Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

PRÉFECTURE DU NORD

DIRECTION DE L'ADMINISTRATION GENERALE
BUREAU DE L'ENVIRONNEMENT

Réf. D.A.G.E./3 - CP

**Arrêté préfectoral imposant à SOCIETE ARBEL FAUVET RAIL des mesures pour la recherche et la réduction des substances dangereuses dans l'eau de son établissement situé à DOUAI**

Le préfet de la région Nord - Pas-de-Calais
préfet du Nord,
officier dans l'ordre national de la légion d'honneur
commandeur dans l'ordre national du mérite

Vu la directive cadre sur l'Eau 2000/60/CE du 23 octobre 2000 ;

Vu la décision 2455/2001/CE du 20 novembre 2001 prise en application de la Directive Cadre sur l'Eau 2000/60/CE ;

VU les dispositions du code de l'environnement annexées à l'ordonnance n° 2000-914 du 18 septembre 2000 ;

VU le décret n° 77-1133 du 21 septembre 1977 modifié, notamment son article 18 ;

Vu l'arrêté du 2 février 1998 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 (publié au journal officiel le 3 mars 1998) ;

VU la nomenclature des installations classées résultant du décret du 20 mai 1953 modifié ;

VU le rapport en date du 2 décembre 2005 de Monsieur le directeur régional de l'industrie, de la recherche et de l'environnement, chargé du service d'inspection des installations classées pour la protection de l'environnement ;

VU l'avis émis par le conseil départemental d'hygiène du Nord lors de sa séance du 17 janvier 2006 ;

CONSIDERANT que l'adoption de la directive 2000/60/CE du 23 octobre 2000 établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau (JOCE du 22 décembre 2000) rappelle et renforce les orientations communautaires relatives au bon état des écosystèmes aquatiques.

CONSIDERANT que l'article 16 de la directive 2000/60/CE vise à renforcer la protection de l'environnement aquatique par des mesures spécifiques conçues pour réduire progressivement les rejets, émissions et pertes de substances prioritaires, et l'arrêt ou la suppression progressive (sur au plus vingt ans) des rejets, émissions et pertes de substances dangereuses prioritaires. Cet article définit la procédure à suivre pour établir les listes de substances prioritaires et de substances dangereuses prioritaires.

CONSIDERANT que la procédure mise en place par la Directive Cadre sur l'Eau 2000/60/CE a abouti à la décision du 7 juin 2001 du Parlement européen et du Conseil, établissant la liste des substances prioritaires dans le domaine de l'eau. Par ailleurs, l'article 5 de cette directive prévoit d'étudier par district hydrogéographique les incidences de l'activité humaine sur l'état des eaux de surface.

CONSIDERANT la circulaire d'action nationale du 4 février 2002 de la Direction de la Prévention des Pollutions et des Risques et de la Direction de l'Eau ayant pour objet la mise en place au niveau régional d'une action de recherche des rejets dans l'eau par les installations classées et d'autre part de prendre, le cas échéant, les dispositions nécessaires pour faire réduire ces rejets,

CONSIDERANT la nécessité d'imposer des prescriptions appropriées pour les entreprises concernées qui ne se sont pas engagé de manière volontaire dans cette action,

SUR la proposition de Monsieur le secrétaire général de la préfecture du Nord,

# ARRETE

**ARTICLE 1 :**

La Société ARBEL FAUVET RAIL (AFR), dont le siège social est situé à Douai (59500) - 140, rue du Paradis, est tenue de respecter les dispositions du présent arrêté pour son site sis à cette même adresse.

## ARTICLE 2 : Modalités d'action

La Société ARBEL FAUVET RAIL choisit un laboratoire qui effectue, sur son établissement de Douai, les prélèvements et analyses selon les modalités figurant dans le cahier des charges technique joint en annexe.

Le laboratoire est accrédité COFRAC et agréé par le ministère chargé de l'environnement pour la mesure des polluants des rejets aqueux figurant dans la liste annexée au cahier des charges technique. De plus le laboratoire devra avoir été sélectionné par le Comité de pilotage régional du Nord-Pas-de-Calais, pour participer à l'action.

Le laboratoire effectue une visite préalable afin de déterminer les modalités de prélèvement. Les résultats de cette visite ainsi que la date choisie pour effectuer les échantillonnages sont fournis à l'exploitant et à l'inspection des installations classées. Après accord de ces parties, le laboratoire effectue la campagne d'échantillonnage puis les analyses.

Tous les documents comportant les résultats de la visite préliminaire et des analyses doivent respecter le format donné dans le cahier des charges technique.

## ARTICLE 3 : Analyses

Les analyses portent sur l'ensemble des substances fourni dans le cahier des charges technique ainsi que sur les paramètres de contrôles suivants : température, pH, MES (matières en suspension), DCO (demande chimique en oxygène).

## ARTICLE 4 : Délais

Les prescriptions du présent arrêté sont applicables dès notification de cet arrêté.

A partir de la date de notification de cet arrêté, l'industriel dispose d'un mois pour informer l'Inspection des Installations Classées du choix du laboratoire et lancer le processus d'analyses. L'inspection des installations classées peut demander à l'exploitant de justifier de la conformité au cahier des charges technique.

L'industriel notifie son choix au laboratoire qui dispose dès lors d'un mois pour faire le diagnostic de l'installation sur laquelle sera fait le prélèvement.

Le compte rendu confidentiel sur le diagnostic est envoyé à l'exploitant, à l'inspection des installations classées et à l'agence de l'eau au minimum un mois avant le début des prélèvements.

Sauf avis contraire de l'inspection des installations classées dans un délai de 1 mois suivant le rendu du rapport de diagnostic, le prestataire procède à l'opération de prélèvement.

Le laboratoire envoie les résultats de l'analyse à l'exploitant, en 4 exemplaires, dans un délais de 2 mois après la date de prélèvement. L'exploitant transmet ces résultats à l'inspection des installations classées et à l'agence de l'eau dans les 15 jours après réception.

Un extrait du rapport, sur les prélèvements et la campagne d'analyse, comprenant la fiche par établissement et les tableaux de résultats sous forme de fichier électronique est envoyé séparément à l'exploitant dans un délai de 15 jours après envoi du rapport général, avec copie à l'inspection des installations classées et à l'agence de l'eau.

**ARTICLE 5**

La présente décision ne peut être déférée qu'au tribunal administratif de LILLE. Le délai de recours est de deux mois pour l'exploitant, de quatre ans pour les tiers. Ce délai commence à courir du jour de sa notification.

**ARTICLE 6**

Monsieur le secrétaire général de la préfecture du Nord et Monsieur le sous-préfet de Douai sont chargés de l'exécution du présent arrêté qui sera notifié à l'exploitant et dont ampliation sera adressée à :

- Monsieur le maire de DOUAI,

- Monsieur le directeur régional de l'industrie, de la recherche et de l'environnement, chargé du service d'inspection des installations classées pour la protection de l'environnement,

En vue de l'information des tiers :

- un exemplaire du présent arrêté sera déposé à la mairie de DOUAI et pourra y être consulté ; un extrait de l'arrêté énumérant notamment les prescriptions auxquelles les installations sont soumises sera affiché à la mairie pendant une durée minimum d'un mois ; procès-verbal de l'accomplissement de ces formalités sera dressé par les soins du maire.

- le même extrait sera affiché en permanence de façon visible dans l'établissement par les soins du bénéficiaire de l'autorisation.

FAIT à LILLE, le 14 FEV. 2006

Le préfet,

PJ : 1 annexe

Pour copie certifiée conforme
Le Chef de Bureau Délégué.

