

MINISTÈRE DE L'ÉCOLOGIE, DU DÉVELOPPEMENT DURABLE ET DE L'ÉNERGIE

Direction Régionale de l'Environnement,
de l'Aménagement et du Logement
Lorraine

FORBACH, le 06/02/2015

UT DREAL 57

4 Rue François De Guise - CS 50551

57009 METZ CEDEX 1

Courriel : ut57.dreal-lorraine@developpement-durable.gouv.fr

RAPPORT DE L'INSPECTION DES INSTALLATIONS CLASSÉES

OBJET : Société CONTINENTAL à SARREGUEMINES.
Renforcement des mesures de surveillance des rejets de certaines substances dans l'eau.

P.J. : Projet d'arrêté préfectoral complémentaire.

--	--	--

Ce document est susceptible de ne pas disposer de signature manuelle. Vous pouvez obtenir une copie de l'original signé en prenant contact à l'adresse mentionnée en en-tête.

I. CADRE GENERAL DE L'ACTION

La circulaire du 4 février 2002 a lancé l'action nationale de recherche et de réduction des substances dangereuses (RSDE) pour le milieu aquatique présentes dans les rejets des Installations Classées pour la Protection de l'Environnement (ICPE).

Cette action s'inscrivait alors pleinement dans l'initiation de la démarche imposée par la directive 2000/60/CE du 23 octobre 2000 dite Directive Cadre sur l'Eau (DCE) visant à renforcer la protection de l'environnement aquatique par des mesures spécifiques conçues pour, d'une part, réduire progressivement les rejets et pertes de substances prioritaires dans le milieu aquatique et, d'autre part, supprimer progressivement les rejets, émissions et pertes des substances dangereuses prioritaires dans le milieu aquatique (substances figurant sur la liste de l'annexe X de la DCE).

Cette action visait également à contribuer au respect des objectifs fixés par le plan national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses (PNAR) figurant sur les listes 1 et 2 de la directive n° 2006/11/CE du 15 février 2006. Ce plan national d'action est décrit dans l'arrêté du 30 juin 2005, modifié et complété par l'arrêté du 21 mars 2007.

Fin 2007, le rapport final de la première phase de cette action nationale présentant les résultats obtenus à l'issue de cette période de cinq ans a pu être rendu public.

Cette action s'est poursuivie par une campagne d'analyses des rejets industriels. Les rapports remis par les industriels ont fait l'objet d'un examen par l'Inspection des Installations Classées dont la synthèse établie sur la base des dispositions de la circulaire du 5 janvier 2009 complétée par la circulaire du 27 avril 2011 figure ci-après.

II. SYNTHESE DU RAPPORT REMIS PAR LA SOCIETE CONTINENTAL

La société CONTINENTAL à SARREGUEMINES est autorisée à exploiter des installations de fabrication de pneumatiques par l'arrêté préfectoral n° 2004-AG/2-396 en date du 1^{er} septembre 2004 complété par les arrêtés préfectoraux n° 2006-AG/2-155 du 24 avril 2006, 2009-DEDD/IC-231 du 1^{er} décembre 2009 et 2010-DLP/BUPE-359 du 16 septembre 2010.

L'arrêté préfectoral n° 2012-DLP/BUPE-221 du 20 mars 2012 a fixé la liste des substances devant être suivies lors des six campagnes d'analyses initiales des rejets de la société CONTINENTAL à SARREGUEMINES. Il s'agit de :

- *Cadmium,*
- *Chloroforme,*
- *Chrome et ses composés,*
- *Cuivre et ses composés,*
- *Fluoranthène,*
- *Mercurure et ses composés,*
- *Naphtalène,*
- *Nickel et ses composés,*
- *Plomb et ses composés,*
- *Zinc et ses composés,*
- *Trichloroéthylène,*
- *Tétrachloroéthylène,*
- *Anthracène,*
- *Arsenic et ses composés,*
- *Hexachlorobenzène,*
- *Octylphénols,*
- *Diphényl'éther polybromés (BDE 47, 99, 100, 154, 153, 183, 209),*
- *Toluène,*
- *Monobutylétain cation,*
- *Dibutylétain cation,*
- *Tributylétain cation,*
- *Tétrachlorure de carbone,*
- *Chloroalcane C₁₀-C₁₃,*
- *Tributylphosphate,*
- *Xylène (somme o,m,p),*
- *Alkylphénols,*
- *Acide chloroacétique.*

Cette campagne de surveillance initiale a été réalisée du 18 juin 2012 au 31 janvier 2013.

