



Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

PRÉFET DE L'ISÈRE

**DIRECTION DÉPARTEMENTALE
DE LA PROTECTION DES POPULATIONS**

Grenoble, le 16 août 2012

Service protection de l'environnement
22 avenue Doyen Louis Weil – Grenoble

Affaire suivie par : Suzanne BATONNAT
Téléphone : 04.56.59.49.21
Télécopie : 04.56.59.49.96
courriel : suzanne.batonnat@isere.gouv.fr

A R R E T E P R E F E C T O R A L

COMPLEMENTAIRE N° 2012229-0025

Etude des rejets de substances dangereuses dans l'eau de l'établissement de la société GRIFFENDUX INDUSTRIE à CESSIEU

Préfet de l'Isère
Officier de la Légion d'Honneur
Officier de l'Ordre National du Mérite

VU la directive 2008/105/CE du 16/12/2008 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 I 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 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 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 du 30 juin 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 du 31 janvier 2008 relatif à la déclaration annuelle des émissions polluantes ;

VU la circulaire DPPR/DE du 4 février 2002 qui organise une action nationale de recherche et de réduction des rejets de substances dangereuses dans l'eau par les installations classées ;

VU la circulaire DCE 2005/12 du 28 juillet 2005 relative à la définition du « bon état »

VU la circulaire 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 DGPR/SRT du 05/01/2009 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 soumises à autorisation ;

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

VU l'arrêté préfectoral n° 88-2250 du 14 juin 1988 autorisant la société GRIFFENDUX INDUSTRIE à exploiter certaines installations classées sur le territoire de la commune de CESSIEU ;

VU le rapport de l'inspection des installations classées en date du 26 juin 2012 ;

VU la lettre du 2 juillet 2012, invitant l'exploitant à se faire entendre par le Conseil Départemental de l'Environnement et des Risques Sanitaires et Technologiques et lui communiquant les propositions de l'inspecteur des installations classées ;

VU l'avis du CODERST du 12 juillet 2012 ;

VU la lettre du 13 juillet 2012, communiquant à l'exploitant le projet d'arrêté concernant son établissement ;

VU l'absence de réponse de l'exploitant ;

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

CONSIDERANT les objectifs du SDAGE pour lutter contre les pollutions ;

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

CONSIDERANT la nécessité d'évaluer qualitativement et quantitativement par une surveillance périodique les rejets de substances dangereuses dans l'eau issus du fonctionnement de l'établissement au titre des installations classées pour la protection de l'environnement afin de proposer le cas échéant des mesures de réduction ou de suppression adaptées ;

CONSIDERANT les effets toxiques, persistants et bioaccumulables des substances dangereuses visées par le présent arrêté sur le milieu aquatique ;

CONSIDERANT qu'il convient, en application des dispositions de l'article R 512-31 du Livre V , Titre 1^{er} (I.C.P.E) du Code de l'environnement susvisé, d'imposer des prescriptions complémentaires à la société GRIFFENDUX INDUSTRIE en vue de garantir les intérêts visés à l'article L 511-1 du Code de l'Environnement ;

SUR proposition du Secrétaire Général de la Préfecture de l'Isère ;

A R R E T E

Article 1 : Objet

La société GRIFFENDUX INDUSTRIE, dont l'usine est située à CESSIEU, 21 route de la ZI des Vallons, doit respecter, pour ses installations classées, 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 de ces résultats de surveillance, le présent arrêté prévoit pour l'exploitant la fourniture d'études technico-économiques présentant les possibilités d'actions de réduction ou de suppression de certaines substances dangereuses dans l'eau.

Les prescriptions des actes administratifs antérieurs et notamment de l'arrêté préfectoral n°88-2250 du 14 juin 1988 sont complétées par celles du présent arrêté.

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

2.1 Les prélèvements et analyses réalisés en application du présent arrêté doivent respecter les dispositions de **l'annexe 5** jointes aux présentes prescriptions.

2.2 Pour l'analyse de ces substances, l'exploitant doit faire appel à un laboratoire d'analyse accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la matrice « Eaux Résiduelles », 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** précitée :

1. Justificatifs d'accréditations sur les opérations de prélèvements et d'analyse de substances dans la matrice « eaux résiduelles » 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 qui doivent être inférieures ou égales à celles de **l'annexe 2** du présent arrêté.

4. Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions de **l'annexe 5** du présent arrêté conforme au modèle figurant à **l'annexe 3** du présent arrêté.

2.4 Dans le cas où l'exploitant souhaite réaliser lui-même le prélèvement des échantillons, celui-ci doit fournir à l'inspection avant le début des opérations de prélèvement et de mesures prévues à l'article 3 du présent arrêté, les procédures qu'il aura établies démontrant la fiabilité et la reproductibilité de ses pratiques de prélèvement et de mesure de débit. Ces procédures doivent intégrer les points détaillés au paragraphe 3 de **l'annexe 5** et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

Article 3 : Mise en œuvre de la surveillance initiale

3.1 Première phase d'étude des rejets de substances dangereuses : surveillance initiale

L'exploitant met en œuvre **sous 3 mois** à compter de la notification du présent arrêté préfectoral, le programme de surveillance aux points de rejet des effluents industriels de l'établissement dans les conditions suivantes :

- liste des substances dangereuses : substances dangereuses visées à **l'annexe 1** du présent arrêté ;
- périodicité : 1 mesure par mois pendant 6 mois ;
- durée de chaque prélèvement : 24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation.

L'exploitant pourra abandonner la recherche d'une substance marquée d'un astérisque à l'annexe 1 si cette substance n'a pas été **détectée après 3 mesures consécutives réalisées dans les conditions techniques décrites dans l'annexe 5.**

3.2 Rapport de synthèse de la surveillance initiale

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

- Un tableau récapitulatif des mesures sous une forme synthétique selon **l'annexe 4** du présent arrêté. Ce tableau comprend, pour chaque substance, sa concentration et son flux, pour chacune des mesures réalisées. Le tableau comprend également les concentrations minimale, maximale et moyenne relevées au cours de la période de mesures, ainsi que les flux minimal, maximal et moyen et les limites de quantification pour chaque mesure ;
- l'ensemble des rapports d'analyses réalisées en application du présent arrêté ;
- dans le cas où l'exploitant a réalisé lui-même le prélèvement des échantillons, l'ensemble des éléments permettant d'attester de la traçabilité de ces opérations de prélèvement et de mesure de débit ;
- des commentaires et explications sur les résultats obtenus et leurs éventuelles variations, en évaluant les origines possibles des substances rejetées, notamment au regard des activités industrielles exercées et des produits utilisés ;
- des propositions dûment argumentées, le cas échéant, si l'exploitant souhaite demander l'abandon de la surveillance pour certaines substances, en référence aux dispositions de l'article 3.3.
- des propositions dûment argumentées, le cas échéant, si l'exploitant souhaite adopter un rythme de mesures autre que trimestriel pour la poursuite de la surveillance ;
- le cas échéant, les résultats de mesures de qualité des eaux d'alimentation en précisant leur origine (superficielle, souterraine ou adduction d'eau potable).

