une source indirecte de nonylphénols et d'octylphénols dans l'environnement.

4 : 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.

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

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

7 : NF EN 1484 – Analyse des eaux : Lignes directrices pour le dosage du Carbone Organique Total et du Carbone Organique Dissous

8 : NF T 90-105-2 : Qualité de l'eau : Dosage des matières en suspension Méthode par centrifugation