L'étude du rapport final fait ressortir trois substances ayant un impact possible sur le milieu et devant faire l'objet d'une surveillance pendant deux ans et six mois.

Il s'agit des substances suivantes :

- ⇒ *nonylphénols*, ayant un flux moyen journalier de 3,04 g/j, soit supérieur au flux journalier d'émission (colonne A de l'annexe II de la note DGPR du 27 avril 2011) ;
- ⇒ *Chloroalcanes C₁₀-C₁₃*, ayant un flux moyen journalier de 2,07 g/j, soit supérieur au flux journalier d'émission (colonne A de l'annexe II de la note DGPR du 27 avril 2011) ;
- ⇒ *Zinc et ses composés*, ayant un flux moyen journalier de 178,30 g/jour soit supérieur à 10 % du flux maximum journalier admissible par le milieu.

II. CONCLUSION

L'exploitant a été consulté sur le projet d'arrêté préfectoral joint au présent rapport et n'a pas émis d'observation.

Compte tenu de ce qui précède, nous proposons au Conseil Départemental de l'Environnement, des Risques Sanitaires et Technologiques de donner une suite favorable à la proposition de l'Inspection des Installations Classées visant à imposer à la société CONTINENTAL à SARREGUEMINES le prélèvement et l'analyse pendant deux ans et six mois, des :

- *nonylphénols*,
- *Chloroalcanes C₁₀-C₁₃*,
- *Zinc et ses composés*.

PROJET D'ARRÊTÉ PRÉFECTORAL COMPLÉMENTAIRE

Rejets de substances dangereuses dans le milieu aquatique Deuxième phase : surveillance pérenne

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

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

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

VU le Code de l'Environnement et notamment son titre 1^{er} des parties réglementaires et législatives du Livre V ;

VU la nomenclature des Installations Classées codifiée à l'annexe de l'article R.511-9 du Code de l'Environnement ;

VU les articles R.211-11-1 à R.211-11-3 du titre 1 du Livre II du Code de l'Environnement relatifs au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;

VU l'arrêté ministériel du 20 avril 2005 modifié pris en application du décret du 20 avril 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;

VU l'arrêté ministériel du 30 juin 2005 modifié relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;

VU l'arrêté ministériel du 31 janvier 2008 relatif à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets ;

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

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 œuvre de la deuxième phase de l'action nationale de recherche et de réduction des substances dangereuses pour le milieu aquatique présentes dans les rejets des Installations Classées pour la Protection de l'Environnement ;

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

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° 2004-AG/2-396 en date du 1^{er} septembre 2004 complété par les arrêtés préfectoraux n° 2006-AG/2-155 du 24 avril 2006, 2009-DEDD/IC-231 du 1^{er} décembre 2009 et 2010-DLP/BUPE-359 du 16 septembre 2010 autorisant la société CONTINENTAL à exercer ses activités relevant de la nomenclature des Installations Classées sur le territoire de la commune de SARREGUEMINES ;

VU le rapport final d'analyses transmis par l'exploitant en application de l'article 4 de l'arrêté préfectoral n° 2012-DLP/BUPE-221 du 20 mars 2012 ;

VU le rapport de l'Inspection des Installations Classées en date du ;

VU l'avis du CODERST du ;

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 fixés dans la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007 ;

CONSIDÉRANT la nécessité d'évaluer qualitativement et quantitativement, par une surveillance périodique, les rejets de substances dangereuses dans l'eau issus du fonctionnement de l'établissement au titre des Installations Classées pour la Protection de l'Environnement afin de proposer, le cas échéant, des mesures de réduction ou de suppression adaptées ;

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

SUR proposition du Secrétaire Général de la Préfecture ;

A R R E T E

Article 1 - Objet

La société CONTINENTAL, dont le siège social est situé à SARREGUEMINES, doit respecter, pour ses installations situées sur le territoire de cette commune, les prescriptions du présent arrêté préfectoral complémentaire qui vise à fixer les modalités de surveillance pérenne des rejets de substances dans l'eau, afin d'améliorer la connaissance qualitative et quantitative des rejets de ces substances.

Les prescriptions de l'arrêté préfectoral n° 2004-AG/2-396 en date du 1^{er} septembre 2004 complété par les arrêtés préfectoraux n° 2006-AG/2-155 du 24 avril 2006, 2009-DEDD/IC-231 du 1^{er} décembre 2009 et 2010-DLP/BUPE-359 du 16 septembre 2010 sont complétées par celles du présent arrêté.

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

Les prélèvements et analyses réalisés en application du présent arrêté doivent respecter les dispositions de l'annexe 1 du présent arrêté préfectoral complémentaire.

