



PREFET DU PUY DE DÔME

DIRECTION RÉGIONALE DE L'ENVIRONNEMENT,  
DE L'AMÉNAGEMENT ET DU LOGEMENT



**Arrêté préfectoral complémentaire**  
**Société AUBERT & DUVAL à Issoire**  
**Rejets de substances dangereuses dans le milieu aquatique**  
**Seconde phase : surveillance pérenne**

*Le Préfet de la région Auvergne*  
*Le Préfet du Puy de Dôme*  
*Chevalier de la Légion d'Honneur*  
*Chevalier national de l'ordre du Mérite*

- VU la directive 2008/105/EC du 16 décembre 2008 établissant des normes de qualité environnementale dans le domaine de l'eau ;
- VU la directive 2006/11/CE concernant la pollution causée par certaines substances dangereuses déversées dans le milieu aquatique de la Communauté ;
- VU la directive 2000/60/CE du 23 octobre 2000 établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau (DCE) ;
- VU le code de l'environnement et notamment son titre 1er des parties réglementaires et législatives du Livre V ;
- VU la nomenclature des installations classées codifiée à l'annexe de l'article 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 l'arrêté ministériel du 2 février 1998 modifié relatif aux prélèvements et à la consommation d'eau ainsi qu'aux émissions de toute nature des installations classées pour la protection de l'environnement soumises à autorisation ;
- VU l'arrêté ministériel du 20 avril 2005 modifié pris en application du décret du 20 avril 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- VU l'arrêté ministériel du 30 juin 2005 modifié relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- VU l'arrêté ministériel du 31 janvier 2008 relatif à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets ;
- VU l'arrêté ministériel du 25 janvier 2010 modifié relatif aux méthodes et critères d'évaluation de l'état écologique, de l'état chimique et du potentiel écologique des eaux de surface pris en application des articles R.212-10, R.212-11 et R.212-18 du code de l'environnement ;
- VU l'arrêté 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 du 26 juillet 2010 approuvant le schéma national des données sur l'eau ;
- 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 n° 07/01185 du 16 mars 2007 autorisant la société AUBERT & DUVAL à poursuivre l'exploitation d'une unité de forgeage et matriçage de pièces en aluminium et alliages d'aluminium sur le territoire de la commune d'Issoire;
- VU l'arrêté préfectoral complémentaire n°08/02815 du 2 août 2008 portant actualisation et complétant les prescriptions applicables à la société AUBERT & DUVAL Issoire, spécialisée dans le forgeage et le matriçage de pièces en aluminium et en alliages d'aluminium;
- VU l'arrêté préfectoral complémentaire n°09/02695 du 4 novembre 2009 prescrivant la surveillance initiale de recherche de substances dangereuses dans le milieu aquatique pour l'établissement AUBERT & DUVAL à Issoire;
- VU les conclusions du rapport de synthèse de la surveillance initiale, remis par IPL – IRH Ingénieur Conseil, en date du 4 janvier 2012 à l'exploitant AUBERT & DUVAL à Issoire;
- VU le rapport de l'inspection des installations classées en date du 14 février 2013;
- VU l'avis du Conseil Départemental des Risques Sanitaires et Technologiques du 15 mars 2013,

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

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

Considérant que les méthodes de prélèvements mis en place lors de la surveillance initiale ne permettent pas d'analyser, avec les critères de la circulaire du 5 janvier 2009, les résultats de cette surveillance initiale, il convient de mettre en place la surveillance pérenne sur l'ensemble des substances détectées.

Considérant la nécessité d'évaluer qualitativement et quantitativement par une surveillance périodique les rejets de substances dangereuses dans l'eau issus du fonctionnement de l'établissement qui ont été détectés lors de la surveillance initiale afin de proposer le cas échéant des mesures de réduction ou de suppression adaptées ;

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

Considérant que l'établissement AUBERT & DUVAL à ISSOIRE rejette dans la masse d'eau du code sandre FR GR 0142 b via le ruisseau la Boulade;

