

PREFET DE L'AIN

COPIE

Préfecture de l'Ain
Direction de la réglementation
et des libertés publiques
Bureau des réglementations
Références : ACM

**Arrêté préfectoral
fixant des prescriptions complémentaires à l'autorisation d'exploiter
de la société EMIN-LEYDIER à OYONNAX**

**Le préfet de l'Ain,
Chevalier de la Légion d'honneur**

- VU la directive 2008/105/CE 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 - Livre V - Titre 1^{er}, et notamment l'article R-512-31;
- VU la nomenclature des installations classées codifiée à l'annexe de l'article R511-9 du code de l'environnement ;
- VU les articles R211-11-1 à R211-11-3 du Titre I 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° 2005-378 du 20 avril 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- VU l'arrêté 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 du 30 juin 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- VU l'arrêté 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 du 31 janvier 2008 relatif à la déclaration annuelle des émissions polluantes ;
- VU l'arrêté du 25 janvier 2010 relatif aux méthodes et critères d'évaluation de l'état des eaux de surface ;
- VU la circulaire DPPR/DE du 4 février 2002 qui organise une action nationale de recherche et de réduction des rejets de substances dangereuses dans l'eau par les installations classées ;
- VU la circulaire DCE 2005/12 du 28 juillet 2005 relative à la définition du « bon état »
- VU la circulaire du 7 mai 2007 définissant les « normes de qualité environnementale provisoires (NQE_p) » et les objectifs nationaux de réduction des émissions de certaines substances ;

VU la circulaire DGPR/SRT du 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 soumises à autorisation;

VU le rapport d'étude de l'INERIS N°DRC-07-82615-13836C du 15 janvier 2008 faisant état de la synthèse des mesures de substances dangereuses dans l'eau réalisées dans certains secteurs industriels ;

VU l'arrêté préfectoral du 11 avril 1991 autorisant la société EMIN LEYDIER à exercer ses activités relevant de la nomenclature des installations classées, 8 cours de Verdun sur le territoire de la commune d'Oyonnax ;

VU le courrier de l'inspection du 8 avril 2010 qui a proposé un projet d'arrêté préfectoral ;

VU le courrier de l'industriel du 19 avril 2010 en réponse ;

VU le rapport de l'inspection des installations classées en date du 27 mai 2010 ;

VU la convocation de Monsieur le directeur des sociétés EMIN-LEYDIER au conseil départemental de l'environnement et des risques sanitaires et technologiques (CODERST), accompagnée des propositions de l'inspecteur des installations classées ;

VU l'avis émis par le conseil départemental de l'environnement et des risques sanitaires et technologiques (CODERST) au cours de sa réunion du 10 juin 2010 ;

VU la notification au demandeur du projet d'arrêté préfectoral par courrier du 18 juin 2010, suite à la réunion du CODERST ;

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

Considérant les objectifs du SDAGE pour lutter contre les pollutions ;

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

Considérant la nécessité d'évaluer qualitativement et quantitativement par une surveillance périodique les rejets de substances dangereuses dans l'eau issus du fonctionnement de l'établissement au titre des installations classées pour la protection de l'environnement afin de proposer le cas échéant des mesures de réduction ou de suppression adaptées;

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

SUR proposition du secrétaire général de la préfecture ;

- ARRETE -

Article 1 : Objet

La société EMIN LEYDIER, dont le siège social est situé 8, cours de Verdun à Oyonnax, doit respecter, pour ses installations situées sur le territoire de la commune d'Oyonnax, au 8, cours de Verdun, les modalités du présent arrêté préfectoral complémentaire, qui vise à fixer les modalités de surveillance des rejets de substances dangereuses dans l'eau afin d'améliorer la connaissance qualitative et quantitative des rejets de ces substances.

En fonction de ces résultats de surveillance, le présent arrêté prévoit pour l'exploitant la fourniture d'études technico-économiques présentant les possibilités d'actions de réduction ou de suppression de certaines substances dangereuses dans l'eau.

Les prescriptions des actes administratifs antérieurs en date du 11 avril 1991 sont complétées par celles du présent arrêté.

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

2.1 Les prélèvements et analyses réalisés en application du présent arrêté doivent respecter les dispositions de **l'annexe 5** du présent arrêté.

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

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

1. Justificatifs d'accréditations sur les opérations de prélèvements et d'analyse de substances dans la matrice « eaux résiduaires » comprenant a minima :

a. Numéro d'accréditation

b. Extrait de l'annexe technique sur les substances concernées

2. Liste de références en matière d'opérations de prélèvements de substances dangereuses dans les rejets industriels ;

3. Tableau des performances et d'assurance qualité précisant les limites de quantification pour l'analyse des substances qui doivent être inférieures ou égales à celles de **l'annexe 2** du présent arrêté.

4. Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions de **l'annexe 5** du présent arrêté, conforme au modèle figurant à **l'annexe 3** du présent arrêté.

2.4 Dans le cas où l'exploitant souhaite réaliser lui-même le prélèvement des échantillons, celui-ci doit fournir à l'inspection avant le début des opérations de prélèvement et de mesures 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 au paragraphe 3 de **l'annexe 5** et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

2.5 Les mesures de surveillance des rejets aqueux imposées à l'industriel par l'arrêté préfectoral du 11 avril 1991 à son article 2.4 sur des substances visées aux articles 3 et 4 du présent arrêté peuvent se substituer à certaines mesures visées aux articles 3 et 4, sous réserve du respect des conditions suivantes :

- la fréquence de mesures imposée respectivement aux articles 3 et 4 est respectée
- les modalités de prélèvement et d'analyses pour les mesures de surveillance réalisées en application de l'arrêté préfectoral du 11 avril 1991 répondent aux exigences de **l'annexe 5**, notamment sur les limites de quantification.