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

3.3 Conditions à satisfaire pour abandonner la surveillance d'une substance à l'issue de la surveillance initiale

L'exploitant pourra notamment 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 à **l'annexe 5.2 de l'annexe 5**, et reprise dans le tableau de **l'annexe 1** ;
3. **3.1** Toutes les concentrations mesurées pour la substance sont inférieures à $10 \times \text{NQE}$ (norme

de qualité environnementale ou, 10*NQEp, norme de qualité environnementale provisoire fixée dans la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007) ;

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

Au jour de publication du présent arrêté, les NQE sont définies par la directive 2008/105/CE et reprises dans l'arrêté ministériel du 25 janvier 2010 et les NQEp sont définies par la circulaire DE/DPPR 2007/23.

Article 4 : Mise en œuvre de la surveillance pérenne

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

L'exploitant met en œuvre le programme de surveillance pérenne, **dès réception du courrier de l'inspecteur des installations classées le validant et au plus tard sous 15 mois à compter de la notification du présent arrêté**, dans les conditions suivantes :

- liste des substances dangereuses : substances dangereuses visées à **l'annexe 1** du présent arrêté, dont la surveillance est retenue sur la base du rapport de synthèse établi à l'issue de la surveillance initiale en référence aux articles 3.2. et 3.3. du présent arrêté ;
- périodicité : 1 mesure par trimestre ;
- durée de chaque prélèvement : 24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation ;

Au cours de cette surveillance pérenne, l'inspection des installations classées peut demander par écrit à l'exploitant d'adapter si besoin, en terme de substances ou de périodicité, ce programme de surveillance, au vu du rapport établi en application de l'article 3.2. du présent arrêté et d'éléments complémentaires d'informations connues concernant notamment l'état de la masse d'eau à laquelle le rejet est associé.

D'autres substances pourront également être supprimées sur la base des mêmes critères que ceux définis à l'article 3.3 du présent arrêté et sur demande dûment motivée de l'exploitant.

4.2 Etude technico-économique

L'exploitant fournira au Préfet **sous 6 mois à compter de la date du courrier de l'inspection des installations classées validant le programme de surveillance pérenne et au plus tard sous 21 mois à compter de la notification du présent arrêté**, une étude technico-économique, accompagnée d'un échéancier de réalisation pouvant s'échelonner jusqu'en 2021 répondant aux objectifs suivants pour l'ensemble des substances figurant dans la surveillance prescrite à l'article 3 du présent arrêté :

1. Pour les substances dangereuses prioritaires figurant aux annexes 9 et 10 de la directive 2000/60/CE : possibilités de réduction à l'échéance 2015 et de suppression à l'échéance 2021 (2028 pour anthracène et endosulfan) ;
2. Pour les substances prioritaires figurant aux annexes 9 et 10 de la directive 2000/60/CE : possibilités de réduction à l'échéance 2015 et éventuellement 2021 ;
3. Pour les substances pertinentes figurant à la liste 2 de l'annexe I de la directive 2006/11/CE du 15/02/06, lorsqu'elles sont émises avec un flux supérieur à 20% du flux admissible dans le milieu : possibilités de réduction à l'échéance 2015 et éventuellement 2021 ;

4. Pour les substances pertinentes figurant à la liste 2 de l'annexe I de la directive 2006/11/CE du 15/02/06, émises avec un flux inférieur à 20% du flux admissible dans le milieu mais pour lesquelles la norme de qualité environnementale n'est pas respectée : possibilités de réduction à l'échéance 2015 et éventuellement 2021.

Cette étude devra mettre en exergue les substances dangereuses dont la présence dans les rejets doit conduire à les supprimer, à les substituer ou à les réduire, à partir d'un examen approfondi s'appuyant notamment sur les éléments suivants :

- les résultats de la surveillance prescrite ;
- l'identification des produits, des procédés, des opérations ou des pratiques à l'origine de l'émission des substances dangereuses au sein de l'établissement ;
- un état des perspectives d'évolution de l'activité (procédé, niveau de production ...) pouvant impacter dans le temps qualitativement ou quantitativement le rejet de substances dangereuses ;
- la définition des actions permettant de réduire ou de supprimer l'usage ou le rejet de ces substances. Sur ce point, l'exploitant devra faire apparaître explicitement les mesures concernant la ou les substances dangereuses prioritaires et celles liées aux autres substances. Les actions mises en œuvre et/ou envisagées devront répondre aux enjeux vis à vis du milieu, notamment par une comparaison, pour chaque substance concernée, des flux rejetés et des flux admissibles dans le milieu. Ce plan d'actions sera assorti d'une proposition d'échéancier de réalisation.

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

4.3 Rapport de synthèse de la surveillance pérenne

L'exploitant doit fournir dans un délai de **48 mois (4 ans)** après notification du présent arrêté préfectoral, un rapport de synthèse de la surveillance pérenne sur le même modèle que celui prévu à l'issue de la surveillance initiale et défini à l'article 3.2 du présent arrêté.

Ce rapport devra conduire l'exploitant à proposer la nature du programme de surveillance à poursuivre selon les dispositions de l'article 3.3. et en fonction des conclusions de l'étude technico-économique visée au point 4.2., lorsqu'une telle étude aura été réalisée.

4.4 Actualisation du programme de surveillance pérenne

L'exploitant poursuit **sous 48 mois (4 ans) le programme de surveillance au(x) point(s) de rejet des effluents industriels de l'établissement** dans les conditions suivantes :

- liste des substances dangereuses : substances dangereuses visées dans **l'annexe 1** du présent arrêté, dont la surveillance est retenue sur la base du rapport de synthèse établi en référence aux articles 4.3. et 3.3. du présent arrêté ;
- périodicité : 1 mesure par trimestre ;
- durée de chaque prélèvement : 24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation.

En cas d'évolution dans les produits, des procédés, des opérations ou des pratiques susceptibles d'être à l'origine de l'émission dans les rejets de nouvelles substances dangereuses au sein de l'établissement, l'exploitant est tenu d'actualiser le cadre de sa surveillance à ces nouvelles substances jusqu'à la vérification du respect des dispositions définies à l'article 3.3. Il en informera l'inspection des installations classées.

