



PRÉFET DU VAR

Préfecture
Direction de l'action territoriale de l'Etat
Bureau du Développement Durable

Arrêté complémentaire en date du

29 NOV. 2012

modifiant les dispositions de l'arrêté préfectoral complémentaire du 29 juin 2010
modifié par arrêté du 27 juillet 2012
portant sur les rejets de substances dangereuses dans le milieu aquatique
sur l'installation de stockage de déchets non dangereux sise lieu-dit Roumagayrol

Commune de PIERREFEU DU VAR

Société SOVATRAM

Le Préfet du Var,
Chevalier de la Légion d'Honneur,
Chevalier de l'Ordre National du Mérite,

VU la directive 2008/105/EC du 24 décembre 2008 établissant des normes de qualité environnementale dans le domaine de l'eau ;

VU la directive 2006/11/CE concernant la pollution causée par certaines substances dangereuses déversées dans le milieu aquatique de la Communauté ;

VU la directive 2000/60/CE du 23 octobre 2000 établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau (DCE) ;

VU le code de l'environnement et notamment son titre 1^{er} es parties réglementaires et législatives du Livre V ;

VU la nomenclature des installations classées codifiée à l'annexe de l'article R511-9 du code de l'environnement ;

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 et des déchets ;

VU l'arrêté ministériel du 25 janvier 2010 modifié relatif aux méthodes et critères d'évaluation de l'état écologique, de l'état chimique et du potentiel écologique des eaux de surface pris en application des articles R.212-10, R.212-11 et R.212-18 du code de l'environnement ;

VU l'arrêté du 12 janvier 2010 modifié relatif aux méthodes et aux critères à mettre en œuvre pour délimiter et classer les masses d'eau et dresser l'état des lieux prévu à l'article R. 212-3 du code de l'environnement ;

VU l'arrêté du 26 juillet 2010 approuvant le schéma national des données sur l'eau ;

VU 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 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 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 ;

VU les notes du DGPR aux services du 23 mars 2010 et 27 avril 2011 ;

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 6 novembre 2003 modifié, autorisant la société SOVATRAM à exercer ses activités relevant de la nomenclature des installations classées pour la protection de l'environnement, sur le territoire de la commune de PIERREFEU-DU-VAR, lieu-dit Roumagayrol ;

VU l'arrêté préfectoral complémentaire du 29 juin 2010 prescrivant la surveillance initiale des rejets de substances dangereuses dans le milieu aquatique sur cette installation de stockage de déchets non dangereux ;

VU la demande de l'exploitant du 18 avril 2012 pour bénéficier des nouvelles dispositions de la note d'instruction ministérielle du 27 avril 2011 pour fixer les conditions d'abandon de la surveillance pérenne et pour fixer les conditions de réalisation des programmes d'action et études technico-économiques ;

VU l'arrêté préfectoral complémentaire du 27 juillet 2012 modifiant les prescriptions de l'arrêté préfectoral complémentaire du 29 juin 2010 portant sur les rejets de substances dangereuses dans le milieu aquatique ;

VU le rapport établi par la société APAVE référencé n° 5423852-001-1 et daté du 6 septembre 2011 présentant les résultats d'analyses menées dans le cadre de la recherche initiale de substances dangereuses dans les rejets aqueux de l'établissement ;

VU le rapport de l'inspection des installations classées en date du 6 août 2012 ;

VU l'avis du CODERST du 12 septembre 2012 ;

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 puis de déclarer les niveaux d'émission de ces substances dangereuses afin de proposer le cas échéant des mesures de réduction ou de suppression adaptées ;

Considérant l'action nationale 2010 relative au déploiement de l'application GIDAF (Gestion informatisée des données d'auto surveillance fréquentes) au niveau national fixée par la circulaire du 13/01/10 relative aux thèmes d'actions nationales de l'inspection des Installations classées et de la sécurité industrielle pour l'année 2010 ;

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 :

La société SOVATRAM, groupe PIZZORNO, dont le siège social est situé au 109, rue Jean AICARD - 83300 Draguignan doit respecter, pour ses installations sisées lieu-dit Roumagayrol à Pierrefeu-du-Var les modalités du présent arrêté préfectoral complémentaire qui vise à fixer les modalités de surveillance et de déclaration des rejets de substances dangereuses dans l'eau qui ont été identifiées à l'issue de la surveillance initiale.

ARTICLE 2 :

Les dispositions de l'article 2 de l'arrêté complémentaire du 29 juin 2010 modifié, sont abrogées et remplacées par les dispositions suivantes :

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 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 5** du présent arrêté :

1. Justificatifs d'accréditations sur les opérations de prélèvements (si disponible) et d'analyse de substances dans la matrice « eaux résiduaires » comprenant a minima :
 - a. Numéro d'accréditation
 - b. Extrait de l'annexe technique sur les substances concernées
2. Liste de références en matière d'opérations de prélèvements de substances dangereuses dans les rejets industriels ;

3. Tableau des performances et d'assurance qualité précisant les limites de quantification pour l'analyse des substances (**annexe 2** du présent arrêté) qui doivent être inférieures ou égales à celles de l'**annexe 5** ;
4. Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions 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, les procédures qu'il aura établies démontrant la fiabilité et la reproductibilité de ses pratiques de prélèvement et de mesure de débit, accompagné par une attestation réalisée, par l'organisme retenu pour la réalisation des mesures ou tout organisme compétent démontrant, l'adéquation de ces procédures aux exigences de l'**annexe 5**.