Article 3 : Mise en œuvre de la surveillance initiale

3.1 Première phase d'étude des rejets de substances dangereuses : surveillance initiale

L'exploitant met en œuvre **sous 3 mois** à compter de la notification du présent arrêté préfectoral, le programme de surveillance au point de rejet des effluents industriels de l'établissement dénommé point de rejet n°1 (rejet aval déboureur) dans les conditions suivantes :

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

L'exploitant pourra abandonner la recherche des substances figurant en italique sur la liste figurant à l'annexe 1 du présent arrêté, qui n'auront pas été **détectées après 3 mesures consécutives réalisées dans les conditions techniques décrites dans l'annexe 5.**

3.2 Rapport de synthèse de la surveillance initiale

L'exploitant doit fournir dans un délai de **12 mois** après notification du présent arrêté préfectoral un rapport de synthèse de la surveillance initiale devant comprendre :

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

- l'ensemble des rapports d'analyses réalisées en application du présent arrêté ;
- dans le cas où l'exploitant a réalisé lui-même le prélèvement des échantillons, l'ensemble des éléments permettant d'attester de la traçabilité de ces opérations de prélèvement et de mesure de débit ;
- des commentaires et explications sur les résultats obtenus et leurs éventuelles variations, en évaluant les origines possibles des substances rejetées, notamment au regard des activités industrielles exercées et des produits utilisés ;
- des propositions dûment argumentées, le cas échéant, si l'exploitant souhaite abandonner la surveillance pour certaines substances, en référence aux dispositions de l'article 3.3.
- des propositions dûment argumentées, le cas échéant, si l'exploitant souhaite adopter un rythme de mesures autre que trimestriel pour la poursuite de la surveillance ;
- le cas échéant, les résultats de mesures de qualité des eaux d'alimentation en précisant leur origine (superficielle, souterraine ou adduction d'eau potable).

3.3 Conditions à satisfaire pour abandonner la surveillance d'une substance à l'issue de la surveillance initiale

L'exploitant pourra notamment supprimer la surveillance des substances présentes dans le rejet des eaux industrielles qui répondront à au moins l'une des trois conditions suivantes (la troisième condition n'étant remplie que si les deux critères 3.1 et 3.2 qui la composent sont tous les deux respectés) :

- **1.** Il est clairement établi que ce sont les eaux amont qui sont responsables de la présence de la substance dans les rejets de l'établissement ;
- **2.** Toutes les concentrations mesurées pour la substance sont strictement inférieures à la limite de quantification LQ définie à l'**annexe 5.2** de l'**annexe 5**, et reprise dans le tableau de l'**annexe 1** ;
- **3.**
 - ✓ **3.1** Toutes les concentrations mesurées pour la substance sont inférieures à 10*NQE (norme de qualité environnementale ou, 10*NQEp, norme de qualité environnementale provisoire fixée dans la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007) ;
 - ✓ **ET 3.2** Tous les flux calculés pour la substance sont inférieurs à 10% du flux théorique admissible par le milieu récepteur (le flux admissible étant le produit du débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale sèche QMNA5 et de la NQE ou NQEp conformément aux explications de l'alinéa précédent).

Au jour de publication du présent arrêté, les NQE sont définies par la directive 2008/105/CE et reprises dans l'arrêté ministériel du 25 janvier 2010 et les NQEp sont définies par la circulaire DE/DPPR 2007/23.

La valeur du débit mensuel minimal de référence de fréquence quinquennale (QMNA5) de la masse d'eau FRDR 1414 (rivière l'Ange) dans laquelle a lieu le rejet est de 170 l/s.

ARTICLE 4 : Mise en œuvre de la surveillance pérenne

4.1 Seconde phase d'étude des rejets de substances dangereuses : surveillance pérenne

L'exploitant doit mettre en œuvre **sous 12 mois** à compter de la notification du présent arrêté préfectoral le programme de surveillance pérenne dans les conditions suivantes :

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

Au cours de cette surveillance pérenne, l'inspection des installations classées peut demander par écrit à l'exploitant d'adapter si besoin, en terme de substances ou de périodicité, ce programme de surveillance, au vu du rapport établi en application de l'article 3.2. du présent arrêté et d'éléments complémentaires d'informations connues concernant notamment l'état de la masse d'eau à laquelle le rejet est associé.

D'autres substances pourront également être supprimées sur la base des mêmes critères que ceux définis à l'article 3.3 du présent arrêté et sur demande dûment motivée de l'exploitant.

4.2 Étude technico-économique

L'exploitant fournira au Préfet **sous 18 mois** à compter de la notification du présent arrêté préfectoral une étude technico-économique, accompagnée d'un échéancier de réalisation pouvant s'échelonner jusqu'en 2021 répondant aux objectifs suivants pour l'ensemble des substances figurant dans la surveillance prescrite à l'article 3 du présent arrêté :

1. Pour les substances dangereuses prioritaires figurant aux annexes 9 et 10 de la directive 2000/60/CE : possibilités de réduction à l'échéance 2015 et de suppression à l'échéance 2021 (2028 pour anthracène et endosulfan) ;
2. Pour les substances prioritaires figurant aux annexes 9 et 10 de la directive 2000/60/CE : possibilités de réduction à l'échéance 2015 et éventuellement 2021 ;
3. Pour les substances pertinentes figurant à la liste 2 de l'annexe I de la directive 2006/11/CE du 15/02/06, lorsqu'elles sont émises avec un flux supérieur à 20% du flux admissible dans le milieu : possibilités de réduction à l'échéance 2015 et éventuellement 2021 ;
4. Pour les substances pertinentes figurant à la liste 2 de l'annexe I de la directive 2006/11/CE du 15/02/06, émises avec un flux inférieur à 20% du flux admissible dans le milieu mais pour lesquelles la norme de qualité environnementale n'est pas respectée : possibilités de réduction à l'échéance 2015 et éventuellement 2021.