G. GENNEQUIN

Pour le Préfet
Le Secrétaire Général Adjoint

Jules Armand ANIAMBOSSOU

# Cahier des charges technique des opérations de prélèvements et d'analyses des rejets de substances dangereuses dans l'eau

**En application de la circulaire du MATE (NOR : ATE C0210066C) du 4 février 2002, relative à l'action nationale de recherche et de réduction des rejets de substances dangereuses dans l'eau par les installations classées**

INERIS-DRC-CHEN-25580-P04-MCo/02.0444

Version 1.2 – 27 mai 2002



## SOMMAIRE

RESUME ..... 3

A. LES SUBSTANCES RECHERCHÉES ..... 3
B CHOIX DU PRESTATAIRE ..... 3
C. CONDITIONS DE PRÉLÈVEMENT ..... 4
D. MÉTHODOLOGIE DE L'ANALYSE ..... 4

1. CONTEXTE ..... 5

1.1 GÉNÉRALITÉS ..... 5
1.2 SUBSTANCES A RECHERCHER ..... 6
1.3 ETABLISSEMENTS CONCERNES ..... 7
1.4 EXPLOITATION DES RESULTATS ..... 8

2. CAHIER DES CHARGES : PRESCRIPTIONS TECHNIQUES APPLICABLES AUX OPERATIONS DE PRELEVEMENT ET D'ANALYSE ..... 9

2.1 PRESCRIPTIONS GENERALES ..... 9
2.1.1 Objet du cahier des prescriptions techniques ..... 9
2.1.2 Champ d'application ..... 9
2.1.3 Mesures de sécurité ..... 9
2.1.4 Procédures de qualité ..... 10
2.2 OPERATIONS DE PRELEVEMENT ..... 11
2.2.1 Examen préliminaire ..... 11
2.2.2 Mesures de terrain ..... 12
2.2.3 Conditionnement de l'échantillon ..... 14
2.2.4 Transport des échantillons ..... 14
2.3 OPERATIONS D'ANALYSE ..... 15
2.3.1 Flaconnage ..... 15
2.3.2 Réception et stockage des échantillons ..... 15
2.3.3 Analyses et tests demandés ..... 15
2.3.4 Critères de validation des méthodes et résultats ..... 17
2.4 RAPPORT FINAL ..... 17
2.5 ELEMENTS DE PRIX DEMANDES ..... 19

ANNEXE I Circulaire du 4 février 2002 (NOR : ATE C0210066C) ..... 20

ANNEXE II Guide pour le compte-rendu de l'entretien initial entre l'organisme préleveur et l'industriel ..... 30

ANNEXE III Rapport final - Fiches de rendu des résultats des analyses chimiques ..... 38

ANNEXE IV Instructions pour la réalisation des tests écotoxicologiques et le rendu des résultats ..... 47

## RESUME

Le présent document a pour objet de définir les prescriptions techniques pour la réalisation des opérations de prélèvements et d'analyses des rejets de substances dangereuses dans l'eau dans le cadre de l'action nationale de recherche et de réduction des rejets par les installations classées (Cf. annexe I)

## A. LES SUBSTANCES RECHERCHEES

Dans les effluents industriels, on recherchera et on quantifiera systématiquement les 33 substances ou familles de substances prioritaires définies par la décision N°2455/2001/CE du Parlement européen et du Conseil du 20 novembre 2001 publiée au J.O. du 15 décembre 2001, et constituant l'annexe X de la directive cadre 2000/60/CE du 23 octobre 2000 publiée au J.O. du 22 décembre 2000

Les méthodes d'analyse utilisées devront permettre la détection systématique d'autres substances ou familles de substances polluantes. La liste des substances polluantes à rechercher et à quantifier systématiquement figure en annexe III.

Toute autre substance détectée donnera lieu à une identification systématique, et si possible à la quantification par les meilleures méthodes disponibles.

## B. CHOIX DU PRESTATAIRE

Les organismes responsables des prélèvements et des analyses[1] seront strictement sélectionnés en fonction de leur compétence dûment justifiée relative aux modalités du prélèvement, de la préservation, du transport des échantillons vers le laboratoire d'analyse, et des analyses proprement dites.

Le prestataire doit faire preuve d'une expérience dans les prélèvements d'eaux de rejets et, dans la mesure du possible, être accrédité pour les prélèvements d'eau.

Le prestataire exposera son expérience dans le domaine de l'analyse des micropolluants et des tests écotoxicologiques dans les effluents aqueux. L'analyse des substances polluantes à l'état de trace dans les eaux de rejet doit être effectuée par des laboratoires spécialisés, avec des méthodes validées et du personnel compétent. Les analyses seront faites par les prestataires qui respecteront le mieux le cahier des charges concernant les prélèvements et l'analyse des effluents.

Les analyses doivent être réalisées par des laboratoires accrédités par le COFRAC (Comité français d'accréditation) au titre des programmes 100-1 et 100-2 et bénéficiant au minimum des agréments de type 2, 3, 4 et 13 du MEDD (Ministère de l'écologie et du développement durable) pour l'analyse des eaux. Les analyses des composés organiques de l'étain et les tests écotoxicologiques pourront si besoin être sous-traités par le prestataire, à condition que le laboratoire sous-traitant qui réalise ces analyses possède les accréditations nécessaires et l'agrément 13 pour les tests écotoxicologiques, et démontre une expérience certaine dans ce domaine.

[1] Désignées dans ce document sous le nom de « prestataires ».





## C. CONDITIONS DE PRELEVEMENT

Les prélèvements d'échantillons seront effectués sur 24 heures par les prestataires. Le prestataire réalise au préalable un examen préliminaire sur place avec l'exploitant afin de définir les conditions optimales de réalisation de la campagne de prélèvement (période, localisation, etc.).

Les conditions standards de prélèvement sont les suivantes :

- mesure des débits des effluents sur 24 heures ;
- mesure en continu sur 24h du pH, de la conductivité et de la température ;
- constitution d'un échantillon composite sur 24 heures, proportionnel au débit, représentatif d'une activité journalière de l'établissement ;
- préservation et envoi rapide des échantillons (refroidis à 4 ± 2°C et à l'abri de la lumière) vers le laboratoire d'analyse.

## D. METHODOLOGIE DE L'ANALYSE

Une liste de substances ou familles de substances (y compris les métaux dits toxiques pour l'environnement aquatique) fera l'objet d'une recherche systématique par le laboratoire d'analyse (Cf. annexe III). Le laboratoire procèdera à l'identification et à la quantification de ces substances par les méthodes disponibles les plus performantes (validées et normalisées lorsqu'elles existent) et donnant les seuils de quantification les plus faibles.

Si d'autres substances sont détectées au cours de l'analyse de l'effluent (par exemple par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse, CG/SM), elles devront aussi et obligatoirement faire l'objet d'une identification par les méthodes appropriées et, si possible, elles seront aussi quantifiées par des méthodes validées[2].

Les méthodes d'analyse proposées par les laboratoires feront l'objet d'un examen par le comité de pilotage régional.

Par ailleurs le laboratoire fournira les résultats d'analyse sur un certain nombre de paramètres de contrôle qui permettent de vérifier la représentativité de l'activité de l'établissement le jour de la mesure : température, pH, conductivité, MES (matières en suspension), DCO (demande chimique en oxygène).

Enfin, le laboratoire fournira les résultats des essais écotoxicologiques suivants destinés à évaluer la toxicité aiguë et chronique des effluents :

- test algues 72 h (NF T 90-375) ;
- test daphnies 24 h (NF EN ISO 6341) ;
- test ceriodaphnies 7j (NFT 90-376).