Ces procédures doivent intégrer les points détaillés au paragraphe 3 de l'**annexe 5** et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

Pour avoir l'autorisation de bénéficier de cette disposition, l'exploitant doit transmettre les éléments à l'inspection des installations classées, :

- ✓ 1 mois avant le début de la surveillance pérenne définie à l'article 3 du présent arrêté ;

2.5 Pour les substances faisant déjà l'objet d'une autosurveillance mensuelle prescrite par arrêté préfectoral, l'exploitant peut demander à ce qu'elles soient exclues des mesures réalisées au titre de l'article 3 :

- lorsque les résultats de l'auto surveillance sont supérieurs à zéro,
- ou lorsque les méthodes de mesure ont une limite de quantification inférieure ou égale à celle définie en **annexe 5**.

ARTICLE 3 :

L'article 3 de l'arrêté préfectoral complémentaire du 29 juin 2010 modifié est remplacé par les dispositions suivantes :

Article 3 : Mise en œuvre de la surveillance pérenne

L'exploitant met en œuvre au plus tard 3 mois après notification du présent arrêté le programme de surveillance au(x) point(s) de rejet des effluents industriels de l'établissement dans les conditions fixées à l'**annexe 1** du présent arrêté

ARTICLE 4 :

L'article 4 de l'arrêté préfectoral complémentaire du 29 juin 2010 modifié, est remplacé par les dispositions suivantes :

Article 4 : Rapport de synthèse de la surveillance pérenne

L'exploitant doit fournir à l'inspection des installations classées au plus tard 36 mois après notification du présent arrêté à l'exploitant un rapport de synthèse de la surveillance pérenne comprenant notamment :

- 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 la concentration minimale, maximale et moyenne mesurées sur l'ensemble des mesures, ainsi que le flux minimal, maximal et moyen calculés à partir de l'ensemble de ces mesures et les limites de quantification pour chaque mesure ;

- l'ensemble des rapports d'analyses réalisées en application du présent arrêté ;
- l'ensemble des éléments permettant d'attester de la traçabilité de ces opérations de prélèvement et de mesure de débit et permettant de vérifier le respect des dispositions de l'**article 2** du présent arrêté ;
- 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 ;

ARTICLE 5 :

L'article 5.1 de l'arrêté préfectoral complémentaire du 29 juin 2010 modifié est complété par les dispositions suivantes :

5.1 Déclaration des données relatives à la surveillance des rejets aqueux

Les résultats des mesures du mois N réalisées en application de l'**article 3** du présent arrêté sont saisis sur le site de télédéclaration du ministère chargé de l'environnement prévu à cet effet à savoir GIDAF <https://gidaf.developpement-durable.gouv.fr/> avant la fin du mois N+1.

L'article 5.2 de l'arrêté préfectoral complémentaire du 29 juin 2010 modifié est remplacé par les dispositions suivantes :

5.2 Déclaration annuelle des émissions polluantes

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

ARTICLE 6 : Notification et publicité

La présente décision sera notifiée au pétitionnaire.

Une copie du présent arrêté sera déposée en mairie de Pierrefeu-du-Var et pourra y être consultée.

Un extrait dudit arrêté, énumérant notamment les motifs et considérants principaux qui ont fondé la décision ainsi que les prescriptions auxquelles l'installation est soumise, sera affichée en mairie pendant une durée d'un mois minimum. Procès-verbal de l'accomplissement de cette formalité sera dressé par les soins du Maire de Pierrefeu-du-Var.

Le même extrait sera publié sur le site internet de la préfecture pour une durée identique et affiché en permanence de façon visible dans l'installation par les soins du bénéficiaire de l'autorisation.

Un avis sera inséré par les soins du Préfet et au frais de l'exploitant dans deux journaux locaux ou régionaux diffusés.

ARTICLE 7 :

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 8 : Voies de recours et délais

La présente décision peut être déférée à la juridiction administrative :

- par l'exploitant, dans un délai de deux mois à compter de la notification de l'acte,
- par les tiers, dans un délai d'un an à compter de la publication ou de l'affichage de l'acte.

ARTICLE 9 :

Le secrétaire Général de la Préfecture du Var, le Maire de Pierrefeu-du-Var, l'inspecteur des installations classées auprès de la Direction Régionale de l'Environnement, de l'Aménagement et du Logement, sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté dont copie sera adressée au Directeur Régional de l'Environnement, de l'Aménagement et du Logement, au Directeur Départemental des Territoires et de la Mer.

Pour le Préfet et par délégation,
Le Secrétaire Général

Pierre GAUDIN

ANNEXE 1

Substances devant faire l'objet d'une surveillance pérenne tel que défini à l'article 3

Nom du rejet	Substance	Périodicité des mesures	Nombre de mesures/2,5 ans	Durée de chaque prélèvement	Limite de quantification à atteindre par substance par les laboratoires en µg/l (source : annexe 5.2 du document en annexe 5)
1- Point de rejet de station	Nonylphénols	1 mesure par trimestre (<i>la périodicité peut être adaptée sur justification de l'exploitant</i>)	10 mesures trimestrielles en 2,5 années.	24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation (<i>la durée peut être adaptée sur justification de l'exploitant selon son activité</i>)	0.1 pour la somme des deux substances (1957 et 1958)

VU pour être annexé à
l'arrêté en date du 29 NOV. 2012
Pour le Préfet et par délégation,
Le Secrétaire Général
Toulon, le 29 NOV. 2012
Pierre GAUDIN

ANNEXE 2 - Tableau des performances et assurance qualité à renseigner par le laboratoire et à restituer à l'exploitant
 (copie de l'annexe 5.6 de la circulaire RSDE du 5 janvier 2009, téléchargeable sur le site <http://rsde.neris.fr/>)