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

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

Pour chacune des substances pour lesquelles l'exploitant propose des possibilités de réduction ou de suppression, celui-ci devra faire apparaître dans l'étude susvisée l'estimation chiffrée pour chaque substance concernée, du rejet évité par rapport au rejet annuel moyen de l'installation (en valeur absolue en kg/an et en valeur relative en %).

4.3 Rapport de synthèse de la surveillance pérenne

L'exploitant doit fournir dans un délai de **48 mois (4 ans)** après notification du présent arrêté préfectoral, un rapport de synthèse de la surveillance pérenne sur le même modèle que celui prévu à l'issue de la surveillance initiale et défini à l'article 3.2 du présent arrêté.

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

4.4 Actualisation du programme de surveillance pérenne

L'exploitant poursuit **sous 48 mois (4 ans)** le programme de surveillance au(x) point(s) de rejet des effluents industriels de l'établissement dans les conditions suivantes :

- liste des substances dangereuses : substances dangereuses visées dans **l'annexe 1** du présent arrêté, dont la surveillance est retenue sur la base du rapport de synthèse établi en référence aux articles 4.3. et 3.3. du présent arrêté ;

- périodicité : 1 mesure par trimestre ;

- durée de chaque prélèvement : 24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation.

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

Article 5 : Rapportage de l'état d'avancement de la surveillance des rejets

5.1 Déclaration des données relatives à la surveillance des rejets aqueux

Les résultats des mesures du mois N réalisées en application des articles 3.1, 4.1 et 4.4 susvisés sont saisis sur le site de télédéclaration du ministère chargé de l'environnement prévu à cet effet, lorsque celui-ci sera rendu opérationnel pour la région Rhône-Alpes et sont transmis mensuellement à l'inspection des installations classées par voie électronique **avant la fin du mois N+1**.

Si ce site n'est pas accessible au moment de la déclaration, l'exploitant devra déclarer ses résultats sur le site mis en place par l'INERIS à cet effet (<http://rsde.ineris.fr>), à la même fréquence et dans les mêmes conditions.

Si l'exploitant n'utilise pas la transmission électronique via le site de télédéclaration susvisé, il est tenu d'informer l'inspection des installations classées et dans ce cas de lui transmettre mensuellement par écrit **avant le 15 du mois N+1** un rapport de synthèse relatif aux résultats des mesures et analyses du mois N imposées aux articles 3.3 et 4.3.

5.2 Déclaration annuelle des émissions polluantes

Les substances faisant l'objet de la surveillance pérenne décrite à l'article 4 du présent arrêté doivent faire l'objet d'une déclaration annuelle conformément aux dispositions de l'arrêté ministériel du 31 janvier 2008 relatif au registre et à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets. Ces déclarations peuvent être établies à partir des mesures de surveillance prévues à l'article 3 pour les émissions de substances dangereuses dans l'eau ou par toute autre méthode plus précise validée par les services de l'inspection, notamment dans le cas d'émissions dans le sol pour les boues produites par l'installation faisant l'objet d'un plan d'épandage.

Article 6 : Dispositions applicables en cas d'infractions ou d'inobservation du présent arrêté

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

Article 7

Un extrait du présent arrêté, énumérant les prescriptions auxquelles l'installation est soumise sera :

- affiché à la porte principale de la mairie d'OYONNAX pendant une durée d'un mois (l'extrait devant préciser qu'une copie de l'arrêté d'autorisation est mise à la disposition du public aux archives de la mairie).
- affiché, **en permanence**, de façon visible dans l'installation par les soins du bénéficiaire de l'autorisation.

Article 8

En application de l'article L.514-6 du Code de l'environnement susvisé, cette décision peut être déférée au tribunal administratif, seule juridiction compétente :

- par le demandeur ou l'exploitant dans un délai de deux mois à compter de la notification du présent arrêté ;
- par les tiers dans un délai de quatre ans à compter de la publication ou de l'affichage de l'extrait de l'arrêté.

Article 9

Le secrétaire général de la préfecture est chargé de l'exécution du présent arrêté :

- dont copie sera adressée :
 - à Monsieur le directeur de la société EMIN-LEYDIER - Zone industrielle Nord - 8, cours de Verdun - OYONNAX (sous pli recommandé avec A.R.);
 - au sous-préfet de NANTUA,
 - au maire d'OYONNAX, pour être versée aux archives de la mairie pour mise à la disposition du public et pour affichage durant un mois d'un extrait dudit arrêté ;

- à l'inspecteur des installations classées - direction régionale de l'environnement, de l'aménagement et du logement – Unité Territoriale de l'Ain ;
- au directeur départemental des territoires,
- au délégué territorial départemental de l'Agence Régionale de la Santé Rhône-Alpes ;
- au directeur départemental des services d'incendie et de secours ;
- au service interministériel de défense et de protection civile - (préfecture).