[2] La quantification des autres substances identifiées est demandée pour les substances appartenant à une des familles de substances de la liste de l'annexe III (c'est à dire ne nécessitant pas la mise en œuvre par le laboratoire d'une technique analytique additionnelle pour leur quantification)

# 1. CONTEXTE

## 1.1 GENERALITES

L'adoption récente de la directive 2000/60/CE du 23 octobre 2000 établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau rappelle et renforce les orientations communautaires relatives au bon état des écosystèmes aquatiques. En particulier, l'article 16 de cette directive vise à renforcer la protection de l'environnement aquatique par des mesures spécifiques conçues pour réduire progressivement les rejets, émissions et pertes de substances prioritaires, et l'arrêt ou la suppression progressive des rejets, émissions et pertes de substances dangereuses prioritaires dans l'eau. Il définit la procédure à suivre pour établir les listes de substances prioritaires et de substances dangereuses prioritaires. Cette procédure a abouti à la décision N°2455/2001/CE du 20 novembre 2001 du Parlement européen et du Conseil établissant la liste des substances prioritaires dans le domaine de l'eau (liste de 33 substances, cf. Annexe I). Par ailleurs, l'article 5 de cette directive prévoit d'étudier par district hydrogéographique les incidences de l'activité humaine sur l'état des eaux de surface.

La présente action, en application de la circulaire du Ministère de l'environnement et de l'aménagement du territoire (MATE) du 4 février 2002 (NOR : ATE C0210066C) (Cf. annexe I), vise de façon générale la recherche de substances polluantes[3], et notamment celles de la liste des 33 substances prioritaires. Il s'agit de mettre en place dans chaque région une action de recherche des rejets dans l'eau de substances polluantes par les installations classées, afin de prendre les dispositions nécessaires pour faire réduire ces rejets si un risque pour l'environnement aquatique a été identifié.

Au niveau régional, des comités de pilotage seront mis en place en 2002. Il seront animés par l'inspection des installations classées des Directions régionales de l'industrie, de la recherche et de l'environnement (DRIRE)[4] et auront pour mission de définir un programme pluriannuel d'action, et en premier lieu d'établir la liste des établissements concernés par l'opération (Cf. annexe I). Ensuite il conviendra que les exploitants concernés réalisent l'opération à conduire pour leur établissement, en liaison avec le comité de pilotage régional et conformément au cahier des charges technique présenté ci-après. Ce cahier des charges a été élaboré par l'INERIS et revu par les membres du comité national. L'INERIS apportera une aide technique au MEDD et aux comités de pilotage régionaux en vue du suivi de l'opération, de l'exploitation des résultats et de l'élaboration des tableaux de bord régionaux et nationaux.

Au niveau national, l'objectif est, sur une durée de 5 ans, de rechercher les rejets de substances dangereuses pour environ 5000 établissements.

[3] La Directive Cadre définit un polluant comme « toute substance pouvant entraîner une pollution, en particulier celles figurant sur la liste de l'annexe VIII de la directive » :
1) composés organohalogénés ; 2) composés organophosphorés ; 3) composés organostanniques; 4) substances et préparations cancérigène ou mutagène pour le milieu aquatique (...) ; 5) hydrocarbures persistants et substances organiques toxiques persistantes et bio-accumulables , 6) cyanures , 7) métaux et leur composés ; 8) arsenic et ses composés ; 9) produits biocides et phytopharmaceutiques ; 10) MES ; 11) substances contribuant à l'eutrophisation (en particulier nitrates et phosphates) , 12) substances ayant une influence négative sur le bilan d'oxygène (et pouvant être mesurées a l'aide de paramètres tels que la DBO, la DCO, etc )

[4] par souci de concision le sigle DRIRE sera utilisé dans ce document





Cette opération comportera donc trois étapes : sélection des établissements, choix des prestataires pour les prélèvements et les analyses, réalisation des prélèvements et analyses et exploitation des résultats.

## 1.2 SUBSTANCES A RECHERCHER

La liste des 132 substances établie dans les années 1970 en application de la directive 76/464/CEE, comporte des substances dont l'utilisation est aujourd'hui restreinte voire inexistante. Les premiers inventaires effectués dans les régions Franche Comté, Midi-Pyrénées, Poitou-Charentes et Rhône-Alpes imposaient généralement l'analyse complète des 132 substances (à l'exception des dérivés organiques de l'étain). Cela représentait un grand nombre de données pour des résultats le plus souvent inférieurs à la limite de détection. Dans la pratique, on a constaté que certaines substances de la liste des 132 substances avaient peu de chance de se retrouver dans les effluents des établissements industriels et encore moins dans le milieu naturel.

Par ailleurs, la liste des 33 substances prioritaires contient des substances additionnelles par rapport à la liste des 132 substances (ex : plusieurs pesticides dont alachlore, diuron (...), phtalates, alkylphénols, diphényléthers bromés, chloroalkanes).

Dans ces conditions, une liste restreinte de substances à rechercher obligatoirement dans les effluents a été proposée et comporte un total de 86 substances sélectionnées parmi les plus de 1500 substances classées dangereuses pour l'environnement aquatique (11).

Cette liste comprend (Cf. liste en annexe IIf) :

- les 33 substances ou familles de substances de la liste des substances prioritaires définies par la décision N°2455/2001/CE du Parlement européen et du Conseil du 20 novembre 2001 [5];
- 45 substances organiques de la liste des 132 substances dont la présence dans les effluents industriels pourrait être néfaste pour l'environnement aquatique et a été démontrée lors des opérations d'inventaires précédentes effectuées dans plusieurs régions en France ; plusieurs de ces substances sont aussi recherchées dans le milieu aquatique (système d'évaluation de la qualité des cours d'eau, SEQ-Eau) et/ou appartiennent au même groupe chimique que des substances de la liste des 33 substances prioritaires et sont donc analysables par une seule et même méthode (ex : composés organiques halogénés volatils, chlorobenzènes, chlorophénols, etc Cf. Annexe III) ;
- 4 substances organiques des 3ème et 4ème listes prioritaires établies par le réglement CE concernant « l'évaluation et le contrôle des risques présentés par les substances existantes » (N°793/93) dont l'évaluation des risques est a réaliser (ces deux listes comportent un total de 61 substances).

[5] Deux familles de substances de la liste des 33 substances prioritaires (diphényléthers bromés, chloroalkanes C10-C13) comportent chacune de nombreux composés pour lesquels les méthodes analytiques sont en cours de développement (ex : norme en préparation ISO/WD 22032 pour l'analyse des diphényléthers bromés dans les sediments). De plus, le choix exact des composés (ou mélange technique de composés) à déterminer n'est pas encore arrêté, en particulier dans le cas des chloroalkanes. Pour le démarrage de cette opération la détermination de ces deux familles de substances prioritaires est donc facultative, mais néanmoins vivement encouragée afin de permettre le développement rapide de méthodes validées

- l'arsenic (inclut dans la liste des 132 substances) et 3 autres métaux (chrome, cuivre et zinc).

## 1.3 ÉTABLISSEMENTS CONCERNES

Une sélection des établissements concernés par l'opération sera effectuée par le comité de pilotage régional, sur la base de critères généraux et de données en possession des DRIRE, DIREN (Directions régionales de l'environnement), des Agences de l'Eau et de tout autre membre du comité. Les critères retenus pour le choix des établissements sont les suivants :

- Présence constatée de substances polluantes dans le milieu ;
- Sensibilité du milieu récepteur (rivière, nappe) en fonction de son débit (débit d'étiage), de sa vocation, etc ;
- Milieu récepteur signalé par un SDAGE ,
- Secteur géographique faisant l'objet d'une opération concertée (SAGE, contrat de rivière, etc ) ;
- Présence constatée de substances polluantes dans les rejets, notamment les paramètres ou substances suivantes, suivis soit dans le cadre des redevances (agences de l'eau) soit au titre de la réglementation des installations classées, et qui peuvent être des indicateurs de la présence d'autres substances polluantes :
  - MES (matières en suspension) en kg/j
  - DCO (demande chimique en oxygène) et $DBO_5$ (demande biologique en oxygène) en kg/j
  - Anions toxiques (Fluorures en kg/j, Cyanures en g/j)
  - Métaux toxiques (notamment Metox) en kg/j
  - Hydrocarbures totaux en kg/j
  - HAP (hydrocarbures aromatiques polycycliques) en kg/j
  - AOX (composés organo-halogénés adsorbables) en kg/j
  - Matières inhibitrices (MI) en kequitox/j
  - Pesticides en g/j
- Absence de données sur ces paramètres (débit, DCO, etc) ;
- Présence de substances polluantes dans les rejets d'établissements exerçant une activité similaire ;
- Présence supposée de substances polluantes et absence de données sur les rejets de l'établissement ;
- Diversité des substances dangereuses présentes dans l'établissement ;
- Absence de traitement des effluents sur le site ;
- Rejet direct dans le milieu naturel.

