

PRÉFET DES VOSGES

DIRECTION DE LA COORDINATION DE L'EVALUATION ET DU SUIVI DES POLITIQUES PUBLIQUES

Bureau de l'Environnement

Arrêté n°452/2014 du 1 1 FEV. 2014

Prescrivant à la société Initial BTB Eurogant située sur le territoire de la commune de la Bresse une surveillance pérenne des rejets de substances dangereuses dans le milieu aquatique

Le préfet des Vosges, Chevalier de la Légion d'Honneur Chevalier de l'Ordre National du Mérite

- Vu le Code de l'Environnement et notamment son Titre 1^{er} des parties réglementaires et législatives du Livre V ;
- Vu le décret du Président de la République du 22 février 2013 portant nomination de M. Gilbert PAYET en qualité de préfet des Vosges;
- 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/EC du 24 décembre 2008 établissant des normes de qualité environnementale dans le domaine de l'eau;
- Vu la nomenclature des installations classées codifiée à l'annexe de l'article R. 511-9 du Code de l'Environnement ;
- Vu les articles R. 211-11-1 à R. 211-11-3 du Titre 1^{er} du Livre II du Code de l'Environnement relatifs au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- Vu l'arrêté ministériel du 2 février 1998 modifié relatif aux prélèvements et à la consommation d'eau ainsi qu'aux émissions de toute nature des installations classées pour la protection de l'environnement soumises à autorisation;

Adresse postale : Préfecture des Vosges - Place Foch - 88026 EPINAL CEDEX Téléphone : 03 29 69 88 88 - Télécopie : 03 29 82 42 15

- 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 05 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 les actes antérieurement délivrés à l'établissement situé 16, route de Cornimont 88250 LA BRESSE, notamment l'arrêté préfectoral d'autorisation n° 2784/2003 du 4 septembre 2003 ;
- Vu les résultats du rapport établi par le laboratoire SGS Multilab de décembre 2004 référencé JNng présentant les résultats d'analyses menées dans le cadre de la première phase de recherche de substances dangereuses dans l'eau;
- Vu le courrier de l'inspection du 14 janvier 2011 qui a proposé un projet d'arrêté préfectoral ;
- Vu le courrier de l'industriel du 3 février 2011 en réponse ;

Vu le rapport et projet d'arrêté en date du 9 décembre 2013 établis par l'inspecteur de l'environnement;

Vu l'avis favorable du Conseil Départemental de l'Environnement, des Risques Sanitaires et Technologiques dans sa séance du 21 janvier 2014 ;

Vu le projet d'arrêté transmis pour observations éventuelles au pétitionnaire le 22 janvier 2014;

Considérant que ce dernier n'a émis aucune remarque sur le projet d'arrêté;

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,

Arrête

Article 1. - Objet

La société Initial BTB EUROGANT dont le siège social est situé 145, rue de Billancourt – 92514 BOULOGNE-BILLANCOURT Cedex doit respecter, pour son site de production situé 16, route de Cornimont - 88250 LA BRESSE, les prescriptions du présent arrêté préfectoral complémentaire qui visent 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.

Les prescriptions de l'arrêté préfectoral d'autorisation en date du 04 septembre 2003 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 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 aux points 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.
- 2.5. Les mesures de surveillance des rejets aqueux imposées à l'industriel par l'arrêté préfectoral n° 2784/2003 du 4 septembre 2003 sur des substances mentionnées à l'Article 3 du présent arrêté peuvent se substituer à certaines mesures mentionnées à l'Article 3, sous réserve que la fréquence de mesures imposée à l'Article 3 soit respectée et que les modalités de prélèvement et d'analyses pour les mesures de surveillance réalisées en application de l'arrêté préfectoral n° 2784/2003 du 4 septembre 2003 répondent aux exigences de l'annexe 3 du présent arrêté préfectoral complémentaire, notamment sur les limites de quantification.

Article 3. - Mise en œuvre de la surveillance initiale

L'exploitant met en œuvre sous quatre mois à compter de la notification du présent arrêté, le programme de surveillance à chacun des points de rejet des effluents industriels de l'établissement (rejet « bobine » et rejet « gant » dans les conditions suivantes :

Nom du rejet	Substances	Périodicité	Durée de chaque prélèvement	Limite de quantification à atteindre par substance par les laboratoires en µg/l
Eaux industrielles, point de rejet dans la rivière la Moselotte pour le rejet « gants » et dans la station d'épuration de Cornimont pour le rejet « bobines ».	Nonylphénols Cadmium et ses composés Mercure et ses composés Diphényléther polybromés (BDE 47, 99, 100, 154, 153, 183, 209) Tributylétain cation Dibutylétain cation Monobutylétain cation Anthracène Chloroforme Chrome et ses composés Cuivre et ses composés Nickel et ses composés Nickel et ses composés Plomb et ses composés Fluoranthène Naphtalène Tétrachloroéthylène Tétrachloroéthylène Tétrachlorure de carbone 2,4,6 trichlorophénol 2 chlorophénol	Une mesure par mois pendant six mois	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

Pour les substances en italique dans le tableau ci-dessus, la surveillance pourra être abandonnée dès lors qu'elles n'auront pas été détectées au-delà de la limite de quantification LQ définie à l'annexe 1 au présent arrêté durant trois analyses consécutives.