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eaux résiduaires)
Alkylphénols	4 (para) nonylphénol	1958		
	Para-tert-octylphénol	1959		
Anilines	3,4 dichloroaniline	1586		
Autres	Chloroalcanes C ₁₀ -C ₁₃	1955		
	Biphényle	1584		
	Epichlorhydrine	1494		
	Tributylphosphate	1847		
	Acide chloroacétique	1465		
BDE	Tétrabromodiphényléther BDE 47	2919		
	Pentabromodiphényléther BDE 99	2916		
	Pentabromodiphényléther BDE 100	2915		
	Hexabromodiphényléther BDE 154	2911		
	Hexabromodiphényléther BDE 153	2912		
	Heptabromodiphényléther BDE 183	2910		
	Décabromodiphényléther BDE 209	1815		
BTEX	Benzène	1114		
	Ethylbenzène	1497		
	Isopropylbenzène	1633		
	Toluène	1278		
	Xylènes (Somme o,m,p)	1780		
Chlorobenzènes	Hexachlorobenzène	1199		
	Pentachlorobenzène	1888		
	1,2,3 trichlorobenzène	1630		
	Chlorobenzène	1467		
	1,2 dichlorobenzène	1165		
Chlorophénols	Pentachlorophénol	1235		
	4-chloro-3-méthylphénol	1636		
	2 chlorophénol	1471		
	2,4 dichlorophénol	1486		
	2,4,5 trichlorophénol	1548		
	2,4,6 trichlorophénol	1549		
COHV	1,2 dichloroéthane	1161		
	Chlorure de méthylène	1168		
	Hexachlorobutadiène	1652		
	Chloroforme	1135		
	Tétrachlorure de carbone	1276		
	1,1 dichloroéthylène	1162		
	1,2 dichloroéthylène	1163		
	Tétrachloroéthylène	1272		
	Trichloroéthylène	1286		
HAP	Anthracène	1458		
	Fluoranthène	1191		
	Naphtalène	1517		
	Benzo (a) Pyrène	1115		
	Benzo (b) Fluoranthène	1116		
	Benzo (g,h,i) Pérylène	1118		
	Benzo (k) Fluoranthène	1117		
	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	1204		
Métaux	Cadmium et ses composés	1388		

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eaux résiduaires)
Plomb et ses composés	Plomb et ses composés	1382		
	Mercure et ses composés	1387		
	Nickel et ses composés	1386		
	Arsenic et ses composés	1369		
	Zinc et ses composés	1383		
	Cuivre et ses composés	1392		
	Chrome et ses composés	1389		
Organoétains	Tributylétain	1820		
	Tributylétain cation	2879		
	Dibutylétain	1771		
	Monobutylétain	2542		
PCB	PCB 101	1242		
	PCB 153	1245		
Pesticides	Trifluraline	1289		
	Alachlore	1101		
	Atrazine	1107		
	Chlorfenvinphos	1464		
	Chlorpyrifos	1083		
	Diuron	1177		
	Alpha Endosulfan	1178		
	béta Endosulfan	1179		
	alpha Hexachlorocyclohexane	1200		
	gamma isomère Lindane	1203		
	Isoproturon	1208		
	Simazine	1263		
Paramètres de suivi	Demande Chimique en Oxygène	1314		
	Matières en Suspension	1305		

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

Je soussigné(e) , << Nom, qualité >>

Coordonnées de l'entreprise :

.....

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

.....

.....

- ❖ reconnais avoir reçu et avoir pris connaissance des prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses pour la mise en œuvre de la deuxième phase de l'action nationale de recherche et de réduction des rejets de substances dangereuses pour le milieu aquatique et des documents auxquels il fait référence.
- ❖ m'engage à restituer les résultats dans un délai de 1 mois après réalisation de chaque prélèvement¹
- ❖ reconnais les accepter et les appliquer sans réserve.

A :

Le :

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

Signature :

Cachet de la société :

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

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.

ANNEXE 4 - Eléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances

(copie de l'annexe 5.5 de la circulaire RSDE du 5 janvier 2009, téléchargeable sur le site <http://rsde.ineris.fr>)

Conditions de prélèvement et d'analyses

Résultats d'analyses

ANNEXE 5 : Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyse

Voir document ci-annexé (version du 25/04/2012)

Les prescriptions précisées dans cette annexe sont susceptibles de rectification.

La version en cours de validité est téléchargeable sur le site <http://rsde.ineris.fr/>

Annexe 5 :
Prescriptions techniques applicables aux
opérations de prélèvements et d'analyses

Rectificatif annexe 5 version du 25/04/2012

SOMMAIRE

1	INTRODUCTION	3
2	PRESCRIPTIONS GENERALES	3
3	OPERATIONS DE PRELEVEMENT	4
3.1	OPERATEURS DU PRELEVEMENT	4
3.2	CONDITIONS GENERALES DU PRELEVEMENT	4
3.3	MESURE DE DEBIT EN CONTINU	5
3.4	PRELEVEMENT CONTINU SUR 24 HEURES A TEMPERATURE CONTROLEE	5
3.5	ECHANTILLON	6
3.6	BLANCS DE PRELEVEMENT	6
4	ANALYSES	7
5	TRANSMISSION DES RESULTATS	9
6	LISTE DES ANNEXES	10

1 INTRODUCTION

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

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

2 PRESCRIPTIONS GENERALES

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

- Etre accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la matrice « Eaux Résiduaires », pour chaque substance à analyser. Afin de justifier de cette accréditation, le laboratoire devra fournir à l'exploitant l'ensemble des documents listés à l'annexe 5.5 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.neris.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 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 OPERATIONS DE PRELEVEMENT

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

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

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

3.1 OPERATEURS DU PRELEVEMENT

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

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

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

3.2 CONDITIONS GENERALES 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.

¹ La norme NF EN ISO 5667-3 est un Guide de Bonne Pratique. Quand des différences existent entre la norme NF EN ISO 5667-3 et la norme analytique spécifique à la substance, c'est toujours les prescriptions de la norme analytique qui prévalent.

