

#### PREFET DU RHONE

Direction départementale de la protection des populations

Lyon, le - 4 JAN. 2011

Service protection de l'environnement Pôle installations classées et environnement 106, rue Pierre Corneille 69003 LYON

Dossier suivi par Véronique CHAPPUIS

置: 04 72 61 64 54

: veronique.chappuis@rhone.gouv.fr

## ARRETE

imposant des prescriptions complémentaires à la société IMERYS TC, Site industriel de Sainte Foy l'Argentière à SOUZY et à SAINTE-FOY-L'ARGENTIERE

> Le Préfet de la zone de défense Sud-Est Préfet de la région Rhône-Alpes Préfet du Rhône Chevalier de la Légion d'Honneur

- 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 la directive 2006/11/CE du 15 février 2006 concernant la pollution causée par certaines substances dangereuses déversées dans le milieu aquatique de la Communauté ;
- VU la directive 2008/105/CE du 16 décembre 2008 établissant des normes de qualité environnementale dans le domaine de l'eau ;
- VU le code de l'environnement, notamment les articles L 512-3 et R 512-31 et R 211-11-1 à R211-11-3 ;
- 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 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;
- 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 » et à la constitution des référentiels pour les eaux douces de surface (cours d'eau, plans d'eau);
- VU la circulaire du 7 mai 2007 définissant les «normes de qualité environnementale provisoires (NQEp)» et les objectifs nationaux de réduction des émissions de certaines substances;
- VU la circulaire DGPR/SRT du 5 janvier 2009 complétée le 23 mars 2010 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 12 mai 2005 régissant le fonctionnement des activités exercées par la société IMERYS TC dans son établissement situé Site industriel de Sainte Foy l'Argentière à SAINTE-FOY-L'ARGENTIERE et à SOUZY;
- VU le rapport en date du 24 septembre 2010 de la direction régionale de l'environnement, de l'aménagement et du logement, service chargé de l'inspection des installations classées ;
- VU l'avis du conseil départemental de l'environnement et des risques sanitaires et technologiques exprimé dans sa séance du 21 octobre 2010 ;
- CONSIDERANT que la directive 2000/60/CE du 23 octobre 2000 susvisée, afin de renforcer la protection de l'environnement aquatique, prévoit, notamment, en son article 16, qu'il convient de mettre en place des mesures visant à réduire progressivement les rejets de certains polluants définis comme « prioritaires » et à supprimer progressivement (dans le délai maximum de vingt ans) les rejets, émissions et pertes de substances dangereuses définies également comme « prioritaires » ;
- CONSIDERANT que, en application des dispositions de la directive précitée, le ministère en charge de l'environnement a mis en place au niveau national une action de recherche dans l'eau des substances polluantes rejetées par les installations classées pour la protection de l'environnement;

- CONSIDERANT que du bilan des premières recherches il ressort que les informations concernant les rejets de ces substances sont insuffisantes et que des actions de réduction doivent être étudiées sur certains rejets à enjeu;
- CONSIDERANT que, en vue, d'une part, du respect des normes de qualité environnementale dans le milieu en 2015 et, d'autre part, de la suppression des rejets de substances dangereuses prioritaires en 2021, il convient de poursuivre l'action nationale par la mise en place d'actions de surveillance des rejets et d'actions visant à la réduction des flux de substances dangereuses;
- CONSIDERANT que la société IMERYS TC a participé à la première campagne de recherche de substances dangereuses lancée dans le cadre de l'action nationale précitée ;
- CONSIDERANT qu'il apparaît nécessaire, compte tenu des effets toxiques persistants et bioaccumulables des substances dangereuses, d'évaluer qualitativement et quantitativement, par une surveillance périodique, les rejets de substances dangereuses dans l'eau issus de fonctionnement de l'établissement exploité par la société IMERYS TC afin de proposer, le cas échéant, des mesures de réduction ou de suppression adaptées ;
- CONSIDERANT, dans ces conditions, qu'il convient de prescrire par arrêté à la société IMERYS TC les modalités de surveillance des rejets de substances dangereuses ;
- CONSIDERANT dès lors qu'il convient de faire application des dispositions de l'article R 512-31 du code de l'environnement;