Sur proposition du Secrétaire Général de la Préfecture,

## **ARRETE**

### **Article 1 : Objet**

La société AUBERT & DUVAL, dont le siège social est situé Tour Maine Montparnasse, 33 avenue du Maine, 75755 PARIS Cedex 15, doit respecter, pour son établissement ZI du PIAT - 63500 - Issoire, les prescriptions figurant aux articles 2 et suivant du présent arrêté qui visent à fixer les modalités de surveillance et de réduction de ses émissions de substances dangereuses dans l'eau 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**

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

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

Dans le cas où l'exploitant souhaite réaliser lui-même le prélèvement des échantillons, celui-ci doit fournir à l'inspection avant le début des opérations de prélèvement et de mesures prévues à l'article 3 du présent arrêté, les procédures qu'il aura établies démontrant la fiabilité et la reproductibilité de ses

pratiques de prélèvement et de mesure de débit. Ces procédures doivent intégrer les points détaillés aux paragraphes 3.2 à 3.6 du document figurant en annexe 1 du présent arrêté préfectoral et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

Les mesures de surveillance des rejets aqueux imposées à l'industriel par l'arrêté préfectoral du 16 mars 2007 susvisé à son chapitre 9.2 sur des substances mentionnées à l'article 3 du présent arrêté peuvent se substituer à certaines mesures mentionnées à l'article 3, sous réserve que la fréquence de mesures imposée à l'article 3 soit respectée et que les modalités de prélèvement et d'analyses pour les mesures de surveillance réalisées en application de l'arrêté préfectoral du 16 mars 2007 répondent aux exigences de l'annexe 1 du présent arrêté préfectoral complémentaire, notamment sur les limites de quantification.

### Article 3 : Mise en œuvre de la surveillance pérenne

L'exploitant met en œuvre sous 3 mois à compter de la notification du présent arrêté, le programme de surveillance au point de rejet R1 (effluents industriels en sortie de la station de traitement des effluents liquides) et au point R2 (sortie des eaux de presse), dans les conditions suivantes :

Nom du rejet	Substance	Limite de quantification à atteindre par les laboratoires en µg/l (annexe 5.2 de la circulaire du 5 janvier 2009)	Durée de chaque prélèvement	Périodicité
<b>Eaux industrielles</b> (en sortie de la station de traitement des effluents R1 et en sortie du séparateur des eaux de presse R2)	<i>Nonylphénols</i>	0,1	24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation (la durée peut être adaptée sur justification de l'exploitant selon son activité)	Trimestrielle
	<i>4 - nonylphénol - éthoxylate</i>	0,1		
	<i>4 - nonylphénol - diéthoxylate</i>	0,1		
	<i>Monobutylénaire cation</i>	0,02		
	<i>Plomb et ses composés</i>	5		
	<i>Nickel et ses composés</i>	10		
	<i>Arsenic et ses composés</i>	5		
	<i>Zinc et ses composés</i>	10		
	<i>Cuivre et ses composés</i>	5		
	<i>Chrome et ses composés</i>	5		
	<i>DCO</i>			
<i>MES</i>				

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

#### ➤ 4.1 Déclaration des données relatives à la surveillance des rejets aqueux

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

#### ➤ 4.2 Déclaration annuelle des émissions polluantes

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

## **Article 5 : Affichage et publicité**

Une copie du présent arrêté sera déposée à la mairie d'ISSOIRE pour y être consultée par toute personne intéressée.

Un extrait de l'arrêté énumérant notamment les prescriptions auxquelles l'installation est soumise, sera affiché en mairie pendant une durée minimale d'un mois. Le procès verbal de l'accomplissement de ces formalités sera établi par le maire.

Le même extrait sera affiché en permanence et de façon visible dans l'établissement par les soins du bénéficiaire de l'autorisation.

Un avis sera inséré par les soins de monsieur le préfet du Puy de Dôme et aux frais de l'exploitant dans deux journaux locaux ou régionaux diffusés dans le département concerné par l'exploitation.

Une copie du présent arrêté est notifiée à l'exploitant. Ce document doit, en permanence, être en sa possession et pouvoir être présenté à toute réquisition.

L'extrait de cet arrêté est affiché en permanence, de façon visible, dans l'établissement, par l'exploitant.