Fait à Bourg-en-Bresse, le 2 juillet 2010

Le préfet,
Pour le préfet,
la sous-préfète, directrice de cabinet


Violaine DEMARET

**ANNEXE 1 : LISTE DES SUBSTANCES DANGEREUSES
FAISANT PARTIE DU PROGRAMME DE SURVEILLANCE**

Établissement : EMIN LEYDIER à Oyonnax

Substance	Code SANDR E	Catégorie de Substance	Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : LQ en µg/l <i>(source : annexe 5.2 de la circulaire du 05/01/2009)</i>	Valeurs à prendre en compte au titre de l'art.3.3 point 3.1 de l'AP : 10*NQE-MA ou 10*NQEp en µg/l
Nonylphénols	1957	1	0,1	3
NP1OE	6366	1	0,1	3
NP2OE	6369	1	0,1	3
Octylphénols	1920	2	0,1	1
OP1OE	6370	2	0,1	1
OP2OE	6371	2	0,1	1
Pentachlorophénol	1235	2	0,1	4
<i>Fluoranthène*</i>	1191	2	0,01	1
<i>Naphtalène*</i>	1517	2	0,05	24
<i>Tributylphosphate*</i>	1847	4	0,1	820
<i>Toluène*</i>	1278	4	1	740
<i>Cadmium et ses composés^{1*}</i>	1388	1	2	Classe 1 = □ 0.8 Classe 2 = 0.8 Classe 3 = 0.9 Classe 4 = 1.5 Classe 5 = 2.5
<i>Chrome et ses composés*</i>	1389	4	5	Fonction du bruit de fond
<i>Cuivre et ses composés</i>	1392	4	5	Fonction du bruit de fond
<i>Mercure et ses composés*</i>	1387	1	0,5	0.5
Nickel et ses composés	1386	2	10	200
Plomb et ses composés	1382	2	5	72
Zinc et ses composés	1383	4	10	Fonction du bruit de fond
<i>Tributylétain cation*</i>	2879	1	0,02	0,002
<i>Dibutylétain cation*</i>	1771	4	0,02	
<i>Monobutylétain cation*</i>	2542	4	0,02	

* : L'exploitant pourra abandonner la recherche de cette substance si elle n'a pas été **détectée après 3 mesures consécutives réalisées dans les conditions techniques décrites dans l'annexe 5**

Catégorie de Substance

1	Substances Dangereuses Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE (tableau A de la circulaire du 07/05/07) et de la directive fille de la DCE adoptée le 20 octobre 2008 (anthracène et endosulfan)
2	Substances Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE (tableau A de la circulaire du 07/05/07)
3	Autres substances pertinentes issues de la liste I de la directive 2006/11/CE (anciennement Directive 76/464/CEE) et ne figurant pas à l'annexe X de la DCE (tableau B de la circulaire du 07/05/07)
4	Autres substances pertinentes issues de la liste II de la directive 2006/11/CE (anciennement Directive 76/464/CEE) et autres substances, non SDP ni SP (tableaux D et E de la circulaire du 07/05/07)

¹ Pour le Cadmium et ses composés, les valeurs retenues pour les NQE varient en fonction de la dureté de l'eau telle que définie suivant les cinq classes suivantes : classe 1 : <40 mg CaCO₃/l, classe 2 : 40 à <50 mg CaCO₃/l, classe 3 : 50 à <100 mg CaCO₃/l, classe 4 : 100 à <200 mg CaCO₃/l et classe 5 : ≥200 mg CaCO₃/l.

NOTA : Dans le cas des alkylphénols, il est demandé de rechercher simultanément les nonylphénols, les octylphénols ainsi que les deux premiers homologues d'éthoxylates de nonylphénols (NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates d'octylphénols (OP1OE et OP2OE). **La recherche des éthoxylates peut être effectuée sans surcoût** conjointement à celle des nonylphénols et des octylphénols par l'utilisation du projet de norme ISO/DIS 18857-23. Les éthoxylates de nonylphénols et d'octylphénols constituent à terme une source indirecte de nonylphénols et d'octylphénols dans l'environnement.

**ANNEXE 2 - Tableau des performances et assurance qualité à renseigner
par le laboratoire et à restituer à l'exploitant**

(documents disponibles à l'annexe 5.5 de la circulaire du 5 janvier 2009 et téléchargeables sur le site
<http://rsde.ineris.fr/>)

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)	LQ à atteindre en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)	
Alkylphénols	Nonylphénols	1957			0,1	
	NP10E	<i>demande en cours</i>			0,1*	
	NP20E	<i>demande en cours</i>			0,1*	
	Octylphénols	1920			0,1	
	OP10E	<i>demande en cours</i>			0,1*	
	OP20E	<i>demande en cours</i>			0,1*	
Anilines	2 chloroaniline	1593			0,1	
	3 chloroaniline	1592			0,1	
	4 chloroaniline	1591			0,1	
	4-chloro-2 nitroaniline	1594			0,1	
	3,4 dichloroaniline	1586			0,1	
Autres	<i>Chloroalcanes C₁₀-C₁₃</i>	<i>1955</i>			10	
	Biphényle	1584			0,05	
	Epichlorhydrine	1494			0,5	
	Tributylphosphate	1847			0,1	
	Acide chloroacétique	1465			25	
	Tétrabromodiphényléther BDE 47	2919			La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ dans l'eau de 0,05µg/l pour chaque BDE.	
	Pentabromodiphényléther (BDE 99)	2916				
	Pentabromodiphényléther (BDE 100)	2915				
	Hexabromodiphényléther BDE 154	2911				
	Hexabromodiphényléther BDE 153	2912				
	Heptabromodiphényléther BDE 183	2910				
	Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815				
	BTEX	Benzène	1114			1
		Ethylbenzène	1497			1
Isopropylbenzène		1633			1	
Toluène		1278			1	
Xylènes (Somme o,m,p)		1780			2	
Chloro- benzènes	Hexachlorobenzène	1199			0,01	
	Pentachlorobenzène	1888			0,02	
	1,2,3 trichlorobenzène	1630			1	
	1,2,4 trichlorobenzène	1283			1	
	1,3,5 trichlorobenzène	1629			1	
	Chlorobenzène	1467			1	
	1,2 dichlorobenzène	1165			1	
	1,3 dichlorobenzène	1164			1	
	1,4 dichlorobenzène	1166			1	
	1,2,4,5 tétrachlorobenzène	1631			0,05	
	1-chloro-2-nitrobenzène	1469			0,1	
	1-chloro-3-nitrobenzène	1468			0,1	
	1-chloro-4-nitrobenzène	1470			0,1	
Chlorophéno ls	Pentachlorophénol	1235			0,1	
	4-chloro-3-méthylphénol	1636			0,1	
	2 chlorophénol	1471			0,1	
	3 chlorophénol	1651			0,1	
	4 chlorophénol	1650			0,1	