Article 5 : Rapportage de l'état d'avancement de la surveillance des rejets

5.1 Déclaration des données relatives à la surveillance des rejets aqueux

Les résultats des mesures du mois N réalisées en application des articles 3.1, 4.1 et 4.4 susvisés sont saisis sur le site de télédéclaration du ministère chargé de l'environnement prévu à cet effet, lorsque celui-ci sera rendu opérationnel pour la région Rhône-Alpes et sont transmis mensuellement à l'inspection des installations classées par voie électronique **avant la fin du mois N+1**.

L'exploitant devra déclarer ses résultats de surveillance initiale sur le site mis en place par l'INERIS à cet effet (<http://rsde.ineris.fr>), à la même fréquence et dans les mêmes conditions.

Si l'exploitant n'utilise pas la transmission électronique via le site de télédéclaration susvisé, il est tenu d'informer l'inspection des installations classées et dans ce cas de lui transmettre mensuellement par écrit **avant le 15 du mois N+1** un rapport de synthèse relatif aux résultats des mesures et analyses du mois N imposées aux articles 3.3 et 4.3.

5.2 Déclaration annuelle des émissions polluantes

Les substances faisant l'objet de la surveillance pérenne décrite à l'article 4 du présent arrêté doivent faire l'objet d'une déclaration annuelle conformément aux dispositions de l'arrêté ministériel du 31 janvier 2008 relatif au registre et à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets. Ces déclarations peuvent être établies à partir des mesures de surveillance prévues à l'article 3 pour les émissions de substances dangereuses dans l'eau ou par toute autre méthode plus précise validée par les services de l'inspection, notamment dans le cas d'émissions dans le sol pour les boues produites par l'installation faisant l'objet d'un plan d'épandage.

Article 6 : Dispositions applicables en cas d'infraction ou d'inobservations du présent arrêté

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

Article 7 - Conformément aux dispositions de l'article R 512-31 du Livre V , Titre 1^{er} (I.C.P.E) du Code de l'environnement susvisé, des prescriptions additionnelles pourront être prescrites par arrêtés complémentaires pris sur proposition de l'inspection des installations classées et après avis du Conseil Départemental de l'Environnement et des Risques Sanitaires et Technologiques.

Article 8 - L'exploitant devra déclarer dans les meilleurs délais à l'inspecteur des installations classées les accidents ou incidents survenus du fait du fonctionnement de cette installation qui seraient de nature à porter atteinte aux intérêts mentionnés à l'article L 511-1 du Code de l'Environnement.

En cas d'accident, il sera tenu de remettre à l'inspecteur des installations classées un rapport répondant aux exigences de l'article R 512-69 du Livre V , Titre 1^{er} (I.C.P.E) du Code de l'environnement susvisé.

Article 9 - Conformément aux dispositions de l'article R 512-33 du Livre V , Titre 1^{er} (I.C.P.E) du Code de l'environnement susvisé, tout exercice d'une activité nouvelle classée, toute transformation, toute extension de l'exploitation devra, avant sa réalisation, être porté à la connaissance du Préfet avec tous ses éléments d'appréciation.

Tout transfert dans un autre emplacement, d'une installation soumise à autorisation, devra faire l'objet d'une demande préalable au Préfet.

Article 10 - En cas d'arrêt définitif de l'installation, l'exploitant est tenu de notifier au Préfet la date de cet arrêt au moins 3 mois avant cette dernière, en joignant un dossier qui indique les mesures prises ou prévues pour assurer la mise en sécurité du site et les propositions sur le type d'usage futur du site, conformément à l'article R 512-39-1 du Livre V , Titre 1^{er} (I.C.P.E) du Code de l'environnement.

Les mesures précitées relatives à la mise en sécurité comportent notamment :

- l'évacuation ou l'élimination des produits dangereux et, pour les installations autres que les installations de stockage de déchets, celle des déchets présents sur le site,
- des interdictions ou limitations d'accès au site,
- la suppression des risques d'incendie ou d'explosion,
- la surveillance des effets de l'installation sur son environnement.

Au moment de la notification, l'exploitant transmettra également au maire ou au président de l'établissement public de coopération intercommunale compétent en matière d'urbanisme et au propriétaire du terrain d'assiette de l'installation, les documents en sa possession sur les activités de l'entreprise dont les propositions d'usage futur, dans les conditions fixées par l'article R 512-39-2 du Livre V , Titre 1^{er} (I.C.P.E) du Code de l'environnement.

L'exploitant transmettra enfin au Préfet un mémoire de réhabilitation du site précisant les mesures prises ou prévues pour assurer la protection des intérêts mentionnés à l'article L 511-1 du code de l'environnement compte tenu du ou des types d'usage prévus pour le site, conformément aux dispositions de l'article R 512-39-3 du Livre V , Titre 1^{er} (I.C.P.E) du Code de l'environnement. Les travaux et mesures de surveillance nécessaires pourront être prescrites par arrêté préfectoral au vu du mémoire de réhabilitation.

Article 11 - Un extrait du présent arrêté complémentaire sera tenu à la disposition de tout intéressé et sera affiché à la porte de la mairie de CESSIEU pendant une durée minimum d'un mois.

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

Un avis sera inséré, par les soins du Préfet de l'Isère et aux frais de l'exploitant, dans deux journaux locaux ou régionaux diffusés dans tout le département.

Article 12 – En application des articles L.514-6 et R.514-3-1 du code de l'environnement, cet arrêté est soumis à un contentieux de pleine juridiction.

Il peut être déféré au tribunal administratif de Grenoble :

- par l'exploitant ou le demandeur, dans un délai de deux mois à compter de sa notification,
- par les tiers, personnes physiques ou morales, les communes intéressées ou leurs groupements, en raison des inconvénients ou des dangers que le fonctionnement de l'installation présente pour les intérêts mentionnés aux articles L.211-1 et L.511-1 dans un délai d'un an à compter de sa publication ou de son affichage. Toutefois, si la mise en service de l'installation n'est pas intervenue six mois après sa publication ou son affichage, le délai de recours continue à courir jusqu'à l'expiration d'une période de six mois après cette mise en service.

Les tiers qui n'ont acquis ou pris à bail des immeubles ou n'ont élevé des constructions dans le voisinage d'une installation classée que postérieurement à l'affichage ou à la publication de l'acte

portant autorisation ou enregistrement de cette installation ou atténuant les prescriptions primitives ne sont pas recevables à déférer ledit arrêté à la juridiction administrative.