3.3 MESURE DE DEBIT EN CONTINU

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

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 œuvre.
- ↳ 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 $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$** , 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 PRELEVEMENT

Blanc du système de prélèvement :

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

- ↳ Si un blanc du système de prélèvement est réalisé, il est recommandé de suivre les prescriptions suivantes :
 - il devra être fait obligatoirement sur une **durée de 3 heures minimum**. Il pourra être réalisé en laboratoire en faisant circuler de l'eau exempte de micropolluants dans le système de prélèvement.
- ↳ Les critères d'acceptation et de prise en compte du blanc seront les suivants :
 - si valeur du blanc < LQ : ne pas soustraire les résultats du blanc du système de prélèvement des résultats de l'effluent
 - si valeur du blanc \geq 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 soustraîtes 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'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.

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

- ↳ 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. notes⁴,⁵,⁶ et⁷) 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.
- ↳ 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 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 \geq à 50 mg/l. La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ équivalente dans l'eau de 0,05 $\mu\text{g/l}$ pour chaque BDE.

utilisant l'extraction sur phase solide et chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse après dérivation. 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

5 TRANSMISSION DES RESULTATS

L'application informatique GIDAF (Gestion Informatisée des Données d'autosurveillance fréquente) permettra à terme la saisie directe des informations demandées par l'annexe 5.3 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.

6 LISTE DES ANNEXES

Repère	Désignation	Nombre de pages
ANNEXE 5.1	SUBSTANCES A SURVEILLER	3
ANNEXE 5.2	LIMITES DE QUANTIFICATION A ATTEINDRE PAR SUBSTANCE	3
ANNEXE 5.3	INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE RESTITUTION AU FORMAT SANDRE	3
ANNEXE 5.4	TRAME DE RESTITUTION DES INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE FIGURANT A L'ANNEXE 5.3	1
ANNEXE 5.5	LISTE DES PIECES A FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATAIRE DE L'EXPLOITANT	5

ANNEXE 5.1 : SUBSTANCES A SURVEILLER

*Rectificatif annexe 5.1 version du 25/04/2012**Modifications apportées*

NP1OE (code sandre 6366), NP2OE (code sandre 6369), OP1OE (code sandre 6370), OP2OE (code sandre 6371), triphénylétain cation (code sandre 6372)

Nonylphénols : analyse des Nonylphénols de numéro CAS 25154-52-3 (code sandre 1957) et 84852-15-3 (code sandre 1958). Restitution sous le code sandre 6598 (code regroupant les codes sandre 1957 et 1958).

Octylphénols : analyse des Octylphénols de numéro CAS 1806-26-4 (code sandre 1920) et 140-66-9 (code sandre 1959). Restitution sous le code sandre 6600 (code regroupant les codes sandre 1920 et 1959).

Dibutylétain : code sandre 1771 gelé ; nouveau code sandre 7074

Famille	Substances ¹	Code SANDRE ²	n°DCE ³	n°76/464 ⁴
Alkylphénols	Nonylphénols	6598	24	
	NP1OE	6366		
	NP2OE	6369		
	Octylphénols	6600	25	
	OP1OE	6370		
	OP2OE	6371		
Anilines	2 chloroaniline	1593		17
	3 chloroaniline	1592		18
	4 chloroaniline	1591		19
	4-chloro-2 nitroaniline	1594		27
	3,4 dichloroaniline	1586		52
Autres	Chloroalcanes C ₁₀ -C ₁₃	1955	7	
	Biphényle	1584		11
	Epichlorhydrine	1494		78
	Tributylphosphate	1847		114
	Acide chloroacétique	1465		16
BDE	Tétrabromodiphényléther BDE 47	2919	5	
	Pentabromodiphényléther (BDE 99)	2916	5	
	Pentabromodiphényléther (BDE 100)	2915	5	
	Hexabromodiphényléther BDE 154	2911	5	
	Hexabromodiphényléther BDE 153	2912	5	
	Heptabromodiphényléther BDE 183	2910	5	
	Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815	5	
BTEX	Benzène	1114	4	7
	Ethylbenzène	1497		79
	Isopropylbenzène	1633		87
	Toluène	1278		112
	Xylènes (Somme o,m,p)	1780		129
Chlorobenzènes	Hexachlorobenzène	1199	16	83
	Pentachlorobenzène	1883	26	
	1,2,3 trichlorobenzène	1630	31	117

Famille	Substances ¹	Code SANDRE ²	n°DCE ³	n°76/464 ⁴
Chlorophénols	1,2,4 trichlorobenzène	1283	31	118
	1,3,5 trichlorobenzène	1629		117
	Chlorobenzène	1467		20
	1,2 dichlorobenzène	1165		53
	1,3 dichlorobenzène	1164		54
	1,4 dichlorobenzène	1166		55
	1,2,4,5 tétrachlorobenzène	1631		109
	1-chloro-2-nitrobenzène	1469		28
	1-chloro-3-nitrobenzène	1468		29
	1-chloro-4-nitrobenzène	1470		30
COHV	Pentachlorophénol	1235	27	102
	4-chloro-3-méthylphénol	1636		24
	2 chlorophénol	1471		33
	3 chlorophénol	1651		34
	4 chlorophénol	1650		35
	2,4 dichlorophénol	1486		64
	2,4,5 trichlorophénol	1548		122
	2,4,6 trichlorophénol	1549		122
	Hexachloropentadiène	2612		
	1,2 dichloroéthane	1161	10	59
Chlorotolènes	Chlorure de méthylène	1168	11	62
	Hexachlorobutadiène	1652	17	84
	Chloroforme	1135	32	23
	Tétrachlorure de carbone	1276		13
	Chloroprène	2611		36
	3-chloroprène (chlorure d'allyle)	2065		37
	1,1 dichloroéthane	1160		58
	1,1 dichloroéthylène	1162		60
	1,2 dichloroéthylène	1163		61
	Hexachloroéthane	1656		86
HAP	1,1,2,2 tétrachloroéthane	1271		110
	Tétrachloroéthylène	1272		111
	1,1,1 trichloroéthane	1284		119
	1,1,2 trichloroéthane	1285		120
	Trichloroéthylène	1286		121
	Chlorure de vinyle	1753		128
	2-chlorotoluène	1602		38
	3-chlorotoluène	1601		39
	4-chlorotoluène	1600		40
	Anthracène	1458	2	3
Métaux	Fluoranthène	1191	15	
	Naphtalène	1517	22	96
	Acénaphthène	1453		
	Benzo (a) Pyrène	1115	28	
	Benzo (b) Fluoranthène	1116	28	
	Benzo (g,h,i) Pérylène	1118	28	
	Benzo (k) Fluoranthène	1117	28	
Métaux	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	1204	28	
	Cadmium et ses composés	1388	6	12