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)	LQ à atteindre en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
	2,4 dichlorophénol	1486			0,1
	2,4,5 trichlorophénol	1548			0,1
	2,4,6 trichlorophénol	1549			0,1
COHV	Hexachloropentadiène	2612			0,1
	1,2 dichloroéthane	1161			2
	Chlorure de méthylène	1168			5
	Hexachlorobutadiène	1652			0,5
	Chloroforme	1135			1
	Tétrachlorure de carbone	1276			0,5
	Chloroprène	2611			1
	3-chloroprène (chlorure d'allyle)	2065			1
	1,1 dichloroéthane	1160			5
	1,1 dichloroéthylène	1162			2,5
	1,2 dichloroéthylène	1163			5
	Hexachloroéthane	1656			1
	1,1,2,2 tétrachloroéthane	1271			1
	Tétrachloroéthylène	1272			0,5
	1,1,1 trichloroéthane	1284			0,5
	1,1,2 trichloroéthane	1285			1
	Trichloroéthylène	1286			0,5
	Chlorure de vinyle	1753			5
	HAP	Anthracène	1458		
Fluoranthène		1191			0,01
Naphtalène		1517			0,05
Acénaphène		1453			0,01
Benzo (a) Pyrène		1115			0,01
Benzo (k) Fluoranthène		1117			0,01
Benzo (b) Fluoranthène		1116			0,01
Benzo (g,h,i) Pérylène		1118			0,01
Indeno (1,2,3-cd) Pyrène		1204			0,01
Métaux	Cadmium et ses composés	1388			2
	Plomb et ses composés	1382			5
	Mercure et ses composés	1387			0,5
	Nickel et ses composés	1386			10
	Arsenic et ses composés	1369			5
	Zinc et ses composés	1383			10
	Cuivre et ses composés	1392			5
	Chrome et ses composés	1389			5
Organoétains	Tributylétain cation	2879			0,02
	Dibutylétain cation	1771			0,02
	Monobutylétain cation	2542			0,02
	Triphénylétain cation	<i>demande en cours</i>			0,02
	PCB 28	1239			0,01
	PCB 52	1241			0,01
	PCB 101	1242			0,01
	PCB 118	1243			0,01
	PCB 138	1244			0,01
	PCB 153	1245			0,01
PCB 180	1246			0,01	
Pesticides	Trifluraline	1289			0,05
	Alachlore	1101			0,02
	Atrazine	1107			0,03
	Chlorfenvinphos	1464			0,05
	Chlorpyrifos	1083			0,05
	Diuron	1177			0,05
	alpha Endosulfan	1178			0,02

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)	LQ à atteindre en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
	béta Endosulfan	1179			0,02
	alpha Hexachlorocyclohexane	1200			0,02
	gamma isomère Lindane	1203			0,02
	Isoproturon	1208			0,05
	Simazine	1263			0,03
Paramètres de suivi	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841			30000 300
	Matières en Suspension	1305			2000

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

* : Valeur de LQ dérivée de l'annexe D de la norme ISO/DIS 18857-2

ANNEXE 3 - Attestation du Prestataire (ou de l'Exploitant)

Je soussigné(e)

(Nom, qualité)

Coordonnées de l'entreprise :

(Nom, forme juridique, capital social, RCS, siège social et adresse si différente du siège)
.....
.....

❖ reconnais avoir reçu et avoir pris connaissance des prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses pour la mise en œuvre de la deuxième phase de l'action nationale de recherche et de réduction des rejets de substances dangereuses pour le milieu aquatique et des documents auxquels il fait référence.

❖ m'engage à restituer les résultats dans un délai de XXX mois après réalisation de chaque prélèvement²

❖ reconnais les accepter et les appliquer sans réserve.

A :

Le :

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

Signature :

Cachet de la société :

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

² 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.

Annexe 5 :

**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 GENERALES

Dans l'attente d'une prise en compte plus complète de la mesure des substances dangereuses dans les eaux résiduaires par l'arrêté ministériel du 29 novembre 2006 portant modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques au titre du code de l'environnement, le laboratoire d'analyse choisi devra impérativement remplir les deux conditions suivantes :

- Etre accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la matrice « **Eaux Résiduaires** », pour chaque substance à analyser. Afin de justifier de cette accréditation, le laboratoire devra fournir à l'exploitant l'ensemble des documents listés à l'annexe 5.3 avant le début des opérations de prélèvement et de mesures afin de justifier qu'il remplit bien les dispositions de la présente annexe. Les documents de l'annexe 5.3 sont téléchargeables sur le site <http://rsde.ineris.fr>.

- Respecter les limites de quantification listées à l'annexe 2 pour chacune des substances.