L'examen de ces critères, ainsi que l'expérience éventuellement acquise au cours de campagnes d'inventaire précédentes, conduit à un choix qui devra être discuté par le comité de pilotage régional.





## 1.4 EXPLOITATION DES RESULTATS

Les résultats d'analyse sur les effluents industriels représentent une masse d'information importante.

L'exploitation des résultats pour chaque région comportera les éléments décrits ci-dessous :

- la saisie et la mise en forme des résultats par établissement (Cf. 2. Cahier des charges) ;
- la synthèse par département et par bassin versant ;
- l'indication de l'impact des substances présentes dans les rejets sur le milieu naturel (PEC/PNEC : Concentration potentielle d'une substance dans le milieu récepteur / Concentration prévisible n'ayant pas d'effet sur l'environnement aquatique) ; les valeurs des PNEC feront l'objet d'une validation au niveau national ;
- l'exploitation des résultats en fonction de l'écotoxicité et du flux des différentes substances identifiées ;

L'exploitation des résultats au niveau national comportera :

- une synthèse par substance et par branche industrielle avec une mise à jour annuelle.

Ces résultats permettront d'établir un tableau de bord régional identifiant les établissements présentant un rejet à risque pour l'environnement aquatique, en vue de la réduction des rejets par l'inspection des installations classées. L'exploitation des données régionales sera réalisée sous l'égide du comité de pilotage régional grâce à l'utilisation de supports informatiques définis au niveau national. Les tableaux de bord régionaux seront transmis annuellement au MEDD afin de permettre le suivi de l'action au niveau national.

L'INERIS a réalisé des fiches de rendu des résultats qui seront mises à la disposition des prestataires retenus en vue de l'exploitation automatisée des données (Cf. Annexe III et IV).

# 2. CAHIER DES CHARGES : PRESCRIPTIONS TECHNIQUES APPLICABLES AUX OPERATIONS DE PRELEVEMENT ET D'ANALYSE

## 2.1 PRESCRIPTIONS GENERALES

### 2.1.1 Objet du cahier des prescriptions techniques

Le présent cahier des prescriptions techniques est applicable aux opérations de mesure, de prélèvement et de transport des échantillons, d'analyse des paramètres de terrain, d'analyses physico-chimique et biologique, et de transfert des données, à réaliser dans le cadre d'un inventaire des substances polluantes dans les rejets aqueux des établissements industriels.

L'analyse des substances polluantes à l'état de trace dans des eaux brutes doit être effectuée dans des laboratoires spécialisés, avec des méthodes éprouvées et du personnel compétent. Les analyses seront faites par le laboratoire d'analyse qui respectera le mieux le cahier des charges concernant l'analyse des effluents et à un prix compétitif. Une attention toute particulière sera accordée à l'expérience et aux pratiques de la qualité dans le laboratoire.

Les opérations de prélèvement et d'analyses seront réalisées sous la responsabilité de l'exploitant. Le comité de pilotage régional pourra faire ses observations à l'exploitant sur le choix des prestataires en fonction des réponses au cahier des charges.

### 2.1.2 Champ d'application

L'exploitant demande au prestataire de réaliser :

- l'examen préliminaire sur place avec l'exploitant permettant de définir les conditions de réalisation de la campagne de prélèvement et la transmission d'un compte-rendu à la DRIRE comme indiquée en annexe II ;
- la fourniture du flaconnage ;
- les opérations de terrain (prélèvement et mesures) ;
- la préservation, le transport et la transmission des échantillons au laboratoire d'analyse ;
- la réception des échantillons par le laboratoire, leur conservation dans les conditions de réalisation des analyses ;
- l'exposé de la méthodologie utilisée ;
- la réalisation des analyses et des tests d'écotoxicité ;
- les conditions de validation des résultats et de leur mise en forme ;
- la transmission des résultats à l'exploitant par la fourniture d'un rapport final (en 4 exemplaires) décrivant les opérations de prélèvement et de transport des échantillons et les résultats d'analyse et des tests d'écotoxicité. L'exploitant transmettra 3 exemplaires du rapport à la DRIRE sous 15 jours après réception.
- l'envoi des résultats à l'exploitant et à la DRIRE sous forme informatisée, 15 jours après l'envoi du rapport à l'exploitant (Cf. annexe III).





### 2.1.3 Mesures de sécurité

L'organisme chargé des prélèvements et des analyses présente dans son offre une note indiquant les mesures prévues pour assurer l'hygiène et la sécurité de son personnel au cours des investigations de terrain.

Le préleveur s'informe, pendant le contact préliminaire et/ou au début de l'opération de prélèvement proprement dite, des consignes de sécurité auprès des services responsables dans les établissements intéressés.

### 2.1.4 Procédures de qualité

Les opérations de prélèvement et d'analyse doivent impérativement être réalisées par un laboratoire accrédité par le COFRAC (Comité français d'accréditation) au titre des programmes 100-1 (Analyses physico-chimiques des eaux) et 100-2 (Analyses biologiques et microbiologiques des eaux) et bénéficiant au minimum des agréments de type 2, 3, 4 et 13 du MEDD pour l'analyse des eaux. Le laboratoire donne la liste des agréments dont il dispose.

Les méthodes d'analyse proposées par le prestataire feront l'objet d'un examen par le comité de pilotage régional.

Le prestataire décrit dans un mémoire (dossier de réponse au cahier des charges) les éléments suivants :

- la méthodologie générale utilisée ;
- les procédures d'organisation visant à garantir la qualité de ses prestations, comprenant les renseignements sur le matériel utilisé et sur la qualification du personnel chargé des prélèvements et des analyses ;
- son expérience dans le domaine du prélèvement et de l'analyse des substances polluantes (micropolluants organiques et métaux toxiques) et des tests d'écotoxicité dans les effluents industriels ;
- la description des procédures de qualité mises en place par le laboratoire, dont les procédures de prélèvements, les matériels utilisés pour le prélèvement, le conditionnement et le transport des échantillons (tuyaux, flaconnage ), la conservation des échantillons, et la validation des méthodes et des résultats d'analyse ;
- les méthodes qu'il utilisera pour la réalisation des analyses prescrites avec par substance ou famille de substances, les modes opératoires spécifiques utilisés ; les méthodes normalisées NF, EN ou ISO seront utilisées lorsqu'elles existent[6] ;
- les limites de détection et de quantification et la précision prévues pour les substances polluantes (micropolluants organiques et métaux de la liste en annexe III) pour un effluent industriel ; les rendements d'extraction (ou taux de récupération) sont précisés dans le cas des polluants organiques ;

[6] Remarque : Une méthode validée différente d'une norme peut être utilisée pour les analyses chimiques, après avoir vérifié que les résultats obtenus sont comparables avec la ou les méthodes normalisées lorsqu'elles existent. Dans ce cas, le laboratoire décrit brièvement le principe de la méthode utilisée et les différences par rapport à la norme. Le laboratoire présente un rapport succinct de validation (inspiré de la norme XPT 90-210) de l'ensemble de ses méthodes non normalisées. En cas de légères modifications dans l'application de la norme, le rapport de validation n'est pas exigé, mais le laboratoire est tenu de les indiquer.