Famille	Substances ¹	Code SANDRE ²	n°DCE ³	n°76/464 ⁴
	Plomb et ses composés	1382	20	
	Mercure et ses composés	1387	21	92
	Nickel et ses composés	1386	23	
	Arsenic et ses composés	1369		4
	Zinc et ses composés	1383		133
	Cuivre et ses composés	1392		134
	Chrome et ses composés	1389		136
Nitro aromatiques	2-nitrotoluène	2613		
	Nitrobenzène	2614		
Organétains	Tributylétain cation	2879	30	115
	Dibutylétain cation	7074		49,50,51
	Monobutylétain cation	2542		
	Triphénylétain cation	6372		125,126,127
PCB	PCB 28	1239		101
	PCB 52	1241		
	PCB 101	1242		
	PCB 118	1243		
	PCB 138	1244		
	PCB 153	1245		
	PCB 180	1246		
Pesticides	Trifluraline	1289	33	
	Alachlore	1101	1	
	Atrazine	1107	3	
	Chlorfenvinphos	1464	8	
	Chlorpyrifos	1083	9	
	Diuron	1177	13	
	Alpha Endosulfan	1178	14	
	béta Endosulfan	1179	14	
	alpha Hexachlorocyclohexane	1200	18	
	gamma isomère Lindane	1203	18	
	Isoproturon	1208	19	
	Simazine	1263	29	
Paramètres de suivi	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841		
	Matières en Suspension	1305		

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

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

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

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

■ Autres paramètres

¹ : Les groupes de substances sont indiqués en italique.

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

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

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

ANNEXE 5.2 : LIMITES DE QUANTIFICATION A ATTEINDRE

*Rectificatif annexe 5.2 version du 25/04/2012**Modifications apportées*

NP1OE (code sandre 6366), NP2OE (code sandre 6369), OP1OE (code sandre 6370), OP2OE (code sandre 6371), triphénylétain cation (code sandre 6372)

Réintégration des familles Nitro-aromatiques et Chlorotoluènes

Nonylphénols : analyse des Nonylphénols de numéro CAS 25154-52-3 (code sandre 1957) et 84852-15-3 (code sandre 1958). Restitution sous le code sandre 6598 (code regroupant les codes sandre 1957 et 1958).

Octylphénols : analyse des Octylphénols de numéro CAS 1806-26-4 (code sandre 1920) et 140-66-9 (code sandre 1959). Restitution sous le code sandre 6600 (code regroupant les codes sandre 1920 et 1959).

Dibutylétain : code sandre 1771 gelé ; nouveau code sandre 7074

Famille	Substances	Codes SANDRE	LQ ^{Erreur ! Signet non défini.} à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l Eaux Résiduaires
Alkylphénols	Nonylphénols	6598= 1957 ^{**} + 1958	0.1 pour la somme des deux substances (1957 et 1958)
	NP1OE	6366	0.1* pour l'ensemble des substances
	NP2OE	6369	0.1* pour l'ensemble des substances
	Octylphénols	6600 = 1920 + 1959	0.1 pour la somme des deux substances (1920 et 1959)
	OP1OE	6370	0.1*
	OP2OE	6371	0.1*
Anilines	2 chloroaniline	1593	0.1
	3 chloroaniline	1592	0.1
	4 chloroaniline	1591	0.1
	4-chloro-2 nitroaniline	1594	0.1
	3,4 dichloroaniline	1586	0.1
Autres	Chloroalcanes C ₁₀ -C ₁₃	1955	10
	Biphényle	1584	0.05
	Epichlorhydrine	1494	0.5
	Tributylphosphate	1847	0.1
	Acide chloroacétique	1465	25

Famille	Substances	Codes SANDRE ^{Erreur ! Signet non défini.}	LQ ^{Erreur ! Signet non défini.} à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l Eaux Résiduaires
BDE	Tétrabromodiphényléther BDE 47	2919	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.
	Pentabromodiphényléther (BDE 99)	2916	
	Pentabromodiphényléther (BDE 100)	2915	
	Hexabromodiphényléther BDE 154	2911	
	Hexabromodiphényléther BDE 153	2912	
	Heptabromodiphényléther BDE 183	2910	
BTEX	Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815	
	Benzène	1114	1
	Ethylbenzène	1497	1
	Isopropylbenzène	1633	1
	Toluène	1278	1
Chlorobenzènes	Xylènes (Somme o,m,p)	1780	2
	Hexachlorobenzène	1199	0.01
	Pentachlorobenzène	1888	0.02
	1,2,3 trichlorobenzène	1630	1
	1,2,4 trichlorobenzène	1283	1
	1,3,5 trichlorobenzène	1629	1
	Chlorobenzène	1467	1
	1,2 dichlorobenzène	1165	1
	1,3 dichlorobenzène	1164	1
	1,4 dichlorobenzène	1166	1
	1,2,4,5 tétrachlorobenzène	1631	0.05
	1-chloro-2-nitrobenzène	1469	0.1
	1-chloro-3-nitrobenzène	1468	0.1
	1-chloro-4-nitrobenzène	1470	0.1
Chlorophénols	Pentachlorophénol	1235	0.1
	4-chloro-3-méthylphénol	1636	0.1
	2 chlorophénol	1471	0.1
	3 chlorophénol	1651	0.1
	4 chlorophénol	1650	0.1
	2,4 dichlorophénol	1486	0.1
	2,4,5 trichlorophénol	1548	0.1
	2,4,6 trichlorophénol	1549	0.1
COHV	Hexachloropentadiène	2612	0.1

