

PRÉFET DE LA MOSELLE

ARRÊTÉ

Préfecture

n° 2010-DLP/BUPE- **423** du **29 OCT. 2010**

imposant à la société SNF SAS une campagne de surveillance initiale des rejets de substances dangereuses dans le milieu aquatique pour son site de SAINT-AVOLD

LE PRÉFET DE LA RÉGION LORRAINE
PRÉFET DE LA ZONE DE DÉFENSE ET DE SÉCURITÉ EST
PRÉFET DE LA MOSELLE
OFFICIER DE LA LÉGION D'HONNEUR
OFFICIER DE L'ORDRE NATIONAL DU MÉRITE

- 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 du 15 février 2006 concernant la pollution causée par certaines substances dangereuses déversées dans le milieu aquatique de la Communauté ;
- VU** la directive 2000/60/CE du 23 octobre 2000 établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau (DCE) ;
- VU** le code de l'environnement et notamment son titre 1^{er} des parties réglementaires et législatives du Livre V ;
- VU** les articles R. 211-11-1 à R. 211-11-3 du titre 1 du livre II du code de l'environnement relatifs au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- VU** l'arrêté ministériel du 20 avril 2005 modifié pris en application du décret du 20 avril 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- VU** l'arrêté ministériel du 30 juin 2005 modifié relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- VU** l'arrêté ministériel du 31 janvier 2008 relatif à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets ;
- VU** la circulaire DPPR/DE du 4 février 2002 qui organise une action nationale de recherche et de réduction des rejets de substances dangereuses dans l'eau par les installations classées ;
- VU** la circulaire DCE 2005/12 du 28 juillet 2005 relative à la définition du « bon état » ;
- VU** la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007 définissant les « normes de qualité environnementale provisoires (NQEp) » et les objectifs nationaux de réduction des émissions de certaines substances ;
- VU** la circulaire du 5 janvier 2009 relative à la mise en oeuvre de la deuxième phase de l'action nationale de recherche et de réduction des substances dangereuses pour le milieu aquatique présentes dans les rejets des installations classées pour la protection de l'environnement ;

VU la circulaire du 23 mars 2010 relative à l'adaptation des conditions de mise en œuvre de la circulaire du 5 janvier 2009 ;

VU l'arrêté S.G.A.R. n°2009-523 en date du 27 novembre 2009 portant approbation des Schémas Directeurs d'Aménagement et de Gestion des Eaux des parties françaises des districts hydrographiques du Rhin et de la Meuse et arrêtant les programmes pluriannuels de mesures correspondant ;

VU le rapport d'étude de l'INERIS N°DRC-07-82615-13836C du 15/01/08 faisant état de la synthèse des mesures de substances dangereuses dans l'eau réalisées dans certains secteurs industriels ;

VU l'arrêté préfectoral n° 2005-AG/2-22 du 17 janvier 2005 autorisant la société SNF à exploiter un atelier de production de monomères acryliques quaternisés, un atelier de fabrication de polyamines, un atelier de fabrication de DADMAC et PolyDADMAC et un atelier pilote pour la synthèse des monomères MDAA et du polymère polyMDAA-HCL, sur son site de Saint-Avold ;

VU le décret n° 2004-374 du 29 avril 2004 modifié relatif aux pouvoirs des préfets, à l'organisation des services de l'Etat dans les régions et les départements ;

VU l'arrêté préfectoral DCTAJ-2010-60 en date du 22 avril 2010 portant délégation de signature en faveur de Monsieur Jean-Francis TREFFEL, Secrétaire Général de la préfecture de Moselle ;

VU le rapport de l'Inspection des Installations Classées du 13 septembre 2010 ;

VU l'avis du Conseil Départemental de l'Environnement, des Risques Sanitaires et Technologiques en date du 27 septembre 2010 ;

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 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 SNF SAS dont le siège social est situé à ZAC de Milieux à ANDREZIEUX Cedex (42163) est tenue de respecter, pour ses installations situées sur le territoire de la commune de Saint-Avold, les modalités du présent arrêté préfectoral complémentaire qui vise à fixer les modalités de surveillance provisoire des rejets de substances dangereuses dans l'eau afin d'améliorer la connaissance qualitative et quantitative des rejets de ces substances.

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

2.1 Les prélèvements et analyses réalisés en application du présent arrêté doivent respecter les dispositions de l'annexe 3 du présent arrêté préfectoral complémentaire.