- sa participation à des essais inter-laboratoires sur effluents industriels pour l'analyse des paramètres de la qualité des eaux et des substances polluantes (micropolluants organiques et métaux de la liste en annexe III) et pour les tests d'écotoxicité. Les performances obtenues sur l'analyse des micropolluants sont exposées (ex : courbes de contrôle) ;
- son engagement à réaliser la totalité des analyses sans sous-traitance, sauf si nécessaire dans les cas particuliers identifiés ci-après :
  - pour les analyses des composés organiques de l'étain ; le laboratoire sous-traitant qui réalise ces analyses doit être accrédité par le COFRAC au titre du programme 100-1, et démontrer une expérience certaine dans ce domaine et des pratiques de qualité ;
  - pour les essais écotoxicologiques ; le laboratoire sous-traitant qui réalise les essais écotoxicologiques doit être accrédité par le COFRAC au titre du programme 100-2 et agréé par le MEDD (agrément de type 13), et démontrer une expérience certaine dans ce domaine et des pratiques de qualité ;
- La liste des substances ou familles de substances qu'il ne pourrait pas analyser est précisée dans la réponse.

## 2.2 OPERATIONS DE PRELEVEMENT

Les opérations de prélèvement et d'échantillonnage seront faites selon les normes :

- ISO 5667-1 (1980), Qualité de l'eau – Echantillonnage – Partie 1 : Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage.
- ISO 5667-2 (1991), Qualité de l'eau – Echantillonnage – Partie 2 : Guide général sur les techniques d'échantillonnage.
- ISO 5667-3 (1994), Qualité de l'eau – Echantillonnage – Partie 3 : Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons (en révision).

### 2.2.1 Examen préliminaire

Le prestataire réalise une visite préliminaire sur le site de l'établissement qui a pour but :

- de définir avec l'exploitant le ou les points de rejet à considérer pour cette étude. Le choix de ces points de rejet se limite aux rejets terminaux de l'établissement (rejet au milieu naturel, dans une station collective locale, dans une lagune, etc.) ;
- de déterminer les modalités de prélèvement des échantillons et de mesure des paramètres de terrain ;
- de fixer la durée de la mesure en fonction des caractéristiques des rejets de l'établissement. Cette durée est de 24 heures d'activité normale. Dans la mesure et tout à fait exceptionnellement où le rejet est discontinu ou irrégulier, le prestataire et l'exploitant définiront la période la mieux adaptée ;
- de fixer la meilleure période d'intervention compatible avec une activité normale de l'établissement pour s'assurer de la représentativité aux conditions de marche les plus courantes, qualitativement et quantitativement ;





- de déterminer en accord avec l'exploitant, les mesures de sécurité que le préleveur adoptera.

**Suite à l'examen préliminaire entre l'exploitant et le prestataire, le prestataire fait un compte-rendu qu'il envoie à l'exploitant et à la DRIRE. Ce compte-rendu doit parvenir à la DRIRE au minimum 1 mois avant l'opération de prélèvement et de mesure dans l'établissement. Sauf avis contraire de la DRIRE dans un délai de 1 mois suivant le rendu du rapport, le prestataire procède à l'opération de prélèvement.** Un document support pour le compte-rendu est présenté en annexe II.

### 2.2.2 Mesures de terrain

Les prescriptions pour les mesures sur le terrain sont les suivantes :

- **une mesure du débit en continu**

La mesure de débit est réalisée en continu pendant 24 heures en indiquant les débits horaires.

a) dans le cas où le point de mesure est équipé d'une infrastructure en écoulement libre, type canal de mesure seuil ou venturi : le prestataire réalise la mesure du débit par la mise en place d'un débitmètre selon les normes applicables (NF X10-311, NF ISO 4360 , NF ISO 4359 , NF X10-314, NF ISO 3846, NF ISO 4377, NF ISO 4374 ou NF ISO 6416) ;

b) dans le cas où le point de mesure en écoulement libre n'est pas équipé d'une infrastructure : le prestataire réalise la mesure par la mise en place d'une infrastructure de type seuil déversoir en respectant les conditions d'installation et les normes applicables ;

c) dans le cas où il n'y a pas de point d'écoulement libre sur place : le prestataire utilise et installe son matériel de mesure de débit en conduite libre ou en conduite fermée selon les normes applicables ;

d) dans les cas d'impossibilité d'installation sur place d'un équipement de mesure du débit : le prestataire utilise les moyens en place (relevé de compteur, débitmètre sur tuyauterie) et justifiera la précision des mesures par étalonnage, jaugeage, etc

- **un prélèvement continu 24 heures**

Le matériel mis en place permet la constitution d'un échantillon pondéré au débit (appelé « échantillon composite »).

Le volume prélevé doit être représentatif des flux de l'établissement et compatible avec les quantités nécessaires aux analyses

Selon les caractéristiques du rejet de l'établissement on utilisera

a) un préleveur mono flacon asservi au débitmètre ;

b) un préleveur mono flacon asservi à la marche des pompes de refoulement ;

c) un préleveur mono flacon asservi au temps, après la pompe de refoulement (arrêt du prélèvement quand la pompe de refoulement est arrêtée) ;

d) un préleveur multi flacons (24) lorsque l'asservissement est impossible. Dans ce cas l'échantillon composite est pondéré au débit mesuré a posteriori.

e) dans le cas où il s'avère impossible d'effectuer un prélèvement proportionnel au débit de l'effluent, on pratique un prélèvement ordinaire en fonction du temps, ou des prélèvements ponctuels si la nature du rejet le justifie (rejets homogènes par batch par exemple). Dans ce cas, le débit et son évolution sont estimés par le préleveur en fonction des renseignements collectés sur place (compteurs d'eau, bilan hydrique, etc)

Le prestataire indique le type et la marque de l'appareil de prélèvement utilisé (technologie, modèle, etc.)

L'appareil de prélèvement, son installation, sa programmation sont conformes à la norme ISO 5667 relative à l'échantillonnage des eaux. On veillera en particulier à respecter et/ou vérifier les points suivants :

- justesse et répétabilité du volume prélevé ;
- vitesse de passage dans la boucle de prélèvement ;
- les échantillons, pouvant évoluer rapidement, sont conservés dans une enceinte réfrigérée à une température de 4°C ± 3°C pendant toute la durée du prélèvement ;
- orifice d'entrée de diamètre intérieur au moins égal à 12 mm et équipé d'un tamis fuselé (crépine) empêchant le colmatage et l'accumulation de particules.

On veillera au positionnement de la crépine :

- dans le cas d'un déversoir, la crépine est placée soit à l'aval, soit dans une zone dynamique du fluide amont et au 1/3 de la hauteur à partir de la surface ;
- dans le cas d'un canal à fond plat, la crépine est placée au fond du canal.

La position verticale de la crépine permet une meilleure représentativité par rapport au prélèvement des MES.

Les mailles de la crépine ont une ouverture minimum de 5 mm de diamètre.

L'objectif de l'enquête étant la mesure des **micropolluants** dans les effluents de l'établissement, on réalise les prélèvements suivant des modalités spécifiques à la recherche de ces micropolluants :

- flacons en verre, préalablement nettoyés selon les procédures appropriées et validées (ex : norme en révision ISO 5667-3 avec lavage acide). On prévoit un flacon en verre d'un volume suffisant à la réalisation des analyses pour le prélèvement de l'échantillon composite (ex : 10 à 20 litres).
- choix approprié et validé de la qualité des tuyaux d'aspiration et autres matériaux utilisés pour le prélèvement, et changement des tuyaux d'aspiration à chaque campagne de prélèvement ;
- vérification systématique des blancs de prélèvements (blancs de terrain).

L'appareil de prélèvement est verrouillé de façon à empêcher toute manipulation par une personne non chargée du prélèvement.

- **le suivi de la température, de la conductivité et du pH en continu pendant la durée du prélèvement**





- **la mesure in situ de la conductivité et du pH dans une fraction de l'échantillon composite prélevé**

Les mesures en continu et in situ sont réalisées selon les règles de l'art avec les appareils de mesure appropriés utilisés par des personnes compétentes.