Famille	Substances	Codes SANDRE ^{Erreur ! Signet non défini.}	LQ ^{Erreur ! Signet non défini. à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l} Eaux Résiduaires
<i>Chlorotoluenes</i>	1,2 dichloroéthane	1161	2
	Chlorure de méthylène	1168	5
	1,1,1,2 tetrachlorobutadiène	1652	0.5
	Chloroforme	1135	1
	Tétrachlorure de carbone	1276	0.5
	Chloroprène	2611	1
	3-chloroprène (chlorure d'allyle)	2065	1
	1,1 dichloroéthane	1160	5
	1,1 dichloroéthylène	1162	2.5
	1,2 dichloroéthylène	1163	5
	Hexachloroéthane	1656	1
	1,1,2,2 tétrachloroéthane	1271	1
	Tétrachloroéthylène	1272	0.5
	1,1,1 trichloroéthane	1284	0.5
	1,1,2 trichloroéthane	1285	1
	Trichloroéthylène	1286	0.5
	Chlorure de vinyle	1753	5
<i>HAP</i>	2-chlorotoluène	1602	1
	3-chlorotoluène	1601	1
	4-chlorotoluène	1600	1
<i>Métaux</i>	Anthracène	1458	0.01
	Fluoranthène	1191	0.01
	Naphtalène	1517	0.05
	Acénaphthène	1453	0.01
	Benzo (a) Pyrène	1115	0.01
	Benzo (k) Fluoranthène	1117	0.01
	Benzo (b) Fluoranthène	1116	0.01
	Benzo (g,h,i) Péryène	1118	0.01
	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	1204	0.01
<i>Nitro aromatiques</i>	Cadmium et ses composés	1388	2
	Plomb et ses composés	1382	5
	Mercure et ses composés	1387	0.5
	Nickel et ses composés	1386	10
	Arsenic et ses composés	1369	5
	Zinc et ses composés	1383	10
	Cuivre et ses composés	1392	5
	Chrome et ses composés	1389	5
	2-nitrotoluène	2613	0.2
	Nitrobenzène	2614	0.2

Famille	Substances	Codes SANDRE ^{Erreur ! Signet non défini.}	LQ ^{Erreur ! Signet non défini.} à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l Eaux Résiduaires
<i>Organoétains</i>	Tributylétain cation	2879	0.02
	Dibutylétain cation	7074	0.02
	Monobutylétain cation	2542	0.02
	Triphénylétain cation	6372	0.02
<i>PCB</i>	PCB 28	1239	0.01
	PCB 52	1241	0.01
	PCB 101	1242	0.01
	PCB 118	1243	0.01
	PCB 138	1244	0.01
	PCB 153	1245	0.01
	PCB 180	1246	0.01
<i>Pesticides</i>	Trifluraline	1289	0.05
	Alachlore	1101	0.02
	Atrazine	1107	0.03
	Chlorfenvinphos	1464	0.05
	Chlorpyrifos ethyl	1083	0.05
	Diuron	1177	0.05
	Apha Endosulfan	1178	0.02
	beta Endosulfan	1179	0.02
	alpha Hexachlorocyclohexane	1200	0.02
	gamma isomère Lindane	1203	0.02
<i>Paramètres de suivi</i>	Isoproturon	1208	0.05
	Simazine	1263	0.03
	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841	30000 300
	Matières en Suspension	1305	2000

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

ⁱⁱ 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.

ⁱⁱⁱ Le code Sandre 1957 englobe également le code Sandre 5474 (CAS 104-40-50)

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

ANNEXE 5.3 : INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE RESTITUTION AU FORMAT SANDRE

Rectificatif annexe 5.3 version du 25/04/2012

Modifications apportées

Fraction analysée : remplacement du code sandre 41 : MES brutes par le code sandre 156 : phase particulière de l'eau