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

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 prélèvements 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 dans l'annexe 1 du présent arrêté préfectoral et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

Les mesures de surveillance des rejets aqueux imposées à l'industriel par l'arrêté préfectoral n° 2004-AG/2-396 en date du 1^{er} septembre 2004 complété précité sur des substances mentionnées à l'article 3 du présent arrêté peuvent se substituer à certaines mesures mentionnées à l'article 3, sous réserve que la fréquence de mesures imposée à l'article 3 soit respectée et que les modalités de prélèvements et d'analyses pour les mesures de surveillance réalisées en application de l'arrêté préfectoral du 5 avril 2002 précité répondent aux exigences de l'annexe 1 du présent arrêté préfectoral, notamment sur les limites de quantification.

Article 3 - Mise en œuvre de la surveillance pérenne

L'exploitant met en œuvre, sous trois 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	Substances	Périodicité	Durée de chaque prélèvement	Limite de quantification à atteindre par substance par les laboratoires en µg/l
Eaux vannes	Nonylphénols <i>Chloroalcane</i> s C ₁₀ -C ₁₃ , <i>Zinc et ses composés</i>	Une mesure par trimestre pendant deux ans et six mois	24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation	Les limites de quantification pour chaque substance doivent répondre aux critères minimaux repris dans l'annexe 1 du présent arrêté

Article 4 - Remontée d'informations sur l'état d'avancement de la surveillance des rejets

4.1 - Déclaration des données relatives à la surveillance des rejets aqueux

Les résultats des mesures du mois N réalisées en application de l'article 3 du présent arrêté sont saisis sur le site de télédéclaration du ministère chargé de l'environnement prévu à cet effet et sont transmis trimestriellement à l'Inspection des Installations Classées par voie électronique avant la fin du mois qui suit le trimestre de référence.

4.2 - Déclaration annuelle des émissions polluantes

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

Article 5

Article d'exécution.

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

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

Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses

Introduction

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

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

Prescriptions générales

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

- ⇒ être accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la matrice « Eaux Résiduaires », pour chaque substance à analyser. Afin de justifier de cette accréditation, le laboratoire devra fournir à l'exploitant l'ensemble des documents listés à l'annexe 5.5 avant le début des opérations de prélèvements 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 prélèvements sont diligentées par le prestataire d'analyses, 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'analyses.

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

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

Opérations de prélèvement

Les opérations de prélèvements et d'échantillonnages 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 - Échantillonnage - 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 prélèvements, la mesure de débit en continu, le prélèvement continu sur 24 h à température contrôlée, l'échantillonnage et la réalisation de blancs de prélèvements.

Opérateurs du prélèvement

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

- le prestataire d'analyses ;
- le sous-traitant sélectionné par le prestataire d'analyses ;
- 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 prélèvements et de mesures de débit. Ces procédures doivent intégrer les points détaillés aux paragraphes 3.2 à 3.6 ci-après et démontrer que la traçabilité de ces opérations est assurée.

Conditions générales du prélèvement

- ⇒ Le volume prélevé devra être représentatif des flux de l'établissement et conforme avec les quantités nécessaires pour réaliser les analyses sous accréditation.
- ⇒ En cas d'intervention de l'exploitant ou d'un sous-traitant pour le prélèvement, le nombre, le volume unitaire, le flaconnage, la préservation éventuelle et l'identification des échantillons seront obligatoirement définis par le prestataire d'analyses et communiqués au préleveur. Le laboratoire d'analyses 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'analyses, au plus tard 24 h après la fin du prélèvement, sous peine de refus par le laboratoire.

Mesure de débit en continu

- ⇒ La mesure de débit s'effectuera en continu sur une période horaire de 24 h 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 mesures, 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.

Prélèvement continu sur 24 h à température contrôlée

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

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.

- ⇒ 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'avèrerait 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.

Échantillon

- ⇒ 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 h qui suivent la fin du prélèvement afin de garantir l'intégrité des échantillons.
- ⇒ La température de l'enceinte ou des échantillons sera contrôlée à l'arrivée au laboratoire et indiquée dans le rapportage relatif aux analyses.

Blancs de prélèvement

Blanc du système de prélèvement

Le blanc de système de prélèvement est destiné à vérifier l'absence de contamination liée aux matériaux (flacons, tuyaux) utilisés ou de contamination croisée entre prélèvements successifs. Il appartient au 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 trois 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'analyses 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 h 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 24 h asservi au débit ;
 - les valeurs du blanc d'atmosphère seront mentionnées dans le rapport d'analyses et en aucun cas soustraites des autres.