### 2.2.3 Conditionnement de l'échantillon

- Le nombre, le volume, le conditionnement et l'identification des échantillons à prélever sont définis par le laboratoire d'analyse. Le flaconnage est préparé et fourni par le laboratoire d'analyse (prévoir les blancs de terrain). On prévoit un flacon de 10 à 20 litres en verre pour le prélèvement de l'échantillon composite et des flacons appropriés aux analyses spécifiques prévues par le laboratoire.
- Avant conditionnement, le préleveur mesure sur place le pH et la conductivité dans une fraction de l'échantillon composite collecté et note l'aspect de l'échantillon (turbidité, couleur). La reconstitution d'un échantillon composite est nécessaire dans le cas de l'utilisation d'un préleveur multi-flacons.
- La fraction destinée au laboratoire est sous-échantillonnée à partir de l'échantillon composite dans les différents flacons fournis par le laboratoire (flacons en verre ambré ou en polyéthylène selon les cas), et remplis à ras bord sans espace d'air, et/ou préservés de façon adéquate (selon norme ISO 5667-3 ou méthodes validées). Des échantillons sont conditionnés en flacons sertis pour l'analyse des composés organo-halogénés volatils.
- S'il en fait la demande au prestataire, l'exploitant pourra conserver un double de l'échantillon (1/3 du volume total) remis par le préleveur. Si l'exploitant veut procéder à des analyses il respectera les conditions suivantes :
  - conditions de transport, conservation et analyses des échantillons identiques à celles prescrites pour les prestataires ;
  - analyses effectuées par un laboratoire accrédité et agréé (Cf. 2.1.4) ;
  - communication des résultats à la DRIRE avec les modes opératoires utilisés selon les prescriptions du cahier des charges (Cf. 2.4) dans un délai de 2 mois après la date de prélèvement.
- L'identification des échantillons est réalisée sur le site par étiquetage des flacons portant :
  - le nom de l'établissement ;
  - la date et l'heure de prélèvement (début et fin) ;
  - le point de rejet concerné si plusieurs prélèvements ont été réalisés dans l'établissement ;
  - nature et quantités d'agents de préservation ajoutés.
- Une fiche signalétique de liaison est jointe aux échantillons, précisant le nombre total de flacons et les références de la commande.
- La traçabilité est assurée pour le flaconnage, afin de permettre de retrouver les échantillons jusqu'à l'acceptation des résultats par le prestataire responsable.

#### 2.2.4 Transport des échantillons

Tous les échantillons sont acheminés au laboratoire dans une enceinte maintenue à une température égale à 4°C ± 3°C dans les 24 heures qui suivent la fin du prélèvement. Ceci doit permettre un démarrage de toutes les procédures analytiques au plus tard 48 heures après la fin du prélèvement.

## 2.3 OPERATIONS D'ANALYSES

### 2.3.1 Flaconnage

Le nombre, le volume, le conditionnement et l'identification des échantillons sont définis par le laboratoire d'analyse et communiqués au préleveur. Le laboratoire fournit les flaconnages (prévoir des flacons supplémentaires pour les blancs de terrain) (Cf. 2.2.3).

La fraction destinée au laboratoire est échantillonnée dans les différents flacons fournis par le laboratoire :

- flacons en verre ambré ou en polyéthylène selon les cas, préalablement nettoyés selon les procédures appropriées et validées, et remplis à ras bord sans espace d'air, et/ou préservés de façon adéquate (selon norme en révision ISO 5667-3 ou méthodes validées) ;
- flacons à sertir pour l'analyse des composés organo-halogénés volatils.

Les flacons utilisés ainsi que le dispositif de fermeture (bouchon, capsule ou septum) ne doivent pas : contaminer les échantillons, entraîner de réactions avec certains constituants des échantillons, être susceptibles d'adsorber certains constituants, entraîner des interactions avec certains réactifs analytiques.

Dans le cas des micropolluants, les flacons sont rincés plusieurs fois avec l'échantillon avant remplissage.

Les échantillons acheminés au laboratoire dans un flaconnage d'une autre provenance seront refusés par le laboratoire.

Le laboratoire donne en outre au préleveur les conditions de remplissage, de conservation et de transport des échantillons.

### 2.3.2 Réception et stockage des échantillons

A l'arrivée des échantillons le laboratoire détermine et note :

- l'identité du transporteur des échantillons ;
- la date et l'heure de réception ;
- le N° d'identification des échantillons ;
- l'aspect des échantillons (mauvaise étanchéité des flacons, casse) ;
- la température de l'échantillon.

Les échantillons sont alors immédiatement placés dans une enceinte à 4°C ± 3°C et à l'abri de la lumière.





### 2.3.3 Analyses et tests demandés

Le démarrage des procédures d'analyse doit être réalisé si possible dans les 24h et au plus tard 48 heures après la fin du prélèvement.

Toutes les analyses se font sur la totalité de l'échantillon (MES comprises). Lorsque c'est nécessaire afin d'assurer la validité des résultats, et en particulier dans le cas de l'analyse des composés organiques dans des effluents contenant plus de 0,05 g/l de MES, le laboratoire procède à la filtration ou à la centrifugation des échantillons et à la détermination séparée des substances polluantes dans les fractions dissoute et particulaire. Le laboratoire indique dans ce cas le résultat total (dissous+particulaire) et décrit le mode opératoire utilisé pour la séparation des phases dissoute et particulaire.

Dans le cas des métaux, l'analyse demandée (Cf. Annexe III « métal et ses composés ») est une détermination de la concentration en métal total contenu dans l'effluent, obtenue après digestion de l'échantillon selon les normes en vigueur (ISO 15587-1, excepté pour le mercure pour lequel l'étape de digestion est décrite dans les normes spécifiques à cet élément).

a) Le laboratoire détermine les paramètres généraux suivants :
   - pH
   - conductivité
   - MES en mg/l
   - DCO en mg/l

b) Le laboratoire procède ensuite à l'identification et à la quantification systématique des substances polluantes citées en annexe III contenues dans l'échantillon par les meilleures méthodes disponibles (validées), et donnant les seuils de quantification les plus faibles. Le choix des méthodes d'analyse utilisées est du ressort du laboratoire, qui doit utiliser les méthodes normalisées NF, EN ou ISO lorsqu'elles existent (cf. paragr. 2.1.4, note 5)

c) Le laboratoire procède également à une analyse qualitative des autres substances éventuellement présentes dans l'effluent.

   Les extractions adéquates de la phase aqueuse (extraction liquide liquide) nécessaires au b) feront l'objet d'une analyse qualitative des substances présentes dans l'échantillon par la réalisation d'une empreinte par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/SM) permettant d'identifier des substances qui n'auraient pas été détectées par les analyses précitées. Le laboratoire indique les seuils de détection de cette méthode (pré-screening).

   La détection d'une substance donne lieu obligatoirement à son identification. Lorsque celle-ci peut être assimilée à une famille de la liste en annexe III, elle est quantifiée par une méthode spécifique validée (c'est à dire lorsque l'analyse de cette substance ne nécessite pas la mise en œuvre par le laboratoire d'une technique analytique additionnelle pour sa quantification).

d) Le laboratoire réalise les tests écotoxicologiques suivants en suivant obligatoirement les normes indiquées ci-après et les instructions données en annexe IV

   - Test algues 72h : NF T 90-375 (« Détermination de la toxicité chronique des eaux par inhibition de la croissance de l'algue d'eau douce *Pseudokirchneriella subcapitata* (*Selenastrum Capricornutum* ») ;

- Test daphnies 24h : NF EN ISO 6341 (« Détermination de l'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna Straus* (Cladocera, Crustacea) – Essai de toxicité aigue » ;
- Test ériodaphnie 7j : NF T 90-376 (« Détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de *Ceriodaphnia dubia* en 7 jours »).