POUR CHAQUE PRELEVEMENT : INFORMATIONS DEMANDEES		
Critère SANDRE	Valeurs possibles	Exemples de restitution
IDENTIFICATION DE L'ORGANISME DE PRELEVEMENT	Imposé	Code Sandre du prestataire de prélèvement Code exploitant
IDENTIFICATION DE L'ECHANTILLON	Texte	Champ libre permettant d'identifier l'échantillon. Référence donnée par le laboratoire
TYPE DE PRELEVEMENT	Liste déroulante	- Asservi au débit - Proportionnel au temps - Prélèvement ponctuel
PERIODE DE PRELEVEMENT_DATE_DEBUT	Date	Date de début Format JJ/MM/AAAA
DUREE DE PRELEVEMENT	Nombre	Durée en Nombre d'heures
REFERENTIEL DE PRELEVEMENT	Texte	Champ destiné à recevoir la référence à la norme de prélèvement
DATE DERNIER CONTROLE METROLOGIQUE DU DEBITMETRE	Date	Renseigne la date du dernier contrôle métrologique valide du débitmètre
NOMBRE D'ECHANTILLON	Nombre entier	Nombre de prélèvements pour constituer l'échantillon moyen (valeur par défaut 1)
BLANC SYSTEME PRELEVEMENT		Oui, Non
BLANC ATMOSPHERE		Oui, Non
DATE DE PRISE EN CHARGE PAR LE LABORATOIRE	Date	Date d'arrivée au laboratoire Format JJ/MM/AAAA
IDENTIFICATION LABORATOIRE PRINCIPAL ANALYSE		Code Sandre Laboratoire
TEMPERATURE DE L'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 SANDRE PARAMETRE	Imposé	
DATE DE DEBUT D'ANALYSE PAR LE LABORATOIRE	Date	Date de début d'analyse par le laboratoire Format JJ/MM/AAAA
NOM PARAMETRE	Imposé	Nom sandre
REFERENTIEL	Imposé	<i>Analyse réalisée sous accréditation</i> <i>Analyse réalisée hors accréditation</i>
NUMERO DOSSIER ACCREDITATION		Numéro d'accréditation De type N°X-XXXX
FRACTION ANALYSEE	Imposé	3 : Phase aqueuse de l'eau 23 : Eau brute 156 : Phase particulière de l'eau
METHODE DE PREPARATION	L / L SPE SBSE SPE disk. L / S (MES) ASE (MES) SOXHLET (MES) Minéralisation Eau régale Minéralisation Acide nitrique Minéralisation autre	
TECHNIQUE DE DETECTION	FID TCD ECD GC/MS LC/MS GC/MS/MS GC/LRMS GC/LRMS/MS LC/MS/MS GC/HRMS GC/HRMS/MS FAAS ZAAS ICP/OES ICP/MS HPLC-DAD HPLC FLUO HPLC UV	
METHODE D'ANALYSE (norme ou à défaut le type de méthode)	texte	

POUR CHAQUE PARAMETRE ET POUR CHAQUE FRACTION ANALYSEE : INFORMATIONS DEMANDEES			
Critère SANDRE		Valeurs possibles	Exemples de restitution
LIMITE DE QUANTIFICATION	Valeur	Libre (numérique)	Libre (numérique)
	Unité	Imposé	EAU BRUTE : $\mu\text{g/l}$; PHASE AQUEUSE : $\mu\text{g/l}$, PHASE PARTICULAIRE : $\mu\text{g/kg}$ sauf MES, DCO ou COT (unité en mg/l)
	Incertainude 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 : $\mu\text{g/l}$, PHASE PARTICULAIRE : $\mu\text{g/kg}$
	Incertainude avec facteur d'élargissement ($k=2$)	Libre (numérique)	Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15
CODE REMARQUE DE L'ANALYSE		Imposé	Code 0 : Analyse non faite Code 1 : Résultat \geq limite de quantification Code 10 : Résultat < limite de quantification
CONFIRMATION DU RESULTAT		Imposé	Code 0 : NON CONFIRME (analyse unique) Code 1 : CONFIRME (analyse 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 5.4 : FORMAT DE RESTITUTION DES INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE A L'ANNEXE 5.3

Le format de restitution sera mis en ligne sur le site <http://rsde.ineris.fr/>

Conditions de prélèvement et d'analyses

Résultats d'analyses

ANNEXE 5.5 : LISTE DES PIECES A FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATAIRE A L'EXPLOITANT

Justificatifs à produire

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 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 5.2.
4. Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions de l'annexe technique (modèle joint)

TABLEAU DES PERFORMANCES ET ASSURANCE QUALITE
A RENSEIGNER ET A RESTITUER A L'EXPLOITANT

Rectificatif annexe 5.5 version du 25/04/2012

Modifications apportées

NP1OE (code sandre 6366), NP2OE (code sandre 6369), OP1OE (code sandre 6370), OP2OE (code sandre 6371), triphénylétain cation (code sandre 6372)

Réintégration des familles Nitro-aromatiques et Chlorotoluènes

Nonylphénols : analyse des Nonylphénols de numéro CAS 25154-52-3 (code sandre 1957) et 84852-15-3 (code sandre 1958). Restitution sous le code sandre 6598 (code regroupant les codes sandre 1957 et 1958).

Octylphénols : analyse des Octylphénols de numéro CAS 1806-26-4 (code sandre 1920) et 140-66-9 (code sandre 1959). Restitution sous le code sandre 6600 (code regroupant les codes sandre 1920 et 1959).

Dibutylétain : code sandre 1771 gelé ; nouveau code sandre 7074

Famille	Substances	Codes CAS	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
Alkylphénols	Nonylphénols	25154-52-3 84852-15-3	6598 = (1957 + 1958)		
	NP1OE	26027-38-3 28679-13-2 27986-36-3	6366		
	NP2OE	20427-84-3 27176-93-8 156609-10-8	6369		
	Octylphénols	1806-26-4 140-66-9	6600 = (1920 + 1959)		
	OP1OE	2315-67-5	6370		
	OP2OE	2315-61-9	6371		
Anilines	2 chloroaniline	95-51-2	1593		
	3 chloroaniline	108-42-9	1592		
	4 chloroaniline	106-47-8	1591		
	4-chloro-2 nitroaniline	89-63-4	1594		
	3,4 dichloroaniline	95-76-1	1586		
Autres	Chloroalcanes C ₁₀ -C ₁₃	85535-84-8	1955		
	Biphényle	92-52-4	1584		
	Epichlorhydrine	106-89-8	1494		
	Tributylphosphate	126-73-8	1847		
	Acide chloroacétique	79-11-8	1465		
BDE	Tétrabromodiphényléther BDE 47	5436-43-1	2919		