Le prestataire ou l'exploitant pourra faire appel à de la sous-traitance ou réaliser lui-même les opérations de prélèvements. Dans tous les cas il devra veiller au respect des prescriptions relatives aux opérations de prélèvements telles que décrites ci-après, en concertation étroite avec le laboratoire réalisant les analyses.

La sous-traitance analytique est autorisée. Toutefois, en cas de sous-traitance, le laboratoire désigné pour ces analyses devra respecter les mêmes critères de compétences que le prestataire c'est à dire remplir les deux conditions visées au paragraphe 2 ci-dessus.

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

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

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

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

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

3 OPERATIONS DE PRELEVEMENT

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

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

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

3.1 Opérateurs du prélèvement

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

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

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

3.2 Conditions générales du prélèvement

- Le volume prélevé devra être représentatif des flux de l'établissement et conforme avec les quantités nécessaires pour réaliser les analyses sous accréditation.
- En cas d'intervention de l'exploitant ou d'un sous-traitant pour le prélèvement, le nombre, le volume unitaire, le flaconnage, la préservation éventuelle et l'identification des échantillons seront obligatoirement

définis par le prestataire d'analyse et communiqués au préleveur. Le laboratoire d'analyse fournira les flacons (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 5667-3³. 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 :
 - x un contrôle de la conformité de l'organe de mesure (seuil, canal jaugeur, venturi, déversoir,...) vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs,
 - x 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 :
 - x un contrôle de la conformité de l'installation vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs,
 - x 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 oeuvre, 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 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.

3.5 Echantillon

- La représentativité de l'échantillon est difficile à obtenir dans le cas du fractionnement de certaines eaux résiduaires en raison de leur forte hétérogénéité, de leur forte teneur en MES ou en matières flottantes. Un système d'homogénéisation pourra être utilisé dans ces cas. Il ne devra pas modifier l'échantillon.
- Le conditionnement des échantillons devra être réalisé dans des contenants conformes aux méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux substances à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-31.
- Le transport des échantillons vers le laboratoire devra être effectué dans une enceinte maintenue à une température égale à $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$, et être accompli dans les 24 heures qui suivent la fin du prélèvement, afin de garantir l'intégrité des échantillons.
- La température de l'enceinte ou des échantillons sera contrôlée à l'arrivée au laboratoire et indiquée dans le rapportage relatif aux analyses.

3.6 Blancs de 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 oeuvre les dispositions permettant de démontrer l'absence de contamination. La transmission des résultats vaut validation et l'exploitant sera donc réputé émetteur de toutes les substances retrouvées dans son rejet, aux teneurs correspondantes. Il lui appartiendra donc de contrôler cette absence de contamination avant transmission des résultats.

• Si un blanc du système de prélèvement est réalisé, il est recommandé de suivre les prescriptions suivantes :

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

Blanc d'atmosphère

- La réalisation d'un blanc d'atmosphère permet au laboratoire d'analyse de s'assurer de la fiabilité des résultats obtenus concernant les composés volatils ou susceptibles d'être dispersés dans l'air et pourra fournir des données explicatives à l'exploitant.
- Le blanc d'atmosphère peut être réalisé à la demande de l'exploitant en cas de suspicion de présence de substances volatiles (BTEX, COV, Chlorobenzène, mercure...) sur le site de prélèvement.
- S'il est réalisé, il doit l'être obligatoirement et systématiquement :
 - le jour du prélèvement des effluents aqueux,
 - sur une durée de 24 heures ou en tout état de cause, sur une durée de prélèvement du blanc d'atmosphère identique à la durée du prélèvement de l'effluent aqueux. La méthodologie retenue est de laisser un flacon d'eau exempte de COV et de métaux exposé à l'air ambiant à l'endroit où est réalisé le prélèvement 24h asservi au débit,
 - Les valeurs du blanc d'atmosphère seront mentionnées dans le rapport d'analyse et en aucun cas soustraites des autres.

4 ANALYSES

- Toutes les procédures analytiques doivent être démarrées si possible dans les 24h et en tout état de cause 48 heures au plus tard après la fin du prélèvement.
- Toutes les analyses doivent rendre compte de la totalité de l'échantillon (effluent brut, MES comprises) en respectant les dispositions relatives au traitement des MES reprises ci-dessous, hormis pour les diphényléthers polybromés.
- Dans le cas des métaux, l'analyse demandée est une détermination de la concentration en métal total contenu dans l'effluent (aucune filtration), obtenue après digestion de l'échantillon selon les normes en vigueur :
 - Norme ISO 15587-1 "Qualité de l'eau Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau Partie 1 : digestion à l'eau régale" ou
 - Norme ISO 15587-2 "Qualité de l'eau Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau Partie 2 : digestion à l'acide nitrique".

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

- Dans le cas des alkylphénols, il est demandé de rechercher simultanément les nonylphénols, les octylphénols ainsi que les deux premiers homologues d'éthoxylates⁴ de nonylphénols (NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates 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 18857-2⁵.
- 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 ⁶, ⁷, ⁸ et ⁹) afin de vérifier la représentativité de l'activité de l'établissement le jour de la mesure.
- Les performances analytiques à atteindre pour les eaux résiduaires sont indiquées en ANNEXE 5.2. Elles sont issues de l'exploitation des limites de quantification transmises par les prestataires d'analyses dans le cadre de l'action RSDE depuis 2005.

⁴ Les éthoxylates de nonylphénols et d'octylphénols constituent à terme une source indirecte de nonylphénols et d'octylphénols dans l'environnement.

⁵ 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.