## **Article 9 : Délais et voies de recours**

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

Il ne peut être déféré qu'au tribunal administratif de Clermont-Ferrand:

- par l'exploitant, dans un délai de deux mois qui commence à courir du jour où lesdits actes leur ont été notifiés ;
- par les tiers, personnes physiques ou morales, les communes intéressées ou leurs groupements, en raison des inconvénients ou des dangers que le fonctionnement de l'installation présente pour les intérêts visés aux articles L. 211-1 et L. 511-1 du code de l'environnement, dans un délai d'un an à compter de la publication ou de l'affichage du présent arrêté.

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 6 : Exécution**

Monsieur le secrétaire général de la préfecture du Puy de Dôme, monsieur le maire d'ISSOIRE, monsieur le directeur régional de l'environnement de l'aménagement et du logement Auvergne, monsieur l'inspecteur des installations classées, sont chargés, chacun en ce qui les concerne, de l'exécution du présent arrêté, qui sera adressé également, pour information à :

- Monsieur le directeur départemental des territoires à CLERMONT FERRAND,
- Monsieur le directeur de la délégation territoriale de l'Agence Régionale de Santé du Puy-de-Dôme.

Fait à Clermont Ferrand, le **26 AVR. 2013**

Pour le Préfet et par délégation,  
Le Secrétaire Général

  
Jean-Bernard BOBIN

## ANNEXE 1 :

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

#### 1 INTRODUCTION

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

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

#### 2 PRESCRIPTIONS GÉNÉRALES

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'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'article 3 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 paragraphe 2 ci-dessus.

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

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

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

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

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

#### 3 OPÉRATIONS DE PRÉLÈVEMENT

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

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

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

### 3.1 OPÉRATEURS DU PRELEVEMENT

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

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

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

### 3.2 CONDITIONS GÉNÉRALES DU PRELEVEMENT

- Le volume prélevé devra être représentatif des flux de l'établissement et conforme avec les quantités nécessaires pour réaliser les **analyses sous accréditation**.
- En cas d'intervention de l'exploitant ou d'un sous-traitant pour le prélèvement, le nombre, le volume unitaire, le flaconnage, la préservation éventuelle et l'identification des échantillons seront obligatoirement définis par le prestataire d'analyse et communiqués au préleveur. **Le laboratoire d'analyse fournira les flaconnages** (prévoir des flacons supplémentaires pour les blancs du système de prélèvement).
- Les échantillons seront répartis dans les différents flacons fournis par le laboratoire selon les prescriptions des méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux substances à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3<sup>1</sup>. Les échantillons acheminés au laboratoire dans un flaconnage d'une autre provenance devront être refusés par le laboratoire.
- Le prélèvement doit être adressé afin d'être réceptionné par le laboratoire d'analyse au plus tard 24 heures après la fin du prélèvement, sous peine de refus par le laboratoire.

### 3.3 MESURE DE DÉBIT EN CONTINU

- ↳ La mesure de débit s'effectuera en continu sur une période horaire de 24 heures, suivant les normes en vigueur figurant dans le FDT-90-523-2 et les prescriptions techniques des constructeurs des systèmes de mesure.
- ↳ Afin de s'assurer de la qualité de fonctionnement de ces systèmes de mesure, des contrôles métrologiques périodiques devront être effectués par des organismes accrédités, se traduisant par :
  - Pour les systèmes en écoulement à surface libre :
    - un contrôle de la conformité de l'organe de mesure (seuil, canal jaugeur, venturi, déversoir,..) vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs,
    - un contrôle de fonctionnement du débitmètre en place par une mesure comparative réalisée à l'aide d'un autre débitmètre.
  - Pour les systèmes en écoulement en charge :

---

<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.

- un contrôle de la conformité de l'installation vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs,
  - un contrôle de fonctionnement du débitmètre par mesure comparative exercée sur site (autre débitmètre, jaugeage, ...) ou par une vérification effectuée sur un banc de mesure au sein d'un laboratoire accrédité.
- ↳ Le contrôle métrologique aura lieu avant le démarrage de la première campagne de mesures, ou à l'occasion de la première mesure, avant d'être renouvelé à un rythme annuel.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

### 3.5 ECHANTILLON

- ↳ La représentativité de l'échantillon est difficile à obtenir dans le cas du fractionnement de certaines eaux résiduaires en raison de leur forte hétérogénéité, de leur forte teneur en MES ou en matières flottantes. Un système d'homogénéisation pourra être utilisé dans ces cas. Il ne devra pas modifier l'échantillon.
- ↳ Le conditionnement des échantillons devra être réalisé dans des contenants conformes aux méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux substances à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3<sup>1</sup>.
- ↳ Le **transport** des échantillons vers le laboratoire devra être effectué dans une **enceinte** maintenue à une **température égale à 5°C ± 3°C**, et être **accompli** dans les **24 heures** qui suivent la fin du prélèvement, afin de garantir l'intégrité des échantillons.
- ↳ La température de l'enceinte ou des échantillons sera contrôlée à l'arrivée au laboratoire et indiquée dans le rapportage relatif aux analyses.