Famille	Substances	Codes CAS	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
	Pentabromodiphényléther (BDE 99)	60348-60-9	2916		
	Pentabromodiphényléther (BDE 100)	189084-64-8	2915		
	Hexabromodiphényléther BDE 154	207122-15-4	2911		
	Hexabromodiphényléther BDE 153	68631-49-2	2912		
	Heptabromodiphényléther BDE 183	207122-16-5	2910		
	Décabromodiphényléther (BDE 209)	1163-19-5	1815		
BTEX	Benzène	71-43-2	1114		
	Ethylbenzène	100-41-4	1497		
	Isopropylbenzène	98-82-8	1633		
	Toluène	108-88-3	1278		
	Xylènes (Somme o,m,p)	1330-20-7	1780		
Chlorobenzènes	Hexachlorobenzène	118-74-1	1199		
	Pentachlorobenzène	608-93-5	1888		
	1,2,3 trichlorobenzène	87-61-6	1630		
	1,2,4 trichlorobenzène	120-82-1	1283		
	1,3,5 trichlorobenzène	108-70-3	1629		
	Chlorobenzène	108-90-7	1467		
	1,2 dichlorobenzène	95-50-1	1165		
	1,3 dichlorobenzène	541-73-1	1164		
	1,4 dichlorobenzène	106-46-7	1166		
	1,2,4,5 tétrachlorobenzène	95-94-3	1631		
	1-chloro-2-nitrobenzène	88-73-3	1469		
	1-chloro-3-nitrobenzène	121-73-3	1468		
	1-chloro-4-nitrobenzène	100-00-5	1470		
Chlorophénols	Pentachlorophénol	87-86-5	1235		
	4-chloro-3-méthylphénol	59-50-7	1636		
	2 chlorophénol	95-57-8	1471		
	3 chlorophénol	108-43-0	1651		
	4 chlorophénol	106-48-9	1650		
	2,4 dichlorophénol	120-83-2	1486		

Famille	Substances	Codes CAS	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
	2,4,5 trichlorophénol	95-95-4	1548		
	2,4,6 trichlorophénol	88-06-2	1549		
COHV	Hexachloropentadiène	77-47-4	2612		
	1,2 dichloroéthane	107-06-2	1161		
	Chlorure de méthylène	75-09-2	1168		
	Hexachlorobutadiène	87-68-3	1652		
	Chloroforme	67-66-3	1135		
	Tétrachlorure de carbone	56-23-5	1276		
	Chloroprène	126-99-8	2611		
	3-chloroprène (chlorure d'allyle)	107-05-1	2065		
	1,1 dichloroéthane	75-34-3	1160		
	1,1 dichloroéthylène	75-35-4	1162		
	1,2 dichloroéthylène	540-59-0	1163		
	Hexachloroéthane	67-72-1	1656		
	1,1,2,2 tétrachloroéthane	79-34-5	1271		
	Tétrachloroéthylène	127-18-4	1272		
	1,1,1 trichloroéthane	71-55-6	1284		
	1,1,2 trichloroéthane	79-00-5	1285		
	Trichloroéthylène	79-01-6	1286		
	Chlorure de vinyle	75-01-4	1753		
Chlorotoluènes	2-chlorotoluène	95-49-8	1602		
	3-chlorotoluène	108-41-8	1601		
	4-chlorotoluène	106-43-4	1600		
HAP	Anthracène	120-12-7	1458		
	Fluoranthène	206-44-0	1191		
	Naphtalène	91-20-3	1517		
	Acénaphtène	83-32-9	1453		
	Benzo (a) Pyrène	50-32-8	1115		
	Benzo (k) Fluoranthène	207-08-9	1117		
	Benzo (b) Fluoranthène	205-99-2	1116		
	Benzo (g,h,i) Pérylène	191-24-2	1118		
Métaux	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	193-39-5	1204		
	Cadmium et ses composés	7440-43-9	1388		
	Plomb et ses composés	7439-92-1	1382		
	Mercure et ses composés	7439-97-6	1387		
	Nickel et ses composés	7440-02-0	1386		

Famille	Substances	Codes CAS	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
<i>Nitro aromatiques</i>	Arsenic et ses composés	7440-38-2	1369		
	Zinc et ses composés	7440-66-6	1383		
	Cuivre et ses composés	7440-50-8	1392		
	Chrome et ses composés	7440-47-3	1389		
<i>Organoétains</i>	2-nitrotoluène	88-72-2	2613		
	Nitrobenzène	98-95-3	2614		
<i>PCB</i>	Tributylétain cation	36643-28-4	2879		
	Dibutylétain cation	1002-53-5	7074		
	Monobutylétain cation	78763-54-9	2542		
	Triphénylétain cation	668-34-8	6372		
<i>Pesticides</i>	PCB 28	7012-37-5	1239		
	PCB 52	35693-99-3	1241		
	PCB 101	37680-73-2	1242		
	PCB 118	31508-00-6	1243		
	PCB 138	35065-28-2	1244		
	PCB 153	35065-27-1	1245		
	PCB 180	35065-29-3	1246		
	Trifluraline	1582-09-8	1289		
	Alachlore	15972-60-8	1101		
	Atrazine	1912-24-9	1107		
<i>Paramètres de suivi</i>	Chlorfenvinphos	470-90-6	1464		
	Chlorpyrifos	2921-88-2	1083		
	Diuron	330-54-1	1177		
	Apha Endosulfan	959-98-8	1178		
	béta Endosulfan	33213-65-9	1179		
	alpha Hexachlorocyclohexane	319-84-6	1200		
	gamma isomère	58-89-9	1203		
	Lindane				
	Isoproturon	34123-59-6	1208		
	Simazine	122-34-9	1263		
	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	-	1314		
	Matières en Suspension	-	1841		
		-	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».