SUR la proposition du directeur départemental de la protection des populations ;

## ARRÊTE:

## ARTICLE 1er : Objet

La société IMERYS TC doit respecter, pour ses installations situées Site industriel de Sainte Foy l'Argentière à SAINTE-FOY-L'ARGENTIERE et à SOUZY, les dispositions du présent arrêté 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 de l'arrêté préfectoral du 12 mai 2005 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 :
- 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
- Liste de références en matière d'opérations de prélèvements de substances dangereuses dans les rejets industriels;
- 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.
- 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 12 mai 2005 à l'article 5 et l'annexe 3, 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 12 mai 2005 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 à chaque point de rejet des eaux de procédé (eaux issues de la vidange périodique des joints d'eau des fours piscine SFA35, SFA36 et SFA 37) de l'établissement dans les conditions suivantes :

- liste des substances dangereuses : substances dangereuses visées à l'annexe 1 du présent arrêté;
- périodicité: 1 mesure à chaque vidange, jusqu'au 31 juillet 2012;
- durée de chaque prélèvement : 24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation.

L'exploitant pourra abandonner la recherche d'une substance marquée par \* à l'annexe 1 si cette substance n'a pas été détectée 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 avant le 31 octobre 2012 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).

L'exploitant devra préciser la valeur du débit mensuel minimal de référence de fréquence quinquennale (QMNA5) de la masse d'eau dans laquelle a lieu le rejet. Il pourra se baser notamment sur la valeur du QMNA5 de la station la plus proche qu'il trouvera sur le site internet de la banque HYDRO (http://www.hydro.eaufrance.fr) à laquelle un coefficient multiplicateur qui est le rapport de la taille du bassin versant au point de rejet sur la taille du bassin versant à la station devra être appliqué ou bien, un facteur correctif issu d'une modélisation.

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;
- 3.1 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);
  - 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.

## ARTICLE 4 : Mise en œuvre de la surveillance pérenne

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

L'exploitant met en œuvre à partir du 31 octobre 2012 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 lors de chaque vidange des joints d'eau, pendant 30 mois ;
- 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 fournit au préfet avant le 30 avril 2013 une étude technico-économique, accompagnée d'un échéancier de réalisation pouvant s'échelonner jusqu'en 2021 répondant aux objectifs suivants pour l'ensemble des substances figurant dans la surveillance prescrite à l'article 3 du présent arrêté :

- 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);
- 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;
- 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 avant le 31 octobre 2015, 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 doit 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 à l'article 4.2., lorsqu'une telle étude aura été réalisée.

## 4.4 Actualisation du programme de surveillance pérenne

Après la remise du rapport de synthèse de la surveillance pérenne, l'exploitant poursuit le programme de surveillance aux points 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 3.2. et 4.3 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 et 4.

#### 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'infraction ou d'inobservations du présent arrêté

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

#### ARTICLE 7

- Une copie du présent arrêté sera déposée aux mairie de SAINTE-FOY-L'ARGENTIERE et de SOUZY et à la direction départementale de la protection des populations (Service protection de l'environnement - pôle installations classées et environnement - préfecture du Rhône) et pourra y être consultée.
- 2. Un extrait du présent arrêté sera affiché en mairie pendant une durée minimum d'un mois ; procès-verbal de l'accomplissement de cette formalité sera dressé par les soins du maire. Le même extrait sera publié sur le site internet de la préfecture pendant une durée identique.
- Cet extrait d'arrêté sera également affiché en permanence de façon visible dans l'établissement par les soins de l'exploitant.
- Un avis sera inséré par les soins du préfet et aux frais de l'exploitant dans deux journaux locaux ou régionaux diffusés dans tout le département.

### ARTICLE 8

Délai et voie de recours (article L 514-6 du code de l'environnement) : la présente décision ne peut être déférée qu'au tribunal administratif ; le délai de recours est de deux mois pour le demandeur ou l'exploitant à compter de sa notification et de un pour les tiers à compter de sa publication ou de son affichage.