### 3.6 BLANCS DE PRÉLÈVEMENT

#### Blanc du système de prélèvement :

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

- ↳ Si un blanc du système de prélèvement est réalisé, il est recommandé de suivre les prescriptions suivantes :
  - il devra être fait obligatoirement sur une durée de 3 heures minimum. Il pourra être réalisé en laboratoire en faisant circuler de l'eau exempte de micropolluants dans le système de prélèvement.
- ↳ Les critères d'acceptation et de prise en compte du blanc seront les suivants :
  - si valeur du blanc < LQ : ne pas soustraire les résultats du blanc du système de prélèvement des résultats de l'effluent,
  - si valeur du blanc > LQ et inférieure à l'incertitude de mesure attachée au résultat : ne pas soustraire les résultats du blanc du système de prélèvement des résultats de l'effluent,
  - si valeur du blanc > l'incertitude de mesure attachée au résultat : la présence d'une contamination est avérée, le laboratoire devra refaire le prélèvement et l'analyse du rejet considéré.

#### Blanc d'atmosphère

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

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.

- ↪ 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 sélectionnés- Partie 2 : Détermination des alkylphénols, d'éthoxylates d'alkylphénol et bisphénol A – Méthode pour échantillons non filtrés en utilisant l'extraction sur phase solide et chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse après dérivatisation. Disponible auprès de l'AFNOR, commission T 91M et qui sera publiée prioritairement en début 2009.

- ↪ Certains paramètres de suivi habituel de l'établissement, à savoir la **DCO** (Demande Chimique en Oxygène) ou **COT** (Carbone Organique Total) en fonction de l'arrêté préfectoral en vigueur, et les **MES** (Matières en Suspension) seront analysés systématiquement dans chaque effluent selon les normes en vigueur (cf. Notes <sup>4,5,6</sup> et <sup>7</sup>) afin de vérifier la représentativité de l'activité de l'établissement le jour de la mesure.
- ↪ Les performances analytiques à atteindre pour les eaux résiduaires sont indiquées en **ANNEXE 5.2 de la circulaire du 5/01/2009**. Elles sont issues de l'exploitation des limites de quantification transmises par les prestataires d'analyses dans le cadre de l'action RSDE depuis 2005.

### Prise en compte des MES

- ↪ Le laboratoire doit préciser et décrire de façon détaillée les méthodes mises en œuvre en cas de concentration en MES > 50 mg/L.
- ↪ Pour les paramètres visés à l'annexe 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, Chlorobenzène, 1,2 dichlorobenzène, 1,3 dichlorobenzène, 1,4 dichlorobenzène, 1 chloro 2 nitrobenzène, 1 chloro 3 nitrobenzène, 1 chloro 4 nitrobenzène, 2 chlorotoluène, 3 chlorotoluène, 4 chlorotoluène, Nitrobenzène, 2 nitrotoluène, 1,2 dichloroéthane, Chlorure de méthylène, Chloroforme, Tétrachlorure de carbone, chloroprène, 3 chloropropène, 1,1 dichloroéthane, 1,1 dichloroéthylène, 1,2 dichloroéthylène, hexachloroéthane, 1,1,2,2 tétrachloroéthane, Tétrachloroéthylène, 1,1,1 trichloroéthane, 1,1,2 trichloroéthane, Trichloroéthylène, Chlorure de vinyle, 2 chloroaniline, 3 chloroaniline, 4 chloroaniline et 4 chloro 2 nitroaniline.*

- La restitution pour chaque effluent chargé (MES > 250 mg/l) sera la suivante pour l'ensemble des substances de l'**ANNEXE 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 supérieure 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.

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

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

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

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