Article 4. - Rapport de synthèse de la surveillance initiale

L'exploitant doit fournir dans un délai maximal de 16 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 adopter un rythme de mesures autre que trimestriel dans le cas où la poursuite de la surveillance devait être envisagée;
- 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 télé-déclaration du ministère chargé de l'environnement prévu à cet effet 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 télé-déclaration 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 1 du présent arrêté (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 Article 4 et Article 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 - En cas d'inobservation des prescriptions fixées par le présent arrêté, il pourra être fait application des sanctions administratives et pénales prévues par la législation sur les installations classées pour la protection de l'environnement.

Article 8 - Le secrétaire général de la préfecture, l'inspecteur de l'environnement et le maire de La Bresse sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté qui sera notifié à la société Initial Eurogant et dont copie sera déposée à la mairie de La Bresse et pourra y être consultée. De plus une autre copie de cet arrêté sera affichée à la mairie de La Bresse pendant une durée minimum d'un mois, publiée sur le site internet de la préfecture des Vosges, pour une durée identique et affichée en permanence de façon visible sur l'exploitation par les soins du pétitionnaire. Un avis sera également inséré, par les soins du préfet des Vosges et aux frais de l'exploitant, dans deux journaux locaux diffusés dans tout le département des Vosges.

Fait à Epinal, le

Le préfet, dour le Préfet et par délégation, Le Segrevaire Général.

Délais et voies de recours

Le présent arrêté peut faire l'objet d'un recours devant le tribunal administratif territorialement compétent, par le pétitionnaire, dans un délai de deux mois à compter de sa notification et par les tiers, dans un délai d'un an à compter de la dernière formalité de publicité, dans les conditions prévues par les articles L 514-6 et R 514-3-1 du code de l'environnement.

ANNEXE 1 - Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses

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

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.

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 http://rsde.ineris.fr.
- 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.

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.

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 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.

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 5667-3¹. 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.

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 :
 - o 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 :
 - o un contrôle de la conformité de l'installation vis-à-vis des precriptions normatives et des constructeurs,

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.

- o 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.

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;
 - A une distance suffisante des parois pour éviter une contamination des échantillons par les dépôts ou les biofilms qui s'y développent.

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.

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 omentionnées dans le rapport d'analyse et en aucun cas soustraites des autres.

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 cidessous, 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'éthoxylates² de nonylphénols (NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates² d'octylphénols (OP1OE et OP2OE). La recherche des éthoxylates peut être effectuée sans surcoût conjointement à celle des nonylphénols et des octylphénols par l'utilisation du projet de norme ISO/DIS 18857-2³.
- 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.
- 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.

² Les éthoxylates de nonylphénols et d'octylphénols constituent à terme une source indirecte de nonylphénols et d'octylphénols dans l'environnement.

³ 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.

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

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

⁶ NF EN 1484 - Analyse des eaux : Lignes directrices pour le dosage du Carbone Organique Total et du Carbone Organique Dissous

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

- 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 volatils concernés 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, chloropropène, 1,1 dichloroéthane, 1,1 dichloroéthylène, 1,2 dichloroéthylène, hexachloroéthane, 1,1,2,2 tétrachloroéthane, Tétrachloroéthylène, 1,1,1 trichloroéthane, 1,1,2 trichloroéthane, Trichloroéthylène, Chlorure de vinyle, 2 chloroaniline, 3 chloroaniline, 4 chloroaniline et 4 chloro 2 nitroaniline.
 - La restitution pour chaque effluent chargé (MES ≥ 250 mg/l) sera la suivante pour l'ensemble des substances de l'ANNEXE 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.