Analyses

- ⇒ Toutes les procédures analytiques doivent être démarrées si possible dans les 24h et, en tout état de cause, 48 h 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 trois 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.

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'analyses des substances dangereuses.

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.

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.

LIMITES DE QUANTIFICATION À ATTEINDRE

Famille	Substances	Code SANDRE ¹	LQ ² à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l Eaux Résiduaires
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 C₁₀-C₁₃	1955	10
	Biphényle	1584	0.05
	Epichlorhydrine	1494	0.5
	Tributylphosphate	1847	0.1
	Acide chloroacétique	1465	25
	Tétabromodiphényléther BDE 47	2919	La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ équivalente dans l'eau de 0,05 µg/l pour chaque BDE.
	Pentabromodiphényléther (BDE 99)	2916	
	Pentabromodiphényléther (BDE 100)	2915	
	Hexabromodiphényléther BDE 154	2911	
	Hexabromodiphényléther BDE 153	2912	
	Heptabromodiphényléther BDE 183	2910	
	Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815	
BTEX	Benzène	1114	1
	Ethylbenzène	1497	1
	Isopropylbenzène	1633	1
	Toluène	1278	1
	Xylènes (Somme o,m,p)	1780	2
Chlorobenzènes	Hexachlorobenzène	1199	0.01
	Pentachlorobenzène	1888	0.02
	1,2,3 trichlorobenzène	1630	1
	1,2,4 trichlorobenzène	1283	1
	1,3,5 trichlorobenzène	1629	1
	Chlorobenzène	1467	1
	1,2 dichlorobenzène	1165	1
	1,3 dichlorobenzène	1164	1
	1,4 dichlorobenzène	1166	1
	1,2,4,5 tétrachlorobenzène	1631	0.05
	1-chloro-2-nitrobenzène	1469	0.1
	1-chloro-3-nitrobenzène	1468	0.1
	1-chloro-4-nitrobenzène	1470	0.1
Chlorophénols	Pentachlorophénol	1235	0.1

Famille	Substances	Code SANDRE ¹	LQ ² à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l Eaux Résiduaires
	4-chloro-3-méthylphénol	1636	0.1
	2 chlorophénol	1471	0.1
	3 chlorophénol	1651	0.1
	4 chlorophénol	1650	0.1
	2,4 dichlorophénol	1486	0.1
	2,4,5 trichlorophénol	1548	0.1
	2,4,6 trichlorophénol	1549	0.1
COHV	Hexachloropentadiène	2612	0.1
	1,2 dichloroéthane	1161	2
	Chlorure de méthylène	1168	5
	Hexachlorobutadiène	1652	0.5
	Chloroforme	1135	1
	Tétrachlorure de carbone	1276	0.5
	Chloroprène	2611	1
	3-chloroprène (chlorure d'allyle)	2065	1
	1,1 dichloroéthane	1160	5
	1,1 dichloroéthylène	1162	2.5
	1,2 dichloroéthylène	1163	5
	Hexachloroéthane	1656	1
	1,1,2,2 tétrachloroéthane	1271	1
	Tétrachloroéthylène	1272	0.5
	1,1,1 trichloroéthane	1284	0.5
	1,1,2 trichloroéthane	1285	1
	Trichloroéthylène	1286	0.5
	Chlorure de vinyle	1753	5
HAP	Anthracène	1458	0.01
	Fluoranthène	1191	0.01
	Naphtalène	1517	0.05
	Acénaphène	1453	0.01
	Benzo (a) Pyrène	1115	0.01
	Benzo (k) Fluoranthène	1117	0.01
	Benzo (b) Fluoranthène	1116	0.01
	Benzo (g,h,i) Pérylène	1118	0.01
	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	1204	0.01
Métaux	Cadmium et ses composés	1388	2
	Plomb et ses composés	1382	5
	Mercure et ses composés	1387	0.5
	Nickel et ses composés	1386	10
	Arsenic et ses composés	1369	5
	Zinc et ses composés	1383	10
	Cuivre et ses composés	1392	5
	Chrome et ses composés	1389	5

Organoétains	Tributylétain cation	2879	0.02
	Dibutylétain cation	1771	0.02
	Monobutylétain cation	2542	0.02
	Triphénylétain cation	6372	0.02
PCB	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
	Apha Endosulfan	1178	0.02
	béta Endosulfan	1179	0.02
	alpha Hexachlorocyclohexane	1200	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

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

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

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

Autres paramètres.

¹ Code Sandre accessible sur <http://sandre.eaufrance.fr/app/References/client.php>.

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

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