Les résultats des tests d'écotoxicité sont reportés selon les modèles donnés en annexe IV.

#### 2.3.4 Critères de validation des méthodes et résultats

Le laboratoire respecte les points suivants :

- la limite de quantification (LQ) est mentionnée par le laboratoire et rappelée sur les résultats d'analyse. Des résultats numériques ne peuvent être fournis en dessous de la LQ. Celle-ci n'est valable que si des taux de récupération ont été réalisés à ce niveau.
- les résultats concernant la détermination de la précision et de la justesse des mesures sont présentés, ainsi que les rendements d'extraction (ou taux de récupération) pour les micropolluants organiques.
- le laboratoire précise quels sont ses critères de validation des résultats d'analyse. Par exemple, un taux de récupération réalisé en parallèle sur un échantillon dopé avec l'ensemble des composés d'une famille de substances recherchées, permet de s'assurer qu'aucune dérive lors de la mise en œuvre de la méthode, aucun problème d'appareil, de manipulation ou de réactif ne se sont produits et valide ainsi les résultats obtenus. L'utilisation d'étalons interne (ajoutés directement à l'échantillon avant l'extraction) constitue également un bon moyen de contrôle des résultats.

### 2.4 RAPPORT FINAL

**Eléments du rapport**

Dans les deux mois qui suivent le prélèvement, le prestataire établit, pour chaque rejet, un rapport qui contient les renseignements suivants :

a) **une fiche par établissement** selon le format défini en annexe III donnant :
   - nom de l'établissement ;
   - département ;
   - commune où se trouve l'établissement ; coordonnées de l'établissement ;
   - N° de redevance Agence et code DRIRE de l'établissement ;
   - domaine d'activité de l'établissement ;
   - type d'épuration ou de prétraitement sur le site ;
   - produits fabriqués le jour du prélèvement et les quantités ;
   - milieu récepteur final (nom de la rivière ou fleuve) ;
   - coordonnées de l'organisme préleveur ;
   - nom du préleveur ;
   - N° du rapport ;
   - type de prélèvement ;
   - nombre de points de prélèvement ;
   - date du prélèvement ; heure du début et de la fin du prélèvement ;
   - date de l'envoi des échantillons au laboratoire ;
   - conditions climatiques le jour de la mesure ;





   - coordonnées du laboratoire d'analyse ;
   - nombre d'échantillons reçus ;
   - date de réception des échantillons au laboratoire ;
   - date de mise en route des analyses.

b) les conditions de la mesure du débit et du prélèvement avec une appréciation sur la validité de ces opérations ;

c) les mesures en continu effectuées sur le site (débit, température, pH, conductivité) sous forme numérique et les valeurs moyennes calculées ;

d) le schema simplifié des réseaux et du (ou des) point(s) de rejet ;

e) les remarques sur l'aspect des échantillons ;

f) les conditions de réception des échantillons ;

g) **un tableau de base pour chaque point de prélèvement** avec les résultats d'analyse du laboratoire selon le format défini en annexe III avec :
   - les renseignements sur le prélèvement :
     - nom et coordonnées de l'établissement
     - nom de l'organisme préleveur
     - numéro du rapport
     - numéro, lieu et coordonnées géographiques du point de prélèvement
     - date d'échantillonnage
     - le débit de l'effluent en $m^3/j$
     - le point de rejet (STEP, rivière, etc.)
     - le milieu récepteur final (nom de la rivière ...)
     - le nom du laboratoire d'analyse
   - le pH, la conductivité de l'échantillon composite in situ (avant son envoi au laboratoire) ;
   - les paramètres pH, température, conductivité à l'arrivée au laboratoire ;
   - les paramètres MES, DCO ;
   - les résultats obtenus pour l'ensemble des substances ou famille de substances du tableau de l'annexe III ;
   - les autres substances détectées.

   Pour chaque substance sont indiqués :
   - la méthode d'analyse ;
   - le seuil de détection et de quantification en µg/l [1] ,
   - la concentration en µg/l.

h) pour chaque substance on donne également :
   - la description des méthodes d'analyse et la validation des résultats ;
   - les résultats concernant la détermination de la précision et de la justesse des mesures ;

[1] Dans le tableau de résultats, les substances non détectées seront indiquées ND ; les substances détectées mais non quantifiables seront indiquées comme <LQ (avec mention de la valeur de la limite de quantification).

- les rendements d'extraction obtenus sont indiqués dans le cas des micropolluants organiques ;
- les problèmes éventuellement rencontrés lors du déroulement des analyses ;

i) les résultats des tests d'écotoxicité selon le format défini en annexe IV ;

j) tous autres commentaires jugés utiles.

Le prestataire garde en archives l'ensemble des chromatogrammes, graphiques et courbes d'étalonnage. L'ensemble des données brutes seront transmises sur demande à la DRIRE.

Le rapport final sera transmis en 4 exemplaires à l'exploitant. L'exploitant transmettra 3 exemplaires du rapport à la DRIRE sous 15 jours après réception.

Un extrait du rapport comprenant la fiche par établissement et le tableau de base sous forme de fichier électronique est envoyé séparément à l'exploitant, avec copie à la DRIRE, pour une exploitation future des résultats par l'INERIS (voir modèle fiche.xls en annexe III qui sera fourni par l'INERIS).

Le prestataire informera l'exploitant de la possibilité pour celui-ci d'émettre des observations ou contestations à la DRIRE dans un délai maximal de 2 mois après la date de réception du rapport. Ces observations seront étudiées par le comité de pilotage régional et feront l'objet d'une réponse à l'exploitant.

## 2.5 PRESENTATION DU DEVIS

Le prestataire fournit les éléments suivants pour le devis :

Pour un prélèvement, le coût de la prise en charge unitaire, comprenant :

- examen préliminaire ;
- prélèvement en un point, conditionnement des échantillons ;
- mesure en continu du débit, température, pH, conductivité ;
- analyse des paramètres de terrain (température, pH, conductivité) ;
- le transport des échantillons ;
- de même pour n points de prélèvement dans le même établissement.

Le prix pour l'analyse d'un point de prélèvement comprenant :

- le flaconnage ;
- la prise en charge de l'échantillon ;
- les analyses demandées ;
- la fourniture des résultats et du rapport final ;
- la fourniture d'éléments en réponse aux observations éventuelles de l'établissement industriel ;
- de même pour n échantillons dans le même établissement.

# ANNEXE I

## Circulaire du MATE du 4 février 2002 (NOR : ATE C0210066C) :

## « Action nationale de recherche et de réduction des rejets de substances dangereuses dans l'eau par les installations classées »



INERIS-DRC-CHEN-25580-P04-MCo/02.0444

MINISTERE DE L'AMENAGEMENT DU TERRITOIRE ET DE L'ENVIRONNEMENT

DIRECTION DE LA PREVENTION DES POLLUTIONS ET DES RISQUES

DIRECTION DE L'EAU

Paris, le 4 février 2002

*Affaire suivie par* : *Ph. LUCAS et G. GOLASZEWSKI*
*Poste* : 01.42.19.14.19 - 01 42 19 13 22
*N. Réf* : DPPR/SEI/CHo/001117

Le Directeur de la Prévention des Pollutions et des Risques

Le Directeur de l'Eau

à

Mesdames et Messieurs les Préfets de région

Monsieur le Préfet de police de Paris

Madame et Messieurs les Préfets de département

Madame et Messieurs les Directeurs régionaux de l'industrie, de la recherche et de l'environnement

Messieurs les Directeurs des agences de l'eau

Mesdames et Messieurs les Directeurs régionaux de l'environnement

**Objet : Action nationale de recherche et de réduction des rejets de substances dangereuses dans l'eau par les installations classées**