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

2.3 L'exploitant doit être en possession de l'ensemble des pièces suivantes fournies par le laboratoire qu'il aura choisi, avant le début des opérations de prélèvement et de mesures afin de s'assurer que ce prestataire remplit bien les dispositions de l'annexe 3 du présent arrêté préfectoral complémentaire :

1. Justificatifs d'accréditations sur les opérations de prélèvements (si disponible) et d'analyse de substances dans la matrice « eaux résiduaires » comprenant a minima :
 - Numéro d'accréditation
 - Extrait de l'annexe technique sur les substances concernées
2. Liste de références en matière d'opérations de prélèvements de substances dangereuses dans les rejets industriels
3. Tableau des performances et d'assurance qualité précisant les limites de quantification pour l'analyse des substances qui doivent être inférieures ou égales à celles de l'annexe 3 du présent arrêté préfectoral complémentaire.
4. Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions figurant à l'annexe 3 du présent arrêté préfectoral complémentaire.

Les modèles des documents mentionnés au point 3 et 4 précédents sont repris en annexe 1 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 en annexe 3 du présent arrêté préfectoral et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

Article 3 : Mise en œuvre de la surveillance initiale

L'exploitant met en œuvre sous 1 mois à compter de la notification du présent arrêté, le programme de surveillance au point de rejet des effluents de l'établissement dans les conditions suivantes :

Nom du rejet	Milieu récepteur	Substance	Périodicité	Durée de chaque prélèvement	Limite de quantification à atteindre par substance par les laboratoires en µg/l
Sortie du décanteur / séparateur d'hydrocarbures	Réseau de la ZAC Europort	Chloroforme Acide chloroacétique	1 mesure par mois pendant 6 mois. La mesure peut être abandonnée pour les substances qui n'auront pas été détectées après 3 mesures consécutives.	24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation.	Les limites de quantification pour chaque substance doivent répondre aux critères minimaux repris dans l'annexe 3 du présent arrêté.

Article 4 : Rapport de synthèse de la surveillance initiale

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

- un tableau récapitulatif des mesures sous une forme synthétique. 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 mesurées sur les six échantillons, ainsi que les flux minimal, maximal et moyen calculés à partir des six mesures 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 demander l'abandon de la surveillance pour certaines substances. L'exploitant pourra notamment demander la suppression de 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 pour cette substance à l'annexe 5.2 du document figurant en annexe 3 du présent arrêté préfectoral complémentaire;

3. 3.1 Toutes les concentrations mesurées pour la substance sont inférieures à 10*NQE (norme de qualité environnementale ou, en l'attente de leur adoption en droit français, 10*NQEp, norme de qualité environnementale provisoire fixée dans la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007) ;

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

- 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).

Article 5 : Remontée d'informations sur l'état d'avancement de la surveillance des rejets - Déclaration des données relatives à la surveillance des rejets aqueux

Les résultats des mesures du mois N réalisées en application de l'article 3 du présent arrêté sont saisis sur le site de télédéclaration du ministère chargé de l'environnement prévu à cet effet (GIDAF) et sont transmis mensuellement à l'inspection des installations classées par voie électronique avant la fin du mois N+2.

Si l'exploitant n'utilise pas la transmission électronique via le site de télédéclaration mentionné à l'alinéa précédent, il est tenu de transmettre mensuellement par écrit avant la fin du mois N+2 à l'inspection des installations classées un rapport de synthèse relatif aux résultats des mesures et analyses du mois N imposées à l'article 3 ainsi que les éléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances figurant en annexe 2 du présent arrêté.

Article 6 :

Si l'exploitant met en œuvre la surveillance initiale de ses rejets sur d'autres substances que celles visées à l'article 3 du présent arrêté et si ces substances sont visées par l'annexe 5.5 de la circulaire du 5 janvier 2009, alors les résultats des analyses portant sur ces substances devront être restitués dans les conditions fixées aux articles 4 et 5 du présent arrêté, concernant le rapport de synthèse de la surveillance initiale et la remontée d'informations sur l'état d'avancement de la surveillance des rejets.

Article 7 : Infractions aux dispositions de l'arrêté

En cas de non-respect du présent arrêté, indépendamment des poursuites pénales qui pourront être exercées, des mesures et sanctions administratives pourront être prises conformément aux dispositions du code de l'environnement.

Article 8 : Délais et voies de recours

En vertu de l'article L514-6 du code de l'environnement, la présente décision est soumise à un contentieux de pleine juridiction.

Elle peut être déférée au tribunal administratif de Strasbourg :

- par l'exploitant dans un délai de deux mois qui commence à courir du jour où elle lui a été notifiée ;
- par les tiers, personnes physiques ou morales, les communes intéressées ou leurs groupements, en raison des inconvénients ou des dangers que le fonctionnement de l'installation présente pour les intérêts visés à l'article L511-1 du code de l'environnement, dans un délai de quatre ans à compter de la publication ou de l'affichage de l'acte, ce délai étant, le cas échéant, prolongé jusqu'à la fin d'une période deux années suivant la mise en activité de l'installation.