⁶ NF T 90-101 : Qualité de l'eau : Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO)

⁷ NF EN 872 : Qualité de l'eau : Dosage des matières en suspension Méthode par filtration sur filtre en fibres de verre

⁸ NF EN 1484 - Analyse des eaux : Lignes directrices pour le dosage du Carbone Organique Total et du Carbone Organique Dissous

⁹ NF T 90-105-2 : Qualité de l'eau : Dosage des matières en suspension Méthode par centrifugation

Prise en compte des MES

• Le laboratoire doit préciser et décrire de façon détaillée les méthodes mises en oeuvre en cas de concentration en MES > 50 mg/L.

• Pour les paramètres visés à l'annexe 5.1 (à l'exception de la DCO, du COT et des MES), il est demandé:

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

➤ Si $\text{MES} > 250 \text{ mg/l}$: 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, 1,2dichlorobenzène, 1,3 dichlorobenzène, 1,4 dichlorobenzène, 1 chloro 2 nitrobenzène, 1 chloro 3 nitrobenzène, 1 chloro 4 nitrobenzène, 2 chlorotoluène, 3 chlorotoluène, 4chlorotoluène, Nitrobenzène, 2 nitrotoluène, 1,2 dichloroéthane, Chlorure de méthylène, Chloroforme, Tétrachlorure de carbone, chloroprène, 3 chloropropène, 1,1dichloroéthane, 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 ($\text{MES} > 250 \text{ mg/l}$) sera la suivante pour l'ensemble des substances de l'ANNEXE 5.1 : valeur en $\mu\text{g/l}$ obtenue dans la phase aqueuse, valeur en $\mu\text{g/kg}$ obtenue dans la phase particulaire et valeur totale calculée en $\mu\text{g/l}$.

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

5 TRANSMISSION DES RESULTATS

L'application informatique GIDAF (Gestion Informatisée des Données d'autosurveillance fréquente) permettra à terme la saisie directe des informations demandées par l'annexe 5.2 et leur télétransmission à l'inspection et à l'INERIS, chargé du suivi de la qualité des prestations des laboratoires et du traitement des données issues de cette seconde campagne d'analyse des substances dangereuses. L'extension nationale de cette application informatique actuellement testée par certaines DRIRE est prévue pour le courant de l'année 2009.

Dans l'attente de l'utilisation généralisée de cet outil, c'est par le biais du site <http://rsde.ineris.fr> que l'annexe 4 (qui reprend les éléments demandés dans l'annexe 5.2) doit être transmise à l'INERIS par l'exploitant.

Les résultats d'analyses ainsi que les éléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances décrit à l'annexe 4 devront être adressés mensuellement par l'exploitant à l'inspection par courrier.


6 LISTE DES ANNEXES


Repère	Désignation	Nombre de pages
Annexe 5.1	Substances à surveiller	3
Annexe 5.2	Informations demandées par prélèvement, par paramètre et par fraction analysée restitution au format SANDRE	3


ANNEXE 5.1 : SUBSTANCES A SURVEILLER

Famille	Substances ¹	Code SANDRE ²	n° DCE ³	n° 76/464 ⁴
Alkyphénols				
	Octylphénols	1920	25	
	OP10E	6370		
	OP20E	6371		
Anilines	2 chloroaniline	1593		17
	3 chloroaniline	1592		18
	4 chloroaniline	1591		19
	4-chloro-2 nitroaniline	1594		27
	3,4 dichloroaniline	1586		52
Autres				
	Biphényle	1584		11
	Epichlorhydrine	1494		78
	Tributylphosphate	1847		114
	Acide chloroacétique	1465		16
BDE	Tétrabromodiphényléther BDE 47	2919	5	
	Hexabromodiphényléther BDE 154	2911	5	
	Hexabromodiphényléther BDE 153	2912	5	
	Heptabromodiphényléther BDE 183	2910	5	
	Decabromodiphényléther (BDE 209)	1815	5	
BTEX	Benzène	1114	4	7
	Ethylbenzène	1497		79
	Isopropylbenzène	1633		87
	Toluène	1278		112
	Xylènes (Somme o,m,p)	1780		129
Chlorobenzènes				
	1,2,3 trichlorobenzène	1630	31	117
	1,2,4 trichlorobenzène	1283	31	118
	1,3,5 trichlorobenzène	1629		117
	Chlorobenzène	1467		20
	1,2 dichlorobenzène	1165		53
	1,3 dichlorobenzène	1164		54
	1,4 dichlorobenzène	1166		55
	1,2,4,5 tétrachlorobenzène	1631		109
	1-chloro-2-nitrobenzène	1469		28
	1-chloro-3-nitrobenzène	1468		29
	1-chloro-4-nitrobenzène	1470		30
	Chlorophénols	Pentachlorophénol	1235	27

Famille	Substances ¹	Code SANDRE ²	n°DCE ³	n°76/464 ⁴	
	Triphénylétain cation	6372		125, 126, 127	
<i>PCB</i>	PCB 28	1239		101	
	PCB 52	1241			
	PCB 101	1242			
	PCB 118	1243			
	PCB 138	1244			
	PCB 153	1245			
	PCB 180	1246			
<i>Pesticides</i>	Trifluraline	1289	33		
	Alachlore	1101	1		
	Atrazine	1107	3		
	Chlorfenvinphos	1464	8		
	Chlorpyrifos	1083	9		
	Diuron	1177	13		
<i>Paramètres de suivi</i>	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314			
		1841			
	Matières en Suspension	1305			

 Substances Dangereuses Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE (tableau A de la circulaire du 07/05/07) et de la directive fille de la DCE adoptée le 20 octobre 2008 (anthracène et endosulfan)

 Substances Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE (tableau A de la circulaire du 07/05/07)

 Autres substances pertinentes issues de la liste I de la directive 2006/11/CE (anciennement Directive 76/464/CEE) et ne figurant pas à l'annexe X de la DCE (tableau B de la circulaire du 07/05/07)