#### ARTICLE 9

La secrétaire générale de la préfecture, le directeur départemental de la protection des populations et le directeur régional de l'environnement, de l'aménagement et du logement, en charge de l'inspection des installations classées, sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté, dont une copie sera adressée :

- aux maires de SAINTE-FOY-L'ARGENTIERE et de SOUZY, chargés de l'affichage prescrit à l'article 7 précité,
- au délégué territorial du Rhône de l'Agence régionale de santé,
- · à l'exploitant.

Lyon, le - 4 JAN. 2011

Le Préfet.



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

# Etablissement: IMERYS TC (tuilerie) à SAINTE-FOY-L'ARGENTIERE et SOUZY (69)

Substance	Code SANDRE	Catégorie de Substance	Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : LQ en µg/l (source : annexe 5.2 de la circulaire du 05/01/2009)	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
Arsenic et ses composés	1369	4	5	Fonction du bruit de fond
Cadmium et ses composés <sup>1</sup>	1388	1	2	Classe 1 = ≤ 0.8 Classe 2 = 0.8 Classe 3 = 0.9 Classe 4 = 1.5 Classe 5 = 2.5
Cuivre et ses composés	1392	4	5	Fonction du bruit de fond
Mercure et ses composés	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
Tétrabromodiphényléther (BDE 47)	2919	2		
Pentabromodiphényléther (BDE 99)	2916	1.	La quantité de	
Pentabromodiphényléther (BDE 100)	2915	1	MES à prélever pour l'analyse	Σ (incluant le Tribromodiphényléther Tri
Hexabromodiphényléther BDE 154	2911	2	devra permettre d'atteindre une LO	BDE 28)= 0.005
Hexabromodiphényléther BDE 153	2912	2	dans l'eau de 0,05µg/l pour	
Heptabromodiphényléther BDE 183	2910	2	chaque BDE.	sans
Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815	2		sans
Tributylphosphate	1847	4	0,1	820
Chloroforme	1135	2	1	25
Benzène*	1114	2	1	100
Naphtalène*	1517	2	0,05	24
Pentachlorophénol*	1235	2	0,1	4

NOTA 1 : En cas de plusieurs points de rejets sur le site, il convient d'examiner la nécessité d'établir un tableau spécifique par rejet

NOTA 2: 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 (NP10E et NP20E) et les deux premiers homologues d'éthoxylates d'octylphénols (OP10E et OP20E). 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.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> 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.

## 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)

PREFERENCE TO A JAN. 2011

LE PHOFE !

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 <sup>1</sup> 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
	Nonylphénols	1957	Data Sala		0,1
	NP10E	6366	t un si		0,1*
Alled - L.C L	NP2OE	6369	12 (2/83)		0,1*
Alkylphénols	Octylphénols	1920		MUNICIPAL	0,1
	OP10E	6370	SHEET !	NO PROPERTY	0,1*
	OP2OE .	6371	4847055NJ		0,1*
	2 chloroaniline	1593	Name of the last	Line Pharty and Series	0,1
	3 chloroaniline	1592			0,1
Anilines	4 chloroaniline	1591			0,1
	4-chloro-2 nitroaniline	1594			0,1
	3,4 dichloroaniline	1586			0,1
•	Chloroalcanes C10-C13	1959	62315053.456		10
	Biphényle	1584	NAME OF TAXABLE PARTY OF TAXABLE PARTY.	Log Say State Commission of the	0,05
Autres	Epichlorhydrine	1494			0,5
57	Tributylphosphate	1847			0,1
	Acide chloroacétique	1465			25
05	Tétrabromodiphényléther BDE 47	2919			
	Pentabromodiphényléther (BDE 99)	2916			La quantité de MES à prélever
	Pentabromodiphényléther (BDE 100)	2915			pour l'analyse devra
BDE	Hexabromodiphényléther BDE 154	2911			permettre d'atteindre une
	Hexabromodiphényléther BDE 153	2912			LQ dans l'eau de 0,05µg/l
	Heptabromodiphényléther BDE 183	2910			pour chaque BDE;
	Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815			
	Benzène	<b>建制度1114至</b>			ere tski
	Ethylbenzène	1497			1
BTEX	Isopropylbenzène	1633			1
8	Toluène	1278			1
	Xylènes (Somme o,m,p)	1780		- C.	2
	Hexachlorobenzène	1199			0,01
benzènes	Pentachlorobenzène	e 1888 4			0,02
	1,2,3 trichlorobenzène	1630			15111
0.1	1,2,4 trichlorobenzène	1283		emennacina s	10000
	1,3,5 trichlorobenzène	1629			10000
3	Chlorobenzène	1467	A STATE OF THE PARTY OF THE PAR		1

.Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée <sup>1</sup> oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)	LQ à atteindre en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
-	1,2 dichlorobenzène	1165			1
	1,3 dichlorobenzène	1164			1
	1,4 dichlorobenzène	1166			1
	1,2,4,5 tétrachlorobenzène	1631	St		0,05
¥3	1-chloro-2-nitrobenzène	1469			0,1
	1-chloro-3-nitrobenzène	1468			0,1
	1-chloro-4-nitrobenzène	1470			0,1
	Pentachlorophénol	1235	STREET, STREET	<b>阿尔里姆斯</b> 德	0,1
	4-chloro-3-méthylphénol	1636			0,1
	2 chlorophénol	1471			0,1
	3 chlorophénol	1651			0,1
Chlorophénols	4 chlorophénol	1650			0,1
	2,4 dichlorophénol	1486			0,1
	2,4,5 trichlorophénoi	1548			0,1
	2,4,6 trichlorophénol	1549			0,1
	Hexachloropentadiène	2612			0,1
	1,2 dichloroéthane	1161		APARTETATA I	2 2
	Chlorure de méthylène	1168		DESPENDE	5 5 17
	Hexachlorobutadiène	1652			0,5
	Chloroforme	1135		SISSI SEMP	E 1940 1949
- 1	Tétrachlorure de carbone	1276		100 F 800 F 8	20,5
	Chloroprène	2611	NEWSCONE STREET, STREE	DOM/A/OW THE WOOD DOM:	1
	3-chloroprène (chlorure d'allyle)	2065			1
COHV	1,1 dichloroéthane	1160			5
00	1,1 dichloroéthylène	1162			2,5
	1,2 dichloroéthylène	1163			5
	Hexachloroéthane	1656			1
	1,1,2,2 tétrachloroéthane	1271			1
	Tétrachloroéthylène	1272		STEEL MANUEL	0,5
	1,1,1 trichloroéthane	1284	Branches at Experience of		0,5
	1,1,2 trichloroéthane	1285			1
	Trichloroéthylène	1286			0,5
	Chlorure de vinyle	1753	Herman Cristation II and State		5
	2-chlorotoluène	1602			1
Chlorotoluènes	3-chlorotoluène	1601	· ·		1
	4-chlorotoluène	1690			1
HAP	Anthracène	1458			0,01
	Fluoranthène	1191		i de la compania del compania del compania de la compania del compania de la compania del compania de la compania del compania del compania del compania del la compania del compania dela compania del compania del compania del compania del compania de	0,01
	Naphtalène	1517		1311111111111111111	0,05
ri e	Acénaphtène	1453	TEXT BEFORE COURSES WAS A SALE.	Mar Indiana Indiana	0,01
	Benzo (a) Pyrène	11115			0,01
8	Benzo (k) Fluoranthène	1117	4400		0,01
	benzo (k) muorammene	1117	<b>用于2000年的新疆的</b>	To Ken Calledon	0,01

	Benzo (g,h,i) Pérylène Indeno (1,2,3-cd) Pyrène Cadmium et ses composés Piomb et ses composés Mercure et ses composés	1118 1204 1388			CONTRACTOR BOSTONE
	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène Cadmium et ses composés Piomb et ses composés	1204	APRICE CHARGE CONTROL		0,01
,	Cadmium et ses composés Piomb et ses composés	The state of the s			0,01
			20-120-03200-0	Parameter Service	2
9	Mercure et con compacés	1382			5
	mercure et ses composes	1387	BURNING SAME	<b>数据数据的</b>	0,5
Métaux	Nickel et ses composés	1386			10
metaux	Arsenic et ses composés	1369	Ship hyproxidia rushasa yayi	1-00-01-00-01-01-01-01-01-01-01-01-01-01	5
1020	Zinc et ses composés	1383			10
	Cuivre et ses composés	1392			5
	Chrome et ses composés	1389			5
Nitro	2-nitrotoluène	2613			0,2
aromatiques	Nitrobenzène	2614			0,2
	Tributylétain cation	2879			0,02
	Dibubylétain cation	1771	NAME OF THE OWNER OF THE OWNER,	OR SHOULD AND SHOULD SEE	0,02
Organoétains	Monobutylétain cation	2542			0,02
2.1	Triphénylétain cation	6372			0,02
	PCB 28	1239			0,01
	PCB 52	1241			0,01
FOR	PCB 101	1242	V		0,01
PCB	PCB 118	1243			0,01
. 144	PCB 138	1244			0,01
	PCB 153	1245			0,01
11.000	PCB 180	1246			0,01
	Trifluraline	1289	BENEFIT OF E	SUMBERSON O	0,05
	Alachlore	NO 7/1101			0,02
	Atrazine	1107	Hiteral Hotelson		0,03
	Chlorfenvinphos	1464		Setto el titro	0,05
	Chlorpyrifos	1083	Marie Park	MANAGEMENT	0,05
	Diuron	1177			0,05
Pesticides	alpha Endosulfan	1178	在 的复数电影 医的现在分词		0,02
	béta Endosulfan	1179		verse se se	0,02
	Hexachlorocyclohexane	1200, 1201 ,1202		2017 000	0,02
	gamma isomère Lindane	1203	0.0000000000000000000000000000000000000	2 C 6 C 7 C	0,02
	Isoproturon	1208			0,05
1	Simazine	1263			0,03
aramètres de	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841	69357 931 9257 FEET (S) 15		30000 300
500 mm (100 mm)	Matières en Suspension	1305			2000

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

3

<sup>\*:</sup> 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 sous	signé(e)
	(Nom, qualité)
	Coordonnées de l'entreprise :
	(Nom, forme juridique, capital social, RCS, siège social et adresse si différente du siège)
٠	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.
٠	m'engage à restituer les résultats dans un délai de XXX mois après réalisation de chaque prélèvement 1
*	reconnais les accepter et les appliquer sans réserve.
A:	Le:
Por	ur le soumissionnaire*, nom et prénom de la personne habilitée à signer le marché :
Sig	nature:
Cac	chet de la société :
*Sig	gnature et qualité du signataire (qui doit être habilité à engager sa société) précédée de la mention « Bon r acceptation

<sup>1</sup> L'attention est attirée sur l'intérêt de disposer des résultats d'analyses de la première mesure avant d'engager la suivante afin d'évaluer l'adéquation du plan de prélèvement, en particulier lors des premières mesures.

ANNEXE 4 - Eléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances (Document disponible à l'annexe 5.4 de la circulaire du 5 janvier 2009 et téléchargeable sur le site http://rsde.ineris,fr/)

Conditions de prélèvement et d'analyses

Température de l'enceinte pat transport	nombre décimal 1 chiffre algoiffcetif		
Date de prise en charge de l'échanillon par le laboratoire principal	data (format Junnanaa)		
identification du laboratoire principal d'analyse	code SANDRE de l'intervenant principal		
Blanc d'almosphère	ou! I non		
Blanc du sysième de prélèvement	non / Ino		
Durée de prélèvement	durée en nembre O'heures		
Période de prélèvement_date _début	dete (format JJMMVAA)		
Nombre de prélèvements pour l'échantitan mayen	nombre entler		
dote demier contrôle métrologique du débitmètre	dete (format Junitation)		
Type de prélèvement	liste obroulante (asservi au debit, proportionnel au temps,		
Référentiel de préfèvement	champ taxte destiné à recevoir le référence à la norme de préférence de préférence de préférencent		
identification de l'organisme de présèvement	code sandre du prestataire de prélèvement, code exploitant		
idenlification	zone libre de Jexle		