Article 9 : Information des tiers

En vue de l'information des tiers :

- 1) Une copie du présent arrêté sera déposée à la mairie de SAINT-AVOLD et pourra y être consultée par toute personne intéressée.
- 2) Un extrait de cet arrêté énumérant notamment les prescriptions auxquelles l'installation est soumise, sera affiché à la mairie pendant une durée minimum d'un mois.

Procès-verbal de l'accomplissement de ces formalités sera dressé par le maire.

Le même extrait sera affiché en permanence, de façon visible, dans l'installation par l'exploitant.

3) Un avis sera inséré par le préfet et aux frais de l'exploitant dans deux journaux diffusés dans le département.

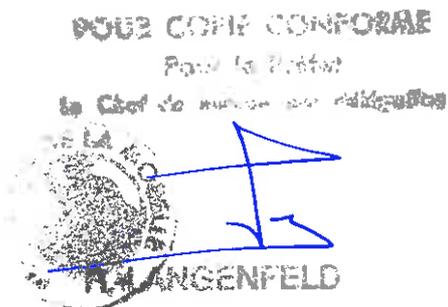
Article 10 : Exécution

Le Secrétaire Général de la préfecture de la Moselle,
La Sous-préfète de FORBACH,
Le Maire de SAINT-AVOLD,
Les inspecteurs des installations classées,
sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté.

Fait à Metz, le 29 OCT. 2010

Le Préfet,
Pour le Préfet,
Le Secrétaire Général

Jean-François TREFFEL



ANNEXE 1

Tableau des performances et assurance qualité et attestation d u prestataire à renseigner par le laboratoire et à restituer à l'exploitant

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
Autres	Acide chloroacétique	1465		
COHV	Chloroforme	1135		
Paramètres de suivi	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841		
	Matières en Suspension	1305		

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 ».

ATTESTATION DU PRESTATAIRE

Je soussigné(e)

(Nom, qualité)

Coordonnées de l'entreprise :

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

.....

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

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

❖ reconnais les accepter et les appliquer sans réserve.

A :

Le :

Pour le soumissionnaire¹, nom et prénom de la personne habilitée à signer le marché :

Signature :

Cachet de la société :

¹ Signature et qualité du signataire (qui doit être habilité à engager sa société) précédée de la mention « Bon pour acceptation »

¹ 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.

**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 L'ORGANISME PRELEVEMENT	Imposé	Code Sandre du prestataire de prélèvement Code exploitant
IDENTIFICATION 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 PRELEVEMENT	Texte	Champ destiné à recevoir la référence à la norme de prélèvement
DATE DERNIER CONTROLE METROLOGIQUE 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 PRELEVEMENT SYSTEME		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 L'ENCEINTE (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 PARAMETRE SANDRE	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	<i>Analyse réalisée sous accréditation</i> <i>Analyse réalisée hors accréditation</i>
NUMERO ACCREDITATION DOSSIER		Numéro d'accréditation De type N° X-XXXX
FRACTION ANALYSEE	Imposé	3 : Phase aqueuse de l'eau 23 : Eau brute 41 : MES brutes
METHODE 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	

POUR CHAQUE PARAMETRE ET POUR CHAQUE FRACTION ANALYSEE : INFORMATIONS DEMANDEES					
Critère SANDRE		Valeurs possibles		Exemples de restitution	
		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			
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 de 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 de 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 RESULTAT	DU	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....	

ANNEXE 3 –

Extrait de l'annexe 5 de la circulaire du 5 janvier 2009 téléchargeable sur le site <http://rsde.ineris.fr>

Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses

1 - Introduction

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

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

2 - Prescriptions générales

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 :

- être 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
- respecter les limites de quantification listées à l'annexe 5.2 pour chacune des substances.

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

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

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

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

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

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

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

3 - 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 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 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 5667-3². 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.

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

- ↻ Afin de s'assurer de la qualité de fonctionnement de ces systèmes de mesure, des contrôles métrologiques périodiques devront être effectués par des organismes accrédités, se traduisant par :
- pour les systèmes en écoulement à surface libre :
 - un contrôle de la conformité de l'organe de mesure (seuil, canal jaugeur, venturi, déversoir,...) vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs
 - un contrôle de fonctionnement du débitmètre en place par une mesure comparative réalisée à l'aide d'un autre débitmètre
 - pour les systèmes en écoulement en charge :
 - un contrôle de la conformité de l'installation vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs
 - un contrôle de fonctionnement du débitmètre par mesure comparative exercée sur site (autre débitmètre, jaugeage, ...) ou par une vérification effectuée sur un banc de mesure au sein d'un laboratoire accrédité.
- ↻ Le contrôle métrologique aura lieu avant le démarrage de la première campagne de mesures, ou à l'occasion de la première mesure, avant d'être renouvelé à un rythme annuel.