Article 13 - Le présent arrêté doit être conservé et présenté à toute réquisition.

Article 14 - Le Secrétaire Général de la Préfecture de l'Isère, le Sous-Préfet de la TOUR DU PIN, le Maire de CESSIEU et l'Inspecteur des installations classées, sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté qui sera notifié à la société GRIFFENDUX INDUSTRIE.

Fait à Grenoble, le 16 AOUT 2012

Pour le Préfet

*Pour le Préfet par délégation
le Secrétaire Général*

Frédéric PERISSAT

Vu pour être annexé à l'arrêté préfectoral n° 2012

En date du 6 AOUT 2012

Pour le Préfet et par délégation

Le Secrétaire Général

Frédéric PERISSAT

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

Etablissement : GRIFFENDUX INDUSTRIE à CESSIEU(38)

Substance	Code SANDRE	Catégorie de Substance	Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : LQ en µg/l <i>(source : annexe 5.2 de la circulaire du 05/01/2009)</i>	Valeurs à prendre en compte au titre de l'art.3.3 point 3.1 de l'AP : 10*NQE-MA ou 10*NQEp en µg/l
Nonylphénols	1957	1	0,1	3
NP1OE	6366	1	0,1	3
NP2OE	6369	1	0,1	3
Octylphénols	1920	2	0,1	1
OP1OE	6370	2	0,1	1
OP2OE	6371	2	0,1	1
Tétrabromodiphényléther (BDE 47)	2919	2	La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ dans l'eau de 0,05µg/l pour chaque BDE.	Σ (incluant le Tribromodiphényléther Tri BDE 28)= 0.005
Pentabromodiphényléther (BDE 99)	2916	1		
Pentabromodiphényléther (BDE 100)	2915	1		
Hexabromodiphényléther BDE 154	2911	2		
Hexabromodiphényléther BDE 153	2912	2		
Heptabromodiphényléther BDE 183	2910	2		sans
Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815	2		sans
Tributylphosphate	1847	4	0,1	820
Chloroforme	1135	2	1	25
Tétrachloroéthylène	1272	3	0,5	100
Trichloroéthylène	1286	3	0,5	100
Benzène*	1114	2	1	100
Toluène*	1278	4	1	740
Xylènes (Somme o,m,p)*	1780	4	2	100
Biphényle*	1584	4	0,05	17
Hexachlorobenzène*	1199	1	0,01	0,1
Pentachlorobenzène*	1888	1	0,02	0,07
Fluoranthène	1191	2	0,01	1
Naphtalène	1517	2	0,05	24
Benzo (a) Pyrène	1115	1	0,01	0,5
Benzo (k) Fluoranthène	1117	1	0,01	Σ = 0,3
Benzo (b) Fluoranthène	1116	1	0,01	
Benzo (g,h,i) Pérylène	1118	1	0,01	Σ = 0,02
Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	1204	1	0,01	

Substance	Code SANDRE	Catégorie de Substance	Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : LQ en µg/l <i>(source : annexe 5.2 de la circulaire du 05/01/2009)</i>	Valeurs à prendre en compte au titre de l'art.3.3 point 3.1 de l'AP : 10*NQE-MA ou 10*NQEp en µg/l
Chloroalcane C ₁₀ -C ₁₃ *	1955	1	10	4
Cadmium et ses composés ¹	1388	1	2	Classe 1 = ≤ 0.8 Classe 2 = 0.8 Classe 3 = 0.9 Classe 4 = 1.5 Classe 5 = 2.5
Chrome et ses composés	1389	4	5	Fonction du bruit de fond
Cuivre et ses composés	1392	4	5	Fonction du bruit de fond
Mercure et ses composés*	1387	1	0,5	0.5
Nickel et ses composés	1386	2	10	200
Plomb et ses composés	1382	2	5	72
Zinc et ses composés	1383	4	10	Fonction du bruit de fond
Tributylétain cation*	2879	1	0,02	0,002
Dibutylétain cation*	1771	4	0,02	
Monobutylétain cation*	2542	4	0,02	

* : L'exploitant pourra abandonner la recherche de cette substance si elle n'a pas été **détectée après 3 mesures consécutives réalisées dans les conditions techniques décrites dans l'annexe 5.**

Catégorie de Substance

1	Substances Dangereuses Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE (tableau A de la circulaire du 07/05/07) et de la directive fille de la DCE adoptée le 20 octobre 2008 (anthracène et endosulfan)
2	Substances Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE (tableau A de la circulaire du 07/05/07)
3	Autres substances pertinentes issues de la liste I de la directive 2006/11/CE (anciennement Directive 76/464/CEE) et ne figurant pas à l'annexe X de la DCE (tableau B de la circulaire du 07/05/07)
4	Autres substances pertinentes issues de la liste II de la directive 2006/11/CE (anciennement Directive 76/464/CEE) et autres substances, non SDP ni SP (tableaux D et E de la circulaire du 07/05/07)

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

NOTA 2 : Dans le cas des alkylphénols, il est demandé de rechercher simultanément les nonylphénols, les octylphénols ainsi que les deux premiers homologues d'éthoxylates de nonylphénols (NP10E et NP20E) et les deux premiers homologues d'éthoxylates d'octylphénols (OP10E et OP20E). **La recherche des éthoxylates peut être effectuée sans surcoût conjointement à celle des nonylphénols et des octylphénols par l'utilisation du projet de norme ISO/DIS 18857-23.** Les éthoxylates de nonylphénols et d'octylphénols constituent à terme une source indirecte de nonylphénols et d'octylphénols dans l'environnement

¹ Pour le Cadmium et ses composés, les valeurs retenues pour les NQE varient en fonction de la dureté de l'eau telle que définie suivant les cinq classes suivantes : classe 1 : <40 mg CaCO₃/l, classe 2 : 40 à <50 mg CaCO₃/l, classe 3 : 50 à <100 mg CaCO₃/l, classe 4 : 100 à <200 mg CaCO₃/l et classe 5 : ≥200 mg CaCO₃/l.