# Résultats d'analyses

Commonities plate des paracetives metrourés donnés bones, tour problème meroonté bar de loroyrel	I		I		I			
Code resorque Confirmation visuality (Code 0: consystemment onsystemment onsystemme								
Code remayer Unite de de fondine querification (2006 e.g.) hocefulde orappe regri hocefulde (2006 f.) d'éleuplemene féraldon? (LO. ni (N-2) code (0).								
Unite de quantification valé								
limite de quenfication voleur								
Métrade c'oralpre (frame de référatei								
Hérasa co Technoue de réponten jale délection file désuborté) désuborté								
Welface on Technole de prépartion plus décadantes décadantes								
Incellute once Incleur Gelopissenel (Inc.)								
Unité de la loction analysée				jon	jor	lot.		
idsulted to la faction analysis								
Fructon Analysis (Code sandre : 3 : Pieze equeuse 23 : Esu brule 41 : AES brules)				6	41		23	57
Date de débul d'anaiyne par le laborataire (Parant JUNWIAA)								
Numéro dossion occrediblem (pouvant varier si acus tralance de certeira paramétres)								
Référentes analyse noutre dousier sous de consideration, analyse occurdibation résistée hors (pouvant varier securéditéen formanière se sous inclaince l'accemble de certaire défiavables phases)						à renseigner uniquement sur la ligne substance total		
flux journaler (g) ou m3)		16	16		1	.2		
Réoutat total Unité Résultat fux journaler de fanalyse total (gf ou m3)	apues	lom	lom	sandre	sandre	S.		
Résulta total U de fanalyse					-		[80]	
Liteté court du parantère (en lien direct avec code sandre du paramètre)	Débit	000	MES	substance 1	substance 1	substance i total	substance [ex: Toluêne]	substance (ex: 80E)
Cose SANDIE (BSP désoulente des codes sendie)								



## Annexe 5:

Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses

## SOMMAIRE

1	IN	TRODUCTION	3
2	PR	RESCRIPTIONS GÉNÉRALES	3
3	OP	PÉRATIONS DE PRÉLÈVEMENT	
	3.1	OPÉRATEURS DU PRELEVEMENT	4
	3.2	CONDITIONS GÉNÉRALES DU PRELEVEMENT	
	3.3	MESURE DE DÉBIT EN CONTINU	4
	3.4	MESURE DE DÉBIT EN CONTINU	5
	3.5	FCHANTILION	6
	3.6	ECHANTILLON	6
4	AN	VALYSES	
100			0
5	TR	RANSMISSION DES RÉSULTATS	6
6	LIS	STE DES ANNEXES	9

## 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

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

- Etre accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la matrice « Eaux Résiduaires», pour chaque substance à analyser. Afin de justifier de cette accréditation, le laboratoire devra fournir à l'exploitant l'ensemble des documents listés à l'annexe 5.5 avant le début des opérations de prélèvement et de mesures afin de justifier qu'il remplit bien les dispositions de la présente annexe. Les documents de l'annexe 5.5 sont téléchargeables sur le site <a href="http://rsde.ineris.fr">http://rsde.ineris.fr</a>.
- Respecter les limites de quantification listées à l'annexe 5.2 pour chacune des substances.