3.4 - Prélèvement continu sur 24 heures à température contrôlée

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

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

3.5 - Echantillon

- ↪ La représentativité de l'échantillon est difficile à obtenir dans le cas du fractionnement de certaines eaux résiduaires en raison de leur forte hétérogénéité, de leur forte teneur en MES ou en matières flottantes. Un système d'homogénéisation pourra être utilisé dans ces cas. Il ne devra pas modifier l'échantillon.
- ↪ Le conditionnement des échantillons devra être réalisé dans des contenants conformes aux méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux substances à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-32.
- ↪ 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 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 $< \text{LQ}$: ne pas soustraire les résultats du blanc du système de prélèvement des résultats de l'effluent
 - si valeur du blanc $\geq \text{LQ}$ 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'éthoxylates³ de nonylphénols (NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates³ 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 18857-24.
- ↪ 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 5, 6, 7 et 8) afin de vérifier la représentativité de l'activité de l'établissement le jour de la mesure.

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

⁴ ISO/DIS 18857-2 : Qualité de l'eau – Dosage d'alkylphénols sélectionnés- Partie 2 : Détermination des alkylphénols, d'éthoxylates d'alkylphénol et bisphénol A – Méthode pour échantillons non filtrés en utilisant l'extraction sur phase solide et chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse après dérivalisation. Disponible auprès de l'AFNOR, commission T 91M et qui sera publiée prioritairement en début 2009.

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

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

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

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

- ☞ 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 $50 < \text{MES} < 250 \text{ mg/l}$: réaliser 3 extractions liquide/liquide successives au minimum sur l'échantillon brut sans séparation.
 - Si $\text{MES} \geq 250 \text{ mg/l}$: analyser séparément la phase aqueuse et la phase particulaire après filtration ou centrifugation de l'échantillon brut, sauf pour les composés volatils pour lesquels le traitement de l'échantillon brut par filtration est à proscrire. Les composés volatils concernés sont : 3,4 *dichloroaniline*, *Epichlorhydrine*, *Tributylphosphate*, *Acide chloroacétique*, *Benzène*, *Ethylbenzène*, *Isopropylbenzène*, *Toluène*, *Xylènes (Somme o,m,p)*, 1,2,3 *trichlorobenzène*, 1,2,4 *trichlorobenzène*, 1,3,5 *trichlorobenzène*, *Chlorobenzène*, 1,2 *dichlorobenzène*, 1,3 *dichlorobenzène*, 1,4 *dichlorobenzène*, 1 *chloro 2 nitrobenzène*, 1 *chloro 3 nitrobenzène*, 1 *chloro 4 nitrobenzène*, 2 *chlorotoluène*, 3 *chlorotoluène*, 4 *chlorotoluène*, *Nitrobenzène*, 2 *nitrotoluène*, 1,2 *dichloroéthane*, *Chlorure de méthylène*, *Chloroforme*, *Tétrachlorure de carbone*, *chloroprène*, 3 *chloropropène*, 1,1 *dichloroéthane*, 1,1 *dichloroéthylène*, 1,2 *dichloroéthylène*, *hexachloroéthane*, 1,1,2,2 *tétrachloroéthane*, *Tétrachloroéthylène*, 1,1,1 *trichloroéthane*, 1,1,2 *trichloroéthane*, *Trichloroéthylène*, *Chlorure de vinyle*, 2 *chloroaniline*, 3 *chloroaniline*, 4 *chloroaniline* et 4 *chloro 2 nitroaniline*.
 - La restitution pour chaque effluent chargé ($\text{MES} \geq 250 \text{ mg/l}$) sera la suivante pour l'ensemble des substances de l'ANNEXE 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 $\geq 50 \text{ mg/l}$. La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ équivalente dans l'eau de $0,05 \mu\text{g/l}$ pour chaque BDE.

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 5.4 (qui reprend les éléments demandés dans l'annexe 5.3) doit être transmise à l'INERIS par l'exploitant.

Les résultats d'analyses ainsi que les éléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances décrit à l'annexe 5.4 devront être adressés mensuellement par l'exploitant à l'inspection par courrier.

LIMITES DE QUANTIFICATION A ATTEINDRE

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ ² à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l Eaux Résiduaires
Autres	Acide chloroacétique	1465		25
COHV	Chloroforme	1135		1
Paramètres de suivi	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841		30000 300
	Matières en Suspension	1305		2000

- 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 Code Sandre accessible sur <http://sandre.eaufrance.fr/app/References/client.php>.

² La valeur à atteindre pour la limite de quantification (LQ) correspond à la valeur que 50% des prestataires sont capables d'atteindre le plus fréquemment. Ces valeurs sont issues de l'exploitation des LQ transmises par les laboratoires dans le cadre de l'action 3RSDE depuis 2005.

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