Vu pour être annexé à l'arrêté préfectoral n° 2012

En date du 16 AUG 2012
Pour le Préfet et par délégation
Le Secrétaire Général

Frédéric PERISSAT

ANNEXE 2 - Tableau des performances et assurance qualité à renseigner par le laboratoire et à restituer à l'exploitant

(documents disponibles à l'annexe 5.5 de la circulaire du 5 janvier 2009 et téléchargeables sur le site
<http://rsde.ineris.fr/>)

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée* oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)	LQ à atteindre en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
Alkylphénols	Nonylphénols	1957			0,1
	NP1OE	6366			0,1*
	NP2OE	6369			0,1*
	Octylphénols	1920			0,1
	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
	Tétrabromodiphényléther BDE 47	2919			La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ dans l'eau de 0,05µg/l pour chaque BDE.
	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			1
	Ethylbenzène	1497			1
	Isopropylbenzène	1633			1
	Toluène	1278			1
	Xylènes (Somme o,m,p)	1780			2
Chloro- benzènes	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

Substance	Code SANDRE	Catégorie de Substance	Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : LQ en µg/l <i>(source : annexe 5.2 de la circulaire du 05/01/2009)</i>	Valeurs à prendre en compte au titre de l'art.3.3 point 3.1 de l'AP : 10*NQE-MA ou 10*NQEp en µg/l
Chloroalcane C ₁₀ -C ₁₃ *	1955	1	10	4
Cadmium et ses composés ¹	1388	1	2	Classe 1 = ≤ 0.8 Classe 2 = 0.8 Classe 3 = 0.9 Classe 4 = 1.5 Classe 5 = 2.5
Chrome et ses composés	1389	4	5	Fonction du bruit de fond
Cuivre et ses composés	1392	4	5	Fonction du bruit de fond
Mercure et ses composés*	1387	1	0,5	0.5
Nickel et ses composés	1386	2	10	200
Plomb et ses composés	1382	2	5	72
Zinc et ses composés	1383	4	10	Fonction du bruit de fond
Tributylétain cation*	2879	1	0,02	0,002
Dibutylétain cation*	1771	4	0,02	
Monobutylétain cation*	2542	4	0,02	

* : L'exploitant pourra abandonner la recherche de cette substance si elle n'a pas été **détectée** après **3 mesures consécutives réalisées dans les conditions techniques décrites dans l'annexe 5.**

Catégorie de Substance

1	Substances Dangereuses Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE (tableau A de la circulaire du 07/05/07) et de la directive fille de la DCE adoptée le 20 octobre 2008 (anthracène et endosulfan)
2	Substances Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE (tableau A de la circulaire du 07/05/07)
3	Autres substances pertinentes issues de la liste I de la directive 2006/11/CE (anciennement Directive 76/464/CEE) et ne figurant pas à l'annexe X de la DCE (tableau B de la circulaire du 07/05/07)
4	Autres substances pertinentes issues de la liste II de la directive 2006/11/CE (anciennement Directive 76/464/CEE) et autres substances, non SDP ni SP (tableaux D et E de la circulaire du 07/05/07)

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

NOTA 2 : Dans le cas des alkylphénols, il est demandé de rechercher simultanément les nonylphénols, les octylphénols ainsi que les deux premiers homologues d'éthoxylates de nonylphénols (NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates 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.** Les éthoxylates de nonylphénols et d'octylphénols constituent à terme une source indirecte de nonylphénols et d'octylphénols dans l'environnement

¹ Pour le Cadmium et ses composés, les valeurs retenues pour les NQE varient en fonction de la dureté de l'eau telle que définie suivant les cinq classes suivantes : classe 1 : <40 mg CaCO₃/l, classe 2 : 40 à <50 mg CaCO₃/l, classe 3 : 50 à <100 mg CaCO₃/l, classe 4 : 100 à <200 mg CaCO₃/l et classe 5 : ≥200 mg CaCO₃/l.

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)	LQ à atteindre en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
	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
Nitro aromatiques	2-nitrotoluène	2613			0,2
	Nitrobenzène	2614			0,2
Organoétains PCB	Tributylétain cation	2879			0,02
	Dibutylétain cation	1771			0,02
	Monobutylétain cation	2542			0,02
	Triphénylétain cation	6372			0,02
	PCB 28	1239			0,01
	PCB 52	1241			0,01
	PCB 101	1242			0,01
	PCB 118	1243			0,01
	PCB 138	1244			0,01
	PCB 153	1245			0,01
	PCB 180	1246			0,01
Pesticides	Trifluraline	1289			0,05
	Alachlore	1101			0,02
	Atrazine	1107			0,03
	Chlorfenvinphos	1464			0,05
	Chlorpyrifos	1083			0,05
	Diuron	1177			0,05
	alpha Endosulfan	1178			0,02
	béta Endosulfan	1179			0,02
	Hexachlorocyclohexane	1200, 1201, 1202			0,02
	gamma isomère Lindane	1203			0,02
	Isoproturon	1208			0,05
	Simazine	1263			0,03
Paramètres de suivi	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841			30000 300
	Matières en Suspension	1305			2000

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 : « Chloroalcane C10-C13, diphénylétherbromés, alkylphénols et hexachloropentadiène ».

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

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

Je soussigné(e)

(Nom, qualité)

Coordonnées de l'entreprise :

.....

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

.....

.....

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

16 AUG 2012

Frédéric PERISSAT

(Document disponible à l'annexe 5.4 de la circulaire du 5 janvier 2009 et téléchargeable sur le site <http://rsde.ineris.fr/>)

Frédéric PERISSAT

Conditions de pro

identification l'échantillon	code de presta préven expl			
---------------------------------	-------------------------------------	--	--	--

Résultats d'analyse

CODE SANDAE (liste déroulante des codes secondaire)	Libellé court du paramètre (en lien direct avec code secondaire du paramètre)	Relevé
	Rebut	
	DOO	
	MES	
	substance 1	
	substance 1	
	substance 1 total	
	substance (ex : Toluène)	
	substance (ex : BGE)	

Vu pour être annexé à l'arrêté préfectoral n°2012

En date du 16 AOUT 2012

Pour le Préfet et par délégation

Le Secrétaire Général

Frédéric FÉRISSAT

Annexe 5 :

Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses

SOMMAIRE

1 INTRODUCTION.....	3
2 PRESCRIPTIONS GÉNÉRALES.....	3
3 OPÉRATIONS DE PRÉLÈVEMENT.....	3
3.1 OPÉRATEURS DU PRELEVEMENT.....	4
3.2 CONDITIONS GÉNÉRALES DU PRELEVEMENT	4
3.3 MESURE DE DÉBIT EN CONTINU.....	4
3.4 PRÉLÈVEMENT CONTINU SUR 24 HEURES À TEMPÉRATURE CONTRÔLÉE.....	5
3.5 ECHANTILLON.....	6
3.6 BLANCS DE PRÉLÈVEMENT.....	6
4 ANALYSES.....	7
5 TRANSMISSION DES RÉSULTATS.....	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 GÉNÉRALES