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

La sous-traitance analytique est autorisée. Toutefois, en cas de sous-traitance, le laboratoire désigné pour ces analyses devra respecter les <u>mêmes critères</u> 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 prelèvement 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,
    - o 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>&</sup>lt;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 precriptions 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 prélevement automatisé en fonction du débit ou du volume écoulé, sont :
  - Soit des échantillonneurs monoflacons fixes ou portatifs, constituant un seul échantillon moyen sur toute la période considérée.
  - Soit des échantillonneurs multiflacons fixes ou portatifs, constituant plusieurs échantillons (en général 4, 6, 12 ou 24) pendant la période considérée. Si ce type d'échantillonneurs est mis en œuvre, les échantillons devront être homogénéisés pour constituer l'échantillon moyen avant transfert dans les flacons destinés à l'analyse.
- Les échantillonneurs utilisés devront réfrigérer les échantillons pendant toute la période considérée.
- Dans le cas où il s'avérerait impossible d'effectuer un prélèvement proportionnel au débit de l'effluent, le préleveur pratiquera un prélèvement asservi au temps, ou des prélèvements ponctuels si la nature des rejets le justifie (par exemple rejets homogènes en batchs). Dans ce cas, le débit et son évolution seront estimés par le préleveur en fonction des renseignements collectés sur place (compteurs d'eau, bilan hydrique, etc). Le préleveur devra lors de la restitution préciser la méthodologie de prélèvement mise en oeuvre.
- Un contrôle métrologique de l'appareil de prélèvement doit être réalisé périodiquement sur les points suivants (recommandations du guide FD T 90-523-2):
  - Justesse et répétabilité du volume prélevé (volume minimal : 50 ml, écart toléré entre volume théorique et réel 5%)
  - Vitesse de circulation de l'effluent dans les tuyaux supérieure ou égale à 0,5 m/s
- Un contrôle des matériaux et des organes de l'échantillonneur seront à réaliser (voir blanc de système de prélèvement)
- Le positionnement de la prise d'effluent devra respecter les points suivants :
  - Dans une zone turbulente;
  - À mi-hauteur de la colonne d'eau;
  - À une distance suffisante des parois pour éviter une contamination des échantillons par les dépôts ou les biofilms qui s'y développent.

#### 3.5 ECHANTILLON

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

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

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

#### Blanc d'atmosphère

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

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

## 4 ANALYSES

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

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

- Dans le cas des alkylphénols, il est demandé de rechercher simultanément les nonylphénols, les octylphénols ainsi que les deux premiers homologues d'éthoxylates<sup>2</sup> de nonylphénols (NP10E et NP20E) et les deux premiers homologues d'éthoxylates<sup>2</sup> d'octylphénols (OP10E et OP20E). 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>.
- Certains paramètres de suivi habituel de l'établissement, à savoir la DCO (Demande Chimique en Oxygène) ou COT (Carbone Organique Total) en fonction de l'arrêté préfectoral en vigueur, et les MES (Matières en Suspension) seront analysés systématiquement dans chaque effluent selon les normes en vigueur (cf. notes 4, 5,6 et 7) afin de vérifier la représentativité de l'activité de l'établissement le jour de la mesure.

<sup>&</sup>lt;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>&</sup>lt;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.

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

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

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.

## Prise en compte des MES

- Le laboratoire doit préciser et décrire de façon détaillée les méthodes mises en œuvre en cas de concentration en MES > 50 mg/L.
- Pour les paramètres visés à l'annexe 5.1 (à l'exception de la DCO, du COT et des MES), il est demandé:
  - Si 50 < MES < 250 mg/l: réaliser 3 extractions liquide/liquide successives au minimum sur l'échantillon brut sans séparation.
  - Si MES ≥ 250 mg/l: analyser séparément la phase aqueuse et la phase particulaire après filtration ou centrifugation de l'échantillon brut, sauf pour les composés volatils pour lesquels le traitement de l'échantillon brut par filtration est à proscrire. Les composés concernés volatils 3,4 dichloroaniline, Epichlorhydrine, Tributylphosphate, Acide chloroacétique, Benzène, Ethylbenzène, Isopropylbenzène, Toluène, Xylènes (Somme o,m,p), 1,2,3 trichlorobenzène, 1,2,4 1,2 dichlorobenzène, 1,3 Chlorobenzène, trichlorobenzène, trichlorobenzène, 1,3,5 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, 1,1 dichloroéthylène, 1,2 chloropropène, 1,1 dichloroéthane, 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 5.1 : valeur en μg/l obtenue dans la phase aqueuse, valeur en μg/kg obtenue dans la phase particulaire et valeur totale calculée en μg/l.

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

## 5 TRANSMISSION DES RÉSULTATS

L'application informatique GIDAF (Gestion Informatisée des Données d'autosurveillance fréquente) permettra à terme la saisie directe des informations demandées par l'annexe 5.3 et leur télétransmission à l'inspection et à l'INERIS, chargé du suivi de la qualité des prestations des laboratoires et du traitement des données issues de cette seconde campagne d'analyse des substances dangereuses. L'extension nationale de cette application informatique actuellement testée par certaines DRIRE est prévue pour le courant de l'année 2009.