L'objet de la présente circulaire est, d'une part , de mettre en place dans chaque région une action de recherche des rejets dans l'eau par les installations classées de substances polluantes, notamment les substances prioritaires de la directive 2000/60/CE du 23 octobre 2000 établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau et les substances classées dangereuses pour l'environnement, et, d'autre part, de prendre, le cas échéant, les dispositions nécessaires pour faire réduire ces rejets

20, avenue de Ségur - 75302 Paris 07 SP - Téléphone : 01 42 19 14 19
Télex : Denvir 203 603 F - Télécopie : 01 42 19 14 07

## 1. Cadre général de l'action

L'adoption récente de la directive 2000/60/CE du 23 octobre 2000 établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau (JOCE du 22 décembre 2000) rappelle et renforce les orientations communautaires relatives au bon état des écosystèmes aquatiques

En particulier, l'article 16 de cette directive vise à renforcer la protection de l'environnement aquatique par des mesures spécifiques conçues pour réduire progressivement les rejets, émissions et pertes de substances prioritaires, et l'arrêt ou la suppression progressive (sur au plus vingt ans) des rejets, émissions et pertes de substances dangereuses prioritaires. Il définit la procédure à suivre pour établir les listes de substances prioritaires et de substances dangereuses prioritaires. Cette procédure a abouti à la décision du 7 juin 2001 du Parlement européen et du Conseil établissant la liste des substances prioritaires dans le domaine de l'eau (liste de 33 substances, cf. annexe 1). Par ailleurs, l'article 5 de cette directive prévoit d'étudier par district hydrogéographique les incidences de l'activité humaine sur l'état des eaux de surface.

Cette directive remplace et abroge à terme la directive 76/464/CEE du 4 mai 1976 concernant la pollution causée par certaines substances dangereuses déversées dans le milieu aquatique de la Communauté d'éliminer les pollutions causées par certaines substances toxiques, persistantes et bioaccumulables, en leur appliquant des valeurs limites compatibles avec les objectifs de qualité des milieux récepteurs. La liste I de cette directive qui définissait les substances concernées (liste de 132 substances) est remplacée par la liste des 33 substances prioritaires. La directive 76/464/CEE reprend également les objectifs de la directive du Conseil 80/68/CEE du 17 décembre 1979 concernant la protection des eaux souterraines contre la pollution causée par certaines substances dangereuses qui interdit les rejets de ces mêmes substances dans les eaux souterraines.

La présente action vise de façon générale la recherche de substances polluantes, notamment celles de la liste des 33 substances prioritaires.

## 2. Objectifs nationaux

La connaissance des pollutions des milieux est assurée sous la responsabilité de la direction de l'eau par le Réseau National de Bassin (RNB) et par les réseaux complémentaires. Il importe, en application de la directive 2000/60/CE, de recueillir les données permettant de mettre en relation cette connaissance de l'état du milieu avec les rejets des sources ponctuelles ou diffuses.

Parmi les sources de rejet de substances dangereuses, les sources ponctuelles constituent chacune un cas particulier qui relève le plus souvent de la réglementation des installations classées. La connaissance actuelle des sources de rejet de substances dangereuses est insuffisante car, outre les installations produisant ou utilisant ces substances qui sont connues et suivies à ce titre, d'autres installations sont susceptibles de rejeter de telles substances ou activités dans le milieu aquatique à l'état de traces.

Des actions régionales ont été menées dans ce sens depuis 1990. Elles ont permis de mettre en évidence la présence de micropolluants dans des secteurs insoupçonnés ou dans des entreprises n'utilisant pas ces produits en tant que tels, certaines de ces substances se trouvant dans des préparations prêtes à l'emploi ou dans les matières premières. Elles ont permis également de détecter des fuites de substances ordinairement confinées telles que le PCB. Des mesures ont déjà été prises pour imposer par voie





réglementaire une réduction des rejets les plus préoccupants (amélioration de l'efficacité du traitement, modification éventuelle du procédé, etc.), ainsi qu'une augmentation de la fréquence des contrôles par un organisme extérieur. Dans certains cas, ces mesures ont également conduit à la définition de nouvelles exigences de surveillance des rejets et de l'environnement par l'exploitant.

L'accroissement des connaissances et l'expérience qui en ont été retirés, tant sur le plan de la conduite technique des opérations d'identification des rejets présentant un risque pour l'environnement aquatique que sur le plan des priorités, permettent aujourd'hui de généraliser la démarche et d'accroître son efficacité.

Au niveau national, l'objectif est, sur une durée de 5 ans, de rechercher les rejets de substances dangereuses pour environ 5000 établissements, et lorsqu'un rejet présentant un risque pour l'environnement aquatique aura ainsi été identifié, de faire prendre les mesures nécessaires.

Un comité national sera constitué. Il sera animé par la Direction de la Prévention des Pollutions et des Risques et sera composé de représentants de la Direction de l'eau, de l'inspection des installations classées, des agences de l'eau, des organisations patronales et des associations de protection de l'environnement.

Ce comité coordonnera les programmes régionaux, en particulier en définissant le cahier des charges technique des opérations à mener à l'échelon régional (appelé ci-après « cahier des charges technique »), en réalisant une synthèse nationale des résultats de ces opérations et en assurant des échanges d'information entre les comités de pilotage régionaux

Le travaux de ce comité national seront coordonnés avec les travaux des groupes de travail créés par la Direction de l'eau pour le suivi de la mise en œuvre de la directive 2000/60/CE.

## 3. Programmation régionale

Nous vous demandons de définir au niveau régional une liste d'établissements sur lesquels réaliser l'opération Ensuite il conviendra que les exploitants concernés réalisent l'opération à conduire pour leur établissement, en liaison avec l'inspection des installations classées et l'agence de l'eau, et conformément au cahier des charges technique.

Nous vous demandons donc de constituer dès maintenant un comité de pilotage régional animé par l'inspection des installations classées et réunissant l'ensemble des parties intéressées : agence(s) de l'eau, direction régionale de l'environnement, organisations patronales et associations de protection de l'environnement, etc. Les organisations patronales, doivent constituer un relais particulièrement efficace avec les exploitants. Vous pourrez faire appel utilement aux associations pour l'usage de l'eau lorsqu'elles existent. Vous pourrez également associer les chambres de commerce et d'industrie ou le Conseil régional.

Ce comité aura pour mission en 2002 de définir un programme pluriannuel d'action, c'est-à-dire la période de déroulement et le volume des opérations, ainsi que l'ensemble des établissements concernés pour chaque année. Il s'appuiera pour cela sur une liste d'établissements préalablement préparée par l'inspection des installations classées ainsi que sur les établissements situés sur certains bassins versants identifiés par les services de police de l'eau et les agences de l'eau, notamment les zones protégées selon la directive

2000/60/CE. Les paramètres à prendre en compte pour le choix d'un établissement donné sont notamment les paramètres listés à l'annexe 2. Ce programme tiendra compte des actions analogues qui ont pu être menées pendant les années précédentes. Il conviendra également d'assurer la cohérence du programme pluriannuel avec les autres actions qui seront menées pour la mise en œuvre de la directive 2000/60/CE.

Les années suivantes seront consacrées d'une part à réaliser les opérations elles-mêmes, d'autre part à exploiter les résultats et en tirer les conséquences. Le déroulement de ces travaux sera présenté périodiquement au comité de pilotage régional.

Le comité de pilotage régional pourra réviser le programme pluriannuel d'action afin de prendre en compte le retour d'expérience.

## 4. Organisation et financement des opérations

Il sera demandé à chaque exploitant concerné de mener une étude des rejets de substances dangereuses par son établissement, en se conformant au cahier des charges technique. S'il ne dispose pas de l'expertise nécessaire, l'exploitant fera intervenir un ou phisieurs prestataires extérieurs disposant de cette expertise. Cette étude comprendra un audit permettant de définir les points de prélèvement et de s'assurer que ces prélèvements sont réalisés pendant une période pertinente de l'activité industrielle.

Cette étude sera menée de préférence dans le cadre d'une participation volontaire des exploitants, