



**DIRECTION DÉPARTEMENTALE DES TERRITOIRES
ET DE LA MER DE LA GIRONDE**
Service des Procédures Environnementales

ARRETE DU - 3 DEC 2010

Arrêté complémentaire portant sur les rejets de substances dangereuses dans le milieu aquatique

**LE PREFET DE LA REGION AQUITAINE,
PREFET DE LA GIRONDE,
COMMANDEUR DE LA LEGION D'HONNEUR,
COMMANDEUR de L'ORDRE NATIONAL DU MERITE**

12960/5

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 1er des 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 les articles R211-11-1 à R211-11-3 du titre 1 du livre II du code de l'environnement relatifs au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses,

VU l'arrêté ministériel du 30 avril 2004 modifié relatif aux prescriptions applicables aux installations classées pour la protection de l'environnement soumises à autorisation sous la rubrique 2210 « abattage d'animaux »,

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

VU l'arrêté préfectoral N°12960/3 du 11 mai 2004 autorisant la société LDC AQUITAINE à exercer ses activités relevant de la nomenclature des installations classées sur le territoire de la commune de BAZAS,

VU le rapport de l'Inspecteur des installations classées de la Direction Départementale de la Protection des Populations de la Gironde en date du 30 septembre 2010,¹

¹Cité Administrative – B.P. 90 – 33090 BORDEAUX CEDEX

VU l'avis du Conseil Départemental de l'Environnement et des Risques Sanitaires et Technologiques en date du 21 octobre 2010,

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

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

CONSIDÉRANT la nécessité pour l'établissement concerné 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 et 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,

CONSIDÉRANT que l'établissement rejette dans la masse d'eau déclassée FRFR 55A,

SUR PROPOSITION de la Secrétaire Générale de la Préfecture,

- ARRÊTE -

Article Premier : Objet

La société LDC AQUITAINE dont le siège social est situé 4 chemin de l'aiguillon sur la zone industrielle de la commune de Bazas doit respecter, pour ses installations situées à la même adresse les modalités du présent arrêté préfectoral complémentaire qui vise à fixer les modalités de surveillance des rejets de substances dangereuses dans l'eau afin d'améliorer la connaissance qualitative et quantitative des rejets de ces substances.

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

Les prescriptions des actes administratifs antérieurs en date du 11 mai 2004 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 du présent arrêté préfectoral complémentaire (qui reprend intégralement l'annexe 5 de la circulaire du 5 janvier 2009).

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 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 5.2 de l'annexe du présent arrêté préfectoral complémentaire.
4. Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions figurant à l'annexe du présent arrêté préfectoral complémentaire.

Les modèles des documents mentionnés au point 3 et 4 précédents sont repris en annexe 5.5 du document figurant en annexe du présent arrêté (modèles également téléchargeables sur le site <http://rsde.ineris.fr/>).

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 aux paragraphes 3.2 à 3.6 du document figurant en annexe du présent arrêté préfectoral et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

Article 3 : Mise en œuvre de la surveillance initiale

L'exploitant met en œuvre sous 3 mois à compter de la notification du présent arrêté, le programme de surveillance au(x) point(s) de rejet des effluents industriels de l'établissement dans les conditions suivantes :

Nom du rejet	Substance	Classement de la substance	Périodicité	Durée de chaque prélèvement	Limite de quantification à atteindre par substance par les laboratoires en µg/l
Eaux industrielles, point de rejet au réseau public après prétraitement	Diphenyléther polybromés BDE		1 mesure par mois pendant 6 mois pour les substances en gras. Pour les autres, possibilité d'abandon si non détection dans 3 mesures consécutives.	24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation	La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ équivalente dans l'eau à 0,05 µg/l pour chaque BDE
	BDE 47	2			1
	BDE 99	1			10
	BDE 100	1			5
	BDE 154	2			10
	BDE 153	2			0,5
	BDE 183	2			0,01
	BDE 209	2			1
	Trichlorométhane (Chloroforme)	2			0,1
	Nickel et ses composés	2			5
	Cuivre	4			1
	Zinc	4			0,01
	Mercure	1			5
	Fluoranthène	2			0,05
	Toluène	4			5
	2,4,6 trichlorophénol	4			1
	Chrome et ses composés	4			0,01
	Ethylbenzène	4			5
	Anthracène	1			0,05
	Dichlorométhane (Chlorure de méthyle)	2			5
Naphtalène	2				
Plomb et ses composés	2	2			
Cadmium et ses composés	1				



- 1 Substances Dangereuses Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE 2006/CE/60
- 2 Substances Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE 2006/CE/60
- 3 Substance pertinentes issues de la liste I de la directive 2006/11/CE
- 4 Substance pertinentes issues de la liste II de la directive 2006/11/CE

Article 4 : Rapport de synthèse de la surveillance initiale

L'exploitant doit à l'inspection des installations classées dans un délai maximal de 12 mois à compter de la notification du présent arrêté préfectoral un rapport de synthèse de la surveillance initiale. Ce rapport de synthèse devra comprendre :

4.1 Dans tous les cas

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 ;
- Le cas échéant, les résultats de mesures de qualité des eaux d'alimentation en précisant leur origine (superficielle, souterraine ou adduction d'eau potable).

4.2 Si l'exploitant souhaite demander l'abandon de la surveillance pour certaines substances

- Des propositions dûment argumentées. L'exploitant pourra notamment demander la suppression de la surveillance des substances présentes dans le rejet des eaux industrielles qui répondront à au moins l'une des trois conditions suivantes (la troisième condition n'étant remplie que si les deux critères 3.1 et 3.2 qui la composent sont tous les deux respectés) :
 1. Il est clairement établi que ce sont les eaux amont qui sont responsables de la présence de la substance dans les rejets de l'établissement ;
 2. Toutes les concentrations mesurées pour la substance sont strictement inférieures à la limite de quantification LQ définie pour cette substance à l'annexe 5.2 du document figurant en annexe du présent arrêté préfectoral complémentaire;
 3. 3.1 Toutes les concentrations mesurées pour la substance sont inférieures à $10 \cdot NQE$ (norme de qualité environnementale ou, en l'attente de leur adoption en droit français, $10 \cdot NQEp$, norme de qualité environnementale provisoire fixée dans la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007) ;
ET 3.2 Tous les flux journaliers calculés pour la substance sont inférieurs à 10% du flux journalier théorique admissible par le milieu récepteur (le flux journalier admissible étant calculé à partir du produit du débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale sèche QMNA5 et de la NQE ou NQEp conformément aux explications de l'alinéa précédent).
- L'exploitant transmettra à l'inspection des installations classées un tableau tel que mentionné à l'article 3 des substances dont le suivi est conservé et un tableau des substances dont il propose l'abandon du suivi.

4.3 Si l'exploitant souhaite adopter un rythme de mesures autre que trimestriel pour la poursuite de la surveillance

- Des propositions dûment argumentées.
- L'exploitant transmettra à l'inspection des installations classées un tableau tel que mentionné à l'article 3 des substances dont le suivi trimestriel est envisagé et un tableau des substances dont il propose l'adaptation du suivi trimestriel., le cas échéant, si l'exploitant souhaite adopter un rythme de mesures autre que trimestriel pour la poursuite de la surveillance.

Article 5 : Mise en œuvre de la surveillance pérenne

Sous 18 mois à compter de la notification du présent arrêté, l'exploitant poursuit le programme de surveillance au point de rejet des effluents industriels de l'établissement dans les conditions initialement fixées aux articles 2 et 3, excepté la périodicité des mesures qui devient trimestrielle.

Pour mettre en œuvre un programme de surveillance dans les conditions qu'il aura proposé conformément aux articles 4.2 et 4.3 ci-dessus, l'exploitant devra obtenir préalablement l'accord exprès de l'inspection des installations classées. L'inspection des installations classées pourra engager toute discussion avec l'industriel pour adapter ces propositions à la poursuite des objectifs du présent arrêté.

L'inspection des installations classées informera le CODERST de la surveillance finalement retenue. A défaut d'accord entre l'exploitant et l'inspection, cette dernière proposera au préfet un arrêté préfectoral complémentaire fixant la surveillance pérenne à mettre en place.

Article 6 : Etude technico-économique

L'exploitant fournit au Préfet au plus tard 33 mois à compter de la notification du présent arrêté une étude technico-économique, faisant référence à l'état de l'art en la matière, accompagnée d'un échéancier de réalisation pouvant s'échelonner jusqu'en 2021, répondant aux objectifs suivants pour l'ensemble des substances figurant dans la surveillance prescrite à l'article 5 ci-dessus:

- Pour les substances dangereuses prioritaires figurant à l'annexe X de la directive 2000/60/CE susvisée, possibilités de réduction à l'échéance 2015 et de suppression à l'échéance 2021 ;
- Pour les substances prioritaires figurant à l'annexe X de la directive 2000/60/CE susvisée et pour les substances pertinentes de la liste I de la directive 2006/11/CE ne figurant pas à l'annexe X de la directive 2000/60/CE susvisée, possibilités de réduction à l'échéance 2015;
- Pour les substances pertinentes de la liste II de l'annexe I de la directive 2006/11/CE, lorsqu'elles sont émises avec un flux supérieur à 20% du flux admissible dans le milieu, possibilités de réduction à l'échéance 2015;
- Pour les substances pertinentes figurant à la liste II de l'annexe I de la directive 2006/11/CE, émises avec un flux inférieur à 20% du flux admissible dans le milieu mais pour lesquelles la norme de qualité environnementale n'est pas respectée, possibilités de réduction à l'échéance 2015.

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

Article 7 : Rapport de synthèse de la surveillance pérenne

L'exploitant doit fournir dans un délai de 51 mois (4 ans et 3 mois) après notification du présent arrêté préfectoral un rapport de synthèse de la surveillance pérenne devant comprendre :

7.1 Dans tous les cas

- Les éléments énoncés à l'article 4.1.

7.2 Si l'exploitant souhaite demander l'abandon de la surveillance pour certaines substances

- Les éléments énoncés à l'article 4.2.

7.3 Si l'exploitant souhaite adopter un rythme de mesures autre que trimestriel pour la poursuite de la surveillance

- Les éléments énoncés à l'article 4.3.

Article 8 : Remontée d'informations sur l'état d'avancement de la surveillance des rejets

8.1 Déclaration des données relatives à la surveillance des rejets aqueux

Les résultats des mesures du mois N réalisées en application des articles 3 et 5 du présent arrêté sont saisis sur le site de télédéclaration 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+1.

Dans l'attente de la possibilité d'utilisation généralisée à l'échelle nationale de l'outil de télédéclaration du ministère ou si l'exploitant n'utilise pas la transmission électronique via le site de télédéclaration mentionné à l'alinéa précédent, il est tenu de transmettre trimestriellement par écrit à l'inspection des installations classées un rapport de synthèse relatif aux résultats des mesures et analyses imposées aux articles 3 et 5 ainsi que les éléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances figurant en annexe 5.4 du document figurant en annexe du présent arrêté.

8.2 Déclaration annuelle des émissions polluantes

Les substances faisant l'objet de la surveillance pérenne décrite à l'article 5 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 5 du présent arrêté pour les émissions de substances dangereuses dans l'eau ou par toute autre méthode plus précise validée par les services de l'inspection, notamment dans le cas d'émissions dans le sol pour les boues produites par l'installation faisant l'objet d'un plan d'épandage.

Article 9 :

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 10 :

La présente décision peut être déférée au Tribunal Administratif de Bordeaux. Le délai de recours est de deux mois pour le demandeur ou l'exploitant à compter de la notification du présent arrêté. Ce délai est de quatre ans pour les tiers à compter de l'accomplissement des formalités de publication dudit arrêté.

Article 11 :

Le Maire de Bazas est chargé de faire afficher à la porte de la mairie, pendant une durée minimum d'un mois, un extrait du présent arrêté énumérant les présentes prescriptions, en faisant connaître qu'une copie intégrale est déposée aux archives communales et mise à la disposition de tout intéressé.

Un avis sera inséré, par les soins de la Direction Départementale des Territoires et de la Mer et aux frais de l'exploitant, dans deux journaux du département et sur le site de la Préfecture de la Gironde.

Article 12 :

- la Secrétaire Générale de la Préfecture,
- Le Directeur départemental des territoires et de la Mer de la Gironde,
- la Sous-Prefète de Langon,
- le Maire de la commune de Bazas,
- l'Inspecteur des Installations Classées de la Direction Départementale de la Protection des Populations de la Gironde,

et tous les agents de contrôle sont chargés chacun en ce qui le concerne de l'exécution du présent arrêté dont une copie leur sera adressée ainsi qu'à la société LDC AQUITAINE.

Fait à Bordeaux, le - 3 DEC. 2010

LE PREFET,
Pour le Préfet,

La Secrétaire Générale



Isabelle DILHAC

Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses

(cette annexe reprend intégralement les termes de l'annexe 5 de la circulaire du 5 janvier 2009 relative à la mise en œuvre de la 2^{ème} 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)

SOMMAIRE

1 INTRODUCTION	8
2 PRESCRIPTIONS GENERALES	8
3 OPERATIONS DE PRELEVEMENT	8
▪ 3.1 OPERATEURS DU PRELEVEMENT	8
▪ 3.2 CONDITIONS GENERALES DU PRELEVEMENT	9
▪ 3.3 MESURE DE DEBIT EN CONTINU	9
▪ 3.4 PRELEVEMENT CONTINU SUR 24 HEURES A TEMPERATURE CONTROLEE	9
▪ 3.5 ECHANTILLON.....	10
▪ 3.6 BLANCS DE PRELEVEMENT	10
4 ANALYSES	11
5 TRANSMISSION DES RESULTATS	12
6 LISTE DES ANNEXES	12
▪ ANNEXE 5.1 : SUBSTANCES A SURVEILLER	13-15
▪ ANNEXE 5.2 : LIMITES DE QUANTIFICATION A ATTEINDRE	16-18
▪ ANNEXE 5.3 : INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE RESTITUTION AU FORMAT SANDRE	19-21
▪ ANNEXE 5.4 : FORMAT DE RESTITUTION DES INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE A L'ANNEXE 5.3 ...	22
▪ ANNEXE 5.5 : LISTE DES PIECES A FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATAIRE A L'EXPLOITANT	23
▪ TABLEAU DES PERFORMANCES ET ASSURANCE QUALITE A RENSEIGNER ET A RESTITUER A L'EXPLOITANT	24-27

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.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 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 oeuvre, les échantillons devront être homogénéisés pour constituer l'échantillon moyen avant transfert dans les flacons destinés à l'analyse.

- Les **échantillonneurs** utilisés devront **réfrigérer les échantillons pendant toute la période considérée**.
- Dans le cas où il s'avérerait impossible d'effectuer un prélèvement proportionnel au débit de l'effluent, le préleveur pratiquera un prélèvement asservi au temps, ou des prélèvements ponctuels si la nature des rejets le justifie (par exemple rejets homogènes en batchs). Dans ce cas, le débit et son évolution seront estimés par le préleveur en fonction des renseignements collectés sur place (compteurs d'eau, bilan hydrique, etc...). Le préleveur devra lors de la restitution préciser la méthodologie de prélèvement mise en oeuvre.
- Un contrôle métrologique de l'appareil de prélèvement doit être réalisé périodiquement sur les points suivants (recommandations du guide FD T 90-523-2) :
 - ✓ Justesse et répétabilité du volume prélevé (volume minimal : 50 ml, écart toléré entre volume théorique et réel 5%)
 - ✓ Vitesse de circulation de l'effluent dans les tuyaux supérieure ou égale à 0,5 m/s
- Un contrôle des matériaux et des organes de l'échantillonneur seront à réaliser (voir blanc de système de prélèvement).
- Le positionnement de la prise d'effluent devra respecter les points suivants :
 - ✓ Dans une zone turbulente ;
 - ✓ À mi-hauteur de la colonne d'eau ;
 - ✓ À une distance suffisante des parois pour éviter une contamination des échantillons par les dépôts ou les biofilms qui s'y développent.