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

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

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

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

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

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

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

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

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

3 OPÉRATIONS DE PRÉLÈVEMENT

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

- la norme NF EN ISO 5667-3 "Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 3 : Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau"

- le guide FD T 90-523-2 « Qualité de l'Eau – Guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement – Prélèvement d'eau résiduaire »

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

3.1 opérateurs du 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 générales du prelevement

- Le volume prélevé devra être **représentatif** des flux de l'établissement et **conforme** avec les **quantités nécessaires** pour réaliser les **analyses sous accréditation**.
- En cas d'intervention de l'exploitant ou d'un sous-traitant pour le prélèvement, le nombre, le volume unitaire, le flaconnage, la préservation éventuelle et l'identification des échantillons seront obligatoirement définis par le prestataire d'analyse et communiqués au préleveur. **Le laboratoire d'analyse fournira les flaconnages** (prévoir des flacons supplémentaires pour les blancs du système de prélèvement).
- Les échantillons seront répartis dans les différents flacons fournis par le laboratoire selon les prescriptions des méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux substances à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3¹. Les échantillons acheminés au laboratoire dans un flaconnage d'une autre provenance devront être refusés par le laboratoire.
- Le prélèvement doit être adressé afin d'être réceptionné par le laboratoire d'analyse au plus tard 24 heures après la fin du prélèvement, sous peine de refus par le laboratoire.

3.3 Mesure de débit en continu

- La mesure de débit s'effectuera en continu sur une période horaire de 24 heures, suivant les normes en vigueur figurant dans le FDT-90-523-2 et les prescriptions techniques des constructeurs des systèmes de mesure.

Afin de s'assurer de la qualité de fonctionnement de ces systèmes de mesure, des contrôles métrologiques périodiques devront être effectués par des organismes accrédités, se traduisant par :

- Pour les systèmes en écoulement à surface libre :
 - un contrôle de la conformité de l'organe de mesure (seuil, canal jaugeur, venturi, déversoir,...) vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs,
 - 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 :

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.

- un contrôle de la conformité de l'installation vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs,
 - un contrôle de fonctionnement du débitmètre par mesure comparative exercée sur site (autre débitmètre, jaugeage, ...) ou par une vérification effectuée sur un banc de mesure au sein d'un laboratoire accrédité.
- ↳ Le contrôle métrologique aura lieu avant le démarrage de la première campagne de mesures, ou à l'occasion de la première mesure, avant d'être renouvelé à un rythme annuel.

3.4 Prélèvement continu sur 24 heures à température contrôlée

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

- ↳ Les matériels permettant la réalisation d'un prélèvement automatisé en fonction du débit ou du volume écoulé, sont :
- Soit des échantillonneurs monoflacons fixes ou portatifs, constituant un seul échantillon moyen sur toute la période considérée.
 - Soit des échantillonneurs multiflacons fixes ou portatifs, constituant plusieurs échantillons (en général 4, 6, 12 ou 24) pendant la période considérée. Si ce type d'échantillonneurs est mis en œuvre, les échantillons devront être homogénéisés pour constituer l'échantillon moyen avant transfert dans les flacons destinés à l'analyse.
- ↳ Les échantillonneurs utilisés devront **réfrigérer les échantillons pendant toute la période considérée.**
- ↳ Dans le cas où il s'avérerait impossible d'effectuer un prélèvement proportionnel au débit de l'effluent, le préleveur pratiquera un prélèvement asservi au temps, ou des prélèvements ponctuels si la nature des rejets le justifie (par exemple rejets homogènes en batchs). Dans ce cas, le débit et son évolution seront estimés par le préleveur en fonction des renseignements collectés sur place (compteurs d'eau, bilan hydrique, etc). Le préleveur devra lors de la restitution préciser la méthodologie de prélèvement mise en 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 5667-3
Erreur : source de la référence non trouvée.
- ↳ Le **transport** des échantillons vers le laboratoire devra être effectué dans une **enceinte** maintenue à une **température égale à $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$** , et être **accompli** dans les **24 heures** qui suivent la fin du prélèvement, afin de garantir l'intégrité des échantillons.
- ↳ La température de l'enceinte ou des échantillons sera contrôlée à l'arrivée au laboratoire et indiquée dans le rapportage relatif aux analyses.

3.6 Blancs de prélèvement

Blanc du système de prélèvement :

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

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

4 ANALYSES

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

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

- ↳ Dans le cas des **alkylphénols**, il est demandé de rechercher **simultanément** les nonylphénols, les octylphénols ainsi que les deux premiers homologues d'éthoxylates² de nonylphénols (NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates³ d'octylphénols (OP1OE et OP2OE). La recherche des éthoxylates peut être effectuée sans surcoût conjointement à celle des nonylphénols et des octylphénols par l'utilisation du projet de norme ISO/DIS 18857-2³.

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 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.

- ↳ Certains paramètres de suivi habituel de l'établissement, à savoir la **DCO** (Demande Chimique en Oxygène) ou **COT** (Carbone Organique Total) en fonction de l'arrêté préfectoral en vigueur, et les **MES** (Matières en Suspension) seront analysés systématiquement dans chaque effluent selon les normes en vigueur (cf. notes ⁴, ^{5,6} et ⁷) afin de vérifier la représentativité de l'activité de l'établissement le jour de la mesure.
- ↳ Les performances analytiques à atteindre pour les eaux résiduaires sont indiquées en **ANNEXE 5.2**. Elles sont issues de l'exploitation des limites de quantification transmises par les prestataires d'analyses dans le cadre de l'action RSDE depuis 2005.

Prise en compte des MES

- ↳ Le laboratoire doit préciser et décrire de façon détaillée les méthodes mises en œuvre en cas de concentration en MES > 50 mg/L.
- ↳ 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 chloroprène, 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.

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 RÉSULTATS

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

Dans l'attente de l'utilisation généralisée de cet outil, c'est par le biais du site <http://rsde.ineris.fr> que l'annexe 4 doit être transmise à l'INERIS par l'exploitant.

Les résultats d'analyses ainsi que les éléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances décrits aux annexes 2 et 5 devront être adressés mensuellement par l'exploitant à l'inspection par courrier.