Dans l'attente de l'utilisation généralisée de cet outil, c'est par le biais du site http://rsde.ineris.fr que l'annexe 4 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 décrits aux annexes2 et 5 devront être adressés mensuellement par l'exploitant à l'inspection par courrier.

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

## 6 LISTE DES ANNEXES

Repère	Désignation	Nombre de pages
ANNEXE 5.1	INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE RESTITUTION AU FORMAT SANDRE	3
ANNEXE 5.2	LISTE DES PIECES A FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATAIRE DE L'EXPLOITANT	1

## ANNEXE 5.1:

# INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE RESTITUTION AU FORMAT SANDRE

POUR CHA	QUE PRELEVEMENT : INFORMAT	IONS DEMANDEES
Critère SANDRE	Valeurs possibles	Exemples de restitution
IDENTIFICATION D L'ORGANISME D PRELEVEMENT	E Imposé E	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_DEBU	Date	Date de début Format JJ/MM/AAAA
DUREE DE PRELEVEMENT	Nombre	Durée en Nombre d'heures
REFERENTIEL D PRELEVEMENT	Texte	Champ destiné à recevoir la référence à la norme de prélèvement
DATE DERNIER CONTROL METROLOGIQUE DI DEBITMETRE		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 SYSTEM PRELEVEMENT		Oui, Non
BLANC ATMOSPHERE		Oui, Non
DATE DE PRISE EN CHARG PAR LE LABORATOIRE	Date	Date d'arrivée au laboratoire Format JJ/MM/AAAA
IDENTIFICATION LABORATOIRE PRINCIPA ANALYSE		Code Sandre Laboratoire
TEMPERATURE DE L'ENCEINTE (ARRIVEE AU LABORATOIRE)	Nombre décimal 1 chiffre significatif	Température (unité °C)

Critère SANDRE	Valeurs possibles	Exemples de restitution
ODE SANDRE PARAMETRE	Imposé	
DATE DE DEBUT D'ANALYSE PAR LE ABORATOIRE	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
RACTION 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 GC/LRMS/MS GC/HRMS/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	

Critère SANDRE		Valeurs possibles	Exemples de restitution
LIMITE DE QUANTIFICATIO N	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)
	Incertitu de avec facteur d'élargiss ement (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 : µg/l  PHASE AQUEUSE : µg/l  MES (PHASE PARTICULAIRE) : µg/kg
	Incertitude avec facteur d'élargiss ement (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 RESULTAT		Imposé	Code 0 : NON CONFIRME (analyse unique) Code 1 : CONFIRME (analyse dupliquée, confirmation par SM)
COMMENTAIRES		Libre	Liste des paramètres retrouvés dans le blanc du système de prélèvement ou d'atmosphère + ordre de grandeur. LQ élevée (matrice complexe) Présence d'interférents etc

Les critères identifiés en gras sont à renseigner obligatoirement lors de la restitution des données. L'absence de renseignements sur les champs obligatoires sera une entorse à l'engagement du laboratoire pouvant conditionner le cas échéant le paiement de la prestation par l'exploitant.

#### ANNEXE 5.2

## LISTE DES PIECES A FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATAIRE A L'EXPLOITANT

## Justificatifs à produire

- Justificatifs d'accréditations sur les opérations de prélèvements (si disponible) et d'analyse de substances dans la matrice « eaux résiduaires » comprenant a minima :
  - √ Numéro d'accréditation
  - ✓ Extrait de l'annexe technique sur les substances concernées
- Liste de références en matière d'opérations de prélèvements de substances dangereuses dans les rejets industriels
- 3. Tableau des performances et d'assurance qualité à renseigner obligatoirement : les critères de choix pour l'exploitant pour la sélection d'un laboratoire prestataire sont repris dans ce tableau : substance accréditée ou non, et limite de quantification qui doivent être inférieures ou égales aux LQ de l'annexe 1. (cf. annexe 2)
- Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions de l'annexe technique (cf. annexe 3)