3.5 ECHANTILLON

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

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

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

Blanc d'atmosphère

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

4 ANALYSES

- **Toutes les procédures analytiques doivent être démarrées si possible dans les 24h et en tout état de cause 48 heures au plus tard après la fin du prélèvement.**
- Toutes les analyses doivent rendre compte de la totalité de l'échantillon (effluent brut, MES comprises) en respectant les dispositions relatives au traitement des MES reprises cidessous, hormis pour les diphenyléthers 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. notes⁴, ⁵, ⁶ et ⁷) afin de vérifier la représentativité de l'activité de l'établissement le jour de la mesure.

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 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

- Les performances analytiques à atteindre pour les eaux résiduaires sont indiquées en ANNEXE 5.2. Elles sont issues de l'exploitation des limites de quantification transmises par les prestataires d'analyses dans le cadre de l'action RSDE depuis 2005.

Prise en compte des MES

- Le laboratoire doit préciser et décrire de façon détaillée les méthodes mises en œuvre en cas de concentration en MES > 50 mg/L.
- Pour les paramètres visés à l'annexe 5.1 (à l'exception de la DCO, du COT et des MES), il est demandé :
 - ✓ Si $50 < \text{MES} < 250 \text{ mg/l}$: réaliser 3 extractions liquide/liquide successives au minimum sur l'échantillon brut sans séparation.
 - ✓ Si $\text{MES} \geq 250 \text{ mg/l}$: analyser séparément la phase aqueuse et la phase particulaire après filtration ou centrifugation de l'échantillon brut, sauf pour les composés volatils pour lesquels le traitement de l'échantillon brut par filtration est à proscrire. Les composés volatils concernés sont : 3,4 dichloroaniline, Epichlorhydrine, Tributylphosphate, Acide chloroacétique, Benzène, Ethylbenzène, Isopropylbenzène, Toluène, Xylènes (Somme o,m,p), 1,2,3 trichlorobenzène, 1,2,4 trichlorobenzène, 1,3,5 trichlorobenzène, Chlorobenzène, 1,2 dichlorobenzène, 1,3 dichlorobenzène, 1,4 dichlorobenzène, 1 chloro 2 nitrobenzène, 1 chloro 3 nitrobenzène, 1 chloro 4 nitrobenzène, 2 chlorotoluène, 3 chlorotoluène, 4 chlorotoluène, Nitrobenzène, 2 nitrotoluène, 1,2 dichloroéthane, Chlorure de méthylène, Chloroforme, Tétrachlorure de carbone, chloroprène, 3 chloropropène, 1,1 dichloroéthane, 1,1 dichloroéthylène, 1,2 dichloroéthylène, hexachloroéthane, 1,1,2,2 tétrachloroéthane, Tétrachloroéthylène, 1,1,1 trichloroéthane, 1,1,2 trichloroéthane, Trichloroéthylène, Chlorure de vinyle, 2 chloroaniline, 3 chloroaniline, 4 chloroaniline et 4 chloro 2 nitroaniline.
 - ✓ La restitution pour chaque effluent chargé ($\text{MES} \geq 250 \text{ mg/l}$) sera la suivante pour l'ensemble des substances de l'ANNEXE 5.1 : valeur en $\mu\text{g/l}$ obtenue dans la phase aqueuse, valeur en $\mu\text{g/kg}$ obtenue dans la phase particulaire et valeur totale calculée en $\mu\text{g/l}$.

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

5 TRANSMISSION DES 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