6 LISTE DES ANNEXES

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

ANNEXE 5.1 :

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

POUR CHAQUE PRELEVEMENT : INFORMATIONS DEMANDEES		
Critère SANDRE	Valeurs possibles	Exemples de restitution
IDENTIFICATION DE L'ORGANISME PRELEVEMENT DE DE	Imposé	Code Sandre du prestataire de prélèvement Code exploitant
IDENTIFICATION DE L'ÉCHANTILLON	Texte	Champ libre permettant d'identifier l'échantillon. Référence donnée par le laboratoire
TYPE DE PRÉLÈVEMENT	Liste déroulante	- Asservi au débit - Proportionnel au temps - Prélèvement ponctuel
PÉRIODE DE PRÉLÈVEMENT DATE DÉBUT	Date	Date de début Format JJ/MM/AAAA
DURÉE DE PRÉLÈVEMENT	Nombre	Durée en Nombre d'heures
RÉFÉRENTIEL DE PRÉLÈVEMENT DE	Texte	Champ destiné à recevoir la référence à la norme de prélèvement
DATE DERNIER CONTRÔLE MÉTROLOGIQUE DU DÉBITMÈTRE DU	Date	Renseigne la date du dernier contrôle métrologique valide du débitmètre
NOMBRE D'ÉCHANTILLON	Nombre entier	Nombre de prélèvements pour constituer l'échantillon moyen (valeur par défaut 1)
BLANC PRÉLEVEMENT SYSTEME		Oui, Non
BLANC ATMOSPÈRE		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
TEMPÉRATURE DE L'ENCEINTE (ARRIVÉE 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 DÉBUT 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 41 : MES brutes
METHODE DE PREPARATION		L / L SPE SBSE SPE disk. L / S (MES) ASE (MES) SOXHLET (MES) Minéralisation Eau régale Minéralisation Acide nitrique Minéralisation autre	
TECHNIQUE DE DETECTION		FID TCD ECD GC/MS LC/MS GC/MS/MS GC/LRMS GC/LRMS/MS LC/MS/MS GC/HRMS GC/HRMS/MS FAAS ZAAS ICP/OES ICP/MS HPLC-DAD HPLC FLUO HPLC UV	
METHODE D'ANALYSE (norme ou à défaut le type de méthode)		texte	
LIMITE DE	Valeur	Libre (numérique)	Libre (numérique)

POUR CHAQUE PARAMETRE ET POUR CHAQUE FRACTION ANALYSEE : INFORMATIONS DEMANDEES			
Critère SANDRE		Valeurs possibles	Exemples de restitution
QUANTIFICATION	Unité	Imposé	EAU BRUTE : $\mu\text{g/l}$ PHASE AQUEUSE : $\mu\text{g/l}$ MES (PHASE PARTICULAIRE) : $\mu\text{g/kg}$ sauf MES, DCO ou COT (unité en mg/l)
	Incertitu de avec facteur d'élargissement ($k=2$)	Libre (numérique)	Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15
RESULTAT	Valeur	Libre (numérique)	Si résultat < limite de détection ou résultat < LQ : saisir dans résultat la valeur LD ou LQ et renseigner le Champ CODE REMARQUE DE L'ANALYSE
	Unité	Imposé	EAU BRUTE : $\mu\text{g/l}$ PHASE AQUEUSE : $\mu\text{g/l}$ MES (PHASE PARTICULAIRE) : $\mu\text{g/kg}$
	Incertitu de avec facteur d'élargissement ($k=2$)	Libre (numérique)	Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15
CODE REMARQUE DE L'ANALYSE		Imposé	Code 0 : Analyse non faite Code 1 : Résultat $\geq$ limite de quantification Code 10 : Résultat < limite de quantification
CONFIRMATION DU RESULTAT		Imposé	Code 0 : NON CONFIRME (analyse unique) Code 1 : CONFIRME (analyse dupliquée, confirmation par SM)
COMMENTAIRES		Libre	Liste des paramètres retrouvés dans le blanc du système de prélèvement ou d'atmosphère + ordre de grandeur. LQ élevée (matrice complexe) Présence d'interférents etc....

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

ANNEXE 5.2

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

Justificatifs à produire

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 1. (cf. **annexe 2**)
4. Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions de l'annexe technique (cf. **annexe 3**)

SOMMAIRE

1 INTRODUCTION.....	3
2 PRESCRIPTIONS GÉNÉRALES.....	3
3 OPÉRATIONS DE PRÉLÈVEMENT.....	3
3.1 OPÉRATEURS DU PRELEVEMENT.....	4
3.2 CONDITIONS GÉNÉRALES DU PRELEVEMENT	4
3.3 MESURE DE DÉBIT EN CONTINU.....	4
3.4 PRÉLÈVEMENT CONTINU SUR 24 HEURES À TEMPÉRATURE CONTRÔLÉE.....	5
3.5 ECHANTILLON.....	6
3.6 BLANCS DE PRÉLÈVEMENT.....	6
4 ANALYSES.....	7
5 TRANSMISSION DES RÉSULTATS.....	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 GÉNÉRALES

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

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

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

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

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

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

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

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

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

3 OPÉRATIONS DE PRÉLÈVEMENT

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

- la norme NF EN ISO 5667-3 "Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 3 : Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau"

- le guide FD T 90-523-2 « Qualité de l'Eau – Guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement – Prélèvement d'eau résiduaire »

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

3.1 opérateurs du 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 générales du prelevement

- Le volume prélevé devra être **représentatif** des flux de l'établissement et **conforme** avec les **quantités nécessaires** pour réaliser les **analyses sous accréditation**.
- En cas d'intervention de l'exploitant ou d'un sous-traitant pour le prélèvement, le nombre, le volume unitaire, le flaconnage, la préservation éventuelle et l'identification des échantillons seront obligatoirement définis par le prestataire d'analyse et communiqués au préleveur. **Le laboratoire d'analyse fournira les flaconnages** (prévoir des flacons supplémentaires pour les blancs du système de prélèvement).
- Les échantillons seront répartis dans les différents flacons fournis par le laboratoire selon les prescriptions des méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux substances à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3¹. Les échantillons acheminés au laboratoire dans un flaconnage d'une autre provenance devront être refusés par le laboratoire.
- Le prélèvement doit être adressé afin d'être réceptionné par le laboratoire d'analyse au plus tard 24 heures après la fin du prélèvement, sous peine de refus par le laboratoire.

3.3 Mesure de débit en continu

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

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.

- un contrôle de la conformité de l'installation vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs,
 - un contrôle de fonctionnement du débitmètre par mesure comparative exercée sur site (autre débitmètre, jaugeage, ...) ou par une vérification effectuée sur un banc de mesure au sein d'un laboratoire accrédité.
- ↳ Le contrôle métrologique aura lieu avant le démarrage de la première campagne de mesures, ou à l'occasion de la première mesure, avant d'être renouvelé à un rythme annuel.