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 ¹	LQ ² à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l Eaux Résiduaires
	and the Carlo		
4XP D 5 P D	The second secon	E166 7 8218	l it (*
Alkylphénols	Octylphénols	1920	0,1
	OPIOE	5370	0.1*
	OP2OE	6371	0.1*
······································	2 chloroaniline	1593	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
	Department Land	1. T. T. Con. 11.	
	Biphényle	1584	0.05
Autres	Epichlorhydrine	1494	0.5
	Tributylphosphate	1847	0.1
	Acide chloroacétique	1465	25
Andrew Market and Andrew Marke	Tétrabromodiphényléther BDE 47	2919	
BDE	Congresses adglicen active (BLMC99) Lasteres exceptationists (BLMC30)	7713 5 6 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7	La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre
	Hexabromodiphenylether BDE 154	2911	d'atteindre une LQ équivalente dans l'eau
	Hexabromodiphényléther BDE 153	2912	de 0,05 μg/l pour chaque BDE.
	Heptabromodiphényléther BDE 183	2910	
	Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815	
	Benzène	1114	
	Ethylbenzène	1497	Į
BTEX	Isopropylbenzène	1633	1
	Toluène	1278	1
	Xylènes (Somme o,m,p)	1780	2
Ihlorobenzènes.	Principal Company Comp	1.172 	12.11 (2.11)
	1,2,3 trichlorobenzène	1630	1
	1,2,4 trichlorobenzène	1283	1
	1,3,5 trichlorobenzène	1629	I
	Chlorobenzène	1467	1
and the control of th	1,2 dichlorobenzène	1165	1
	1,3 dichlorobenzène	1164	1
	1,4 dichlorobenzène	1166	1
	1,2,4,5 tétrachlorobenzène	1631	0.05

Famille	Substances	Code SANDRE ¹	LQ ² à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l Eaux Résiduaires
······································	l-chloro-2-nitrobenzène	1469	0.1
	1-chloro-3-nitrobenzène	1468	0.1
	1-chloro-4-nitrobenzène	1470	0.1
	Pentachlorophénol	1235	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 trichlorophénol	1548	0.1
	2,4,6 trichlorophénol	1549	0.1
	Hexachloropentadiène	2612	0.1
	1,2 dichloroéthane	1161	2
	Chlorure de méthylène	1168	5
	Cinoime ac likeliyiciic	1100	
	Chloroforme	1135	
		1276	() S
	Tetrachlorure de cacione Chloroprène	2611	1 1
	3-chloroprène (chlorure	2065	1
	d'allyle)	2003	1
COHV	1,1 dichloroéthane	1160	5
CONY	1,1 dichloroéthylène	1162	2,5
	1,2 dichloroéthylène	1163	5
	Hexachloroéthane	1656	1
	1,1,2,2 tétrachloroéthane	1271	1
	Tenneblorochylène	1272	1 (1.5)
	1.1,1 trichloroéthane	1284	0.5
	1,1,2 trichloroéthane	1285	1
	Triebloroethyleoc	37.44°	1.5
	Chlorure de vinyle	1753	5
	CHIOTHE de Virigie	102	
	Fluoranthène	1191	0.01
	Naphtalène	1517	0.05
	Naphunene Acénaphtène	1453	0.01
YF A FD		1474	0.01
HAP	nte com tod Circums rubren (k.) Podratumren rubren (k.) Podratumren rubren (g.K.) (forganische Rubren (g.K.) (forganische Rubren (f.C.S-cd) (forganische	1117 1117 1118 1118 1118	(10) (10) (10) (10) (10)
Métaux	California di scolo e scolo e e ca	7.0	September 1
	Plomb et ses composés	1382	5
	Nickel et ses composés	1386	10
	Arsenic et ses composés	1369	5
	Zinc et ses composés	1383	10
	Cuivre et ses composés	1392	5
		1389	5
Organoétains	Chrome et ses composés	1309	3

Page 8 sur 9

Famille	Substances	Code SANDRE ¹	LQ ² à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l Eaux Résiduaires
	Dibutylétain cation	1771	0.02
	Monobutylétain cation	2542	0.02
-	Triphénylétain cation	6372	0.02
	PCB 28	1239	0.01
	PCB 52	1241	0.01
	PCB 101	1242	0.01
PCB	PCB 118	1243	0.01
	PCB 138	1244	0.01
	PCB 153	1245	0.01
	PCB 180	1246	0.01
	Trifluraline	1289	0.05
	Alachlore	1101	0.02
Pesticides	Atrazine	1107	0.03
	Chlorfenvinphos	1464	0.05
	Chlorpyrifos	1083	0.05
	Diuron	1177	0.05
		H2# 1 \$300 1 132	Comments of the Comments of th
	Isoproturon	1208	V.Ü5
	Simazine	1253	0.03
Paramètres de Suivi	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841	30000 300
	Matières en Suspension	1305	2000

3.6	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)
0.000	Autres substances pertinentes issues de la liste I de la directive 2006/11/CE (anciennement Directive
hand the same of t	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

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



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.