 Autres substances pertinentes issues de la liste II de la directive 2006/11/CE (anciennement Directive 76/464/CEE) et autres substances, non SDP ni SP (tableaux D et E de la circulaire du 07/05/07)

 Autres paramètres

¹ : Les groupes de substances sont indiqués en italique

² : Code Sandre de la substance : <http://sandre.eaufrance.fr/app/Referencs/client.php>

³ : Correspondance avec la numérotation utilisée à l'annexe X de la DCE (Directive 2000/60/CE)

⁴ : l'UE : le nombre mentionné correspond au classement par ordre alphabétique issu de la communication de la Commission européenne au Conseil du 22 juin 1982

ANNEXE 5.2 : INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE RESTITUTION AU FORMAT SANDRE

POUR CHAQUE PRELEVEMENT : INFORMATIONS DEMANDEES		
Critère SANDRE	Valeurs possibles	Exemples de restitution
IDENTIFICATION DE L'ORGANISME DE PRELEVEMENT	Imposé	Code Sandre du prestataire de prélèvement Code exploitant
IDENTIFICATION DE L'ECHANTILLON	Texte	Champ libre permettant d'identifier l'échantillon. Référence donnée par le laboratoire
TYPE DE PRELEVEMENT	Liste déroulante	- Asservi au débit - Proportionnel au temps - Prélèvement ponctuel
PERIODE DE PRELEVEMENT_DATE_DEBUT	Date	Date de début Format JJ/MM/AAAA
DUREE DE PRELEVEMENT	Nombre	Durée en Nombre d'heures
REFERENTIEL DE PRELEVEMENT	Texte	Champ destiné à recevoir la référence à la norme de prélèvement
DATE DERNIER CONTROLE METROLOGIQUE DU DEBITMETRE	Date	Renseigne la date du dernier contrôle métrologique valide du débitmètre
NOMBRE D'ECHANTILLON	Nombre entier	Nombre de prélèvements pour constituer l'échantillon moyen (valeur par défaut 1)
BLANC SYSTEME PRELEVEMENT		Oui, Non
BLANC ATMOSPHERE		Oui, Non
DATE DE PRISE EN CHARGE PAR LE LABORATOIRE	Date	Date d'arrivée au laboratoire Format JJ/MM/AAAA
IDENTIFICATION LABORATOIRE PRINCIPAL ANALYSE		Code Sandre Laboratoire
TEMPERATURE DE L'ENGEINTE (ARRIVEE AU LABORATOIRE)	Nombre décimal 1 chiffre significatif	Température (unité °C)

POUR CHAQUE PARAMETRE ET POUR CHAQUE FRACTION ANALYSEE : INFORMATIONS DEMANDEES		
Critère SANDRE	Valeurs possibles	Exemples de restitution
CODE SANDRE PARAMETRE	Imposé	
DATE DE DEBUT D'ANALYSE PAR LE LABORATOIRE	Date	Date de début d'analyse par le laboratoire Format JJ/MM/AAAA
NOM PARAMETRE	Imposé	Nom sandre
REFERENTIEL	Imposé	Analyse réalisée sous accréditation Analyse réalisée hors accréditation
NUMERO DOSSIER ACCREDITATION		Numéro d'accréditation De type N° X-XXXX
FRACTION ANALYSEE	Imposé	3 : Phase aqueuse de l'eau 23 : Eau brute 41 : MES brutes
METHODE DE PREPARATION	L / L SPE SBSE SPE disk. L / S (MES) ASE (MES) SOXHLET (MES) Minéralisation Eau régale Minéralisation Acide nitrique Minéralisation autre	
TECHNIQUE DE DETECTION	FID TCD ECD GC/MS LC/MS GC/MS/MS GC/LRMS GC/LRMS/MS LC/MS/MS GC/HRMS GC/HRMS/MS FAAS ZAAS ICP/OES ICP/MS HPLC-DAD HPLC FLUO HPLC UV	
METHODE D'ANALYSE (norme ou à défaut le type de méthode)	texte	

POUR CHAQUE PARAMETRE ET POUR CHAQUE FRACTION ANALYSEE : INFORMATIONS DEMANDEES			
Critère SANDRE		Valeurs possibles	Exemples de restitution
LIMITE DE QUANTIFICATION	Valeur	Libre (numérique)	Libre (numérique)
	Unité	Imposé	EAU BRUTE : $\mu\text{g/l}$; PHASE AQUEUSE : $\mu\text{g/l}$, MES (PHASE PARTICULAIRE) : $\mu\text{g/kg}$ sauf MES, DCO ou COT (unité en mg/l)
	Incertitude avec facteur d'élargissement (k=2)	Libre (numérique)	Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15
RESULTAT	Valeur	Libre (numérique)	Si résultat < limite de détection ou résultat < LQ : saisir dans résultat la valeur LD ou LQ et renseigner le Champ CODE REMARQUE DE L'ANALYSE
	Unité	Imposé	EAU BRUTE : $\mu\text{g/l}$; PHASE AQUEUSE : $\mu\text{g/l}$, MES (PHASE PARTICULAIRE) : $\mu\text{g/kg}$
	Incertitude avec facteur d'élargissement (k=2)	Libre (numérique)	Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15
CODE REMARQUE DE L'ANALYSE		Imposé	Code 0 : Analyse non faite Code 1 : Résultat \geq limite de quantification Code 10 : Résultat < limite de quantification
CONFIRMATION DU RESULTAT		Imposé	Code 0 : NON CONFIRME (analyse unique) Code 1 : CONFIRME (analyse dupliquées, 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.