3.4 Prélèvement continu sur 24 heures à température contrôlée

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

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

3.5 Echantillon

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

3.6 Blancs de prélèvement

Blanc du système de prélèvement :

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

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

4 ANALYSES

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

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

- ↪ Dans le cas des **alkylphénols**, il est demandé de rechercher **simultanément** les nonylphénols, les octylphénols ainsi que les deux premiers homologues d'éthoxylates² de nonylphénols (NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates³ d'octylphénols (OP1OE et OP2OE). La recherche des éthoxylates peut être effectuée sans surcoût conjointement à celle des nonylphénols et des octylphénols par l'utilisation du projet de norme ISO/DIS 18857-2³.

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 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.

- ↳ Certains paramètres de suivi habituel de l'établissement, à savoir la **DCO** (Demande Chimique en Oxygène) ou **COT** (Carbone Organique Total) en fonction de l'arrêté préfectoral en vigueur, et les **MES** (Matières en Suspension) seront analysés systématiquement dans chaque effluent selon les normes en vigueur (cf. notes ⁴, ⁵, ⁶ et ⁷) afin de vérifier la représentativité de l'activité de l'établissement le jour de la mesure.
- ↳ Les performances analytiques à atteindre pour les eaux résiduaires sont indiquées en **ANNEXE 5.2**. Elles sont issues de l'exploitation des limites de quantification transmises par les prestataires d'analyses dans le cadre de l'action RSDE depuis 2005.

Prise en compte des MES

- ↳ Le laboratoire doit préciser et décrire de façon détaillée les méthodes mises en œuvre en cas de concentration en MES > 50 mg/L.
- ↳ 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 chloroprène, 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 **µg/l** obtenue dans la **phase aqueuse**, valeur en **µg/kg** obtenue dans la **phase particulaire** et valeur **totale calculée en µg/l**.

L'analyse des 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 $0,05 \text{ µg/l}$ pour chaque BDE.

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 RÉSULTATS

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

Dans l'attente de l'utilisation généralisée de cet outil, c'est par le biais du site <http://rsde.ineris.fr> que l'annexe 4 doit être transmise à l'INERIS par l'exploitant.

Les résultats d'analyses ainsi que les éléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances décrits aux annexes 2 et 5 devront être adressés mensuellement par l'exploitant à l'inspection par courrier.

6 LISTE DES ANNEXES

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

ANNEXE 5.1 :

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

POUR CHAQUE PRELEVEMENT : INFORMATIONS DEMANDEES		
Critère SANDRE	Valeurs possibles	Exemples de restitution
IDENTIFICATION DE L'ORGANISME PRELEVEMENT DE DE	Imposé	Code Sandre du prestataire de prélèvement Code exploitant
IDENTIFICATION DE L'ÉCHANTILLON	Texte	Champ libre permettant d'identifier l'échantillon. Référence donnée par le laboratoire
TYPE DE PRÉLÈVEMENT	Liste déroulante	- Asservi au débit - Proportionnel au temps - Prélèvement ponctuel
PÉRIODE DE PRÉLÈVEMENT DATE DÉBUT	Date	Date de début Format JJ/MM/AAAA
DURÉE DE PRÉLÈVEMENT	Nombre	Durée en Nombre d'heures
<i>RÉFÉRENTIEL DE PRÉLÈVEMENT</i> DE	Texte	Champ destiné à recevoir la référence à la norme de prélèvement
<i>DATE DERNIER CONTRÔLE MÉTROLOGIQUE DU DÉBITMÈTRE</i> DU	Date	Renseigne la date du dernier contrôle métrologique valide du débitmètre
<i>NOMBRE D'ÉCHANTILLON</i>	Nombre entier	Nombre de prélèvements pour constituer l'échantillon moyen (valeur par défaut 1)
BLANC SYSTEME PRÉLEVEMENT		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
<i>TEMPÉRATURE DE L'ENCEINTE (ARRIVÉE AU LABORATOIRE)</i>	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 DÉBUT 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 41 : MES brutes
METHODE DE PREPARATION		L / L SPE SBSE SPE disk. L / S (MES) ASE (MES) SOXHLET (MES) Minéralisation Eau régale Minéralisation Acide nitrique Minéralisation autre	
TECHNIQUE DE DETECTION		FID TCD ECD GC/MS LC/MS GC/MS/MS GC/LRMS GC/LRMS/MS LC/MS/MS GC/HRMS GC/HRMS/MS FAAS ZAAS ICP/OES ICP/MS HPLC-DAD HPLC FLUO HPLC UV	
METHODE D'ANALYSE (norme ou à défaut le type de méthode)		texte	
LIMITE DE	Valeur	Libre (numérique)	Libre (numérique)

POUR CHAQUE PARAMETRE ET POUR CHAQUE FRACTION ANALYSEE : INFORMATIONS DEMANDEES			
Critère SANDRE		Valeurs possibles	Exemples de restitution
QUANTIFICATION	Unité	Imposé	EAU BRUTE : $\mu\text{g/l}$ PHASE AQUEUSE : $\mu\text{g/l}$ MES (PHASE PARTICULAIRE) : $\mu\text{g/kg}$ sauf MES, DCO ou COT (unité en mg/l)
	Incertitu de avec facteur d'élargissement ($k=2$)	Libre (numérique)	Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15
RESULTAT	Valeur	Libre (numérique)	Si résultat < limite de détection ou résultat < LQ : saisir dans résultat la valeur LD ou LQ et renseigner le Champ CODE REMARQUE DE L'ANALYSE
	Unité	Imposé	EAU BRUTE : $\mu\text{g/l}$ PHASE AQUEUSE : $\mu\text{g/l}$ MES (PHASE PARTICULAIRE) : $\mu\text{g/kg}$
	Incertitu de avec facteur d'élargissement ($k=2$)	Libre (numérique)	Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15
CODE REMARQUE DE L'ANALYSE		Imposé	Code 0 : Analyse non faite Code 1 : Résultat $\geq$ limite de quantification Code 10 : Résultat < limite de quantification
CONFIRMATION DU RESULTAT		Imposé	Code 0 : NON CONFIRME (analyse unique) Code 1 : CONFIRME (analyse dupliquée, confirmation par SM)
COMMENTAIRES		Libre	Liste des paramètres retrouvés dans le blanc du système de prélèvement ou d'atmosphère + ordre de grandeur. LQ élevée (matrice complexe) Présence d'interférents etc....

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

ANNEXE 5.2

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

Justificatifs à produire

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 1. (cf. **annexe 2**)
4. Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions de l'annexe technique (cf. **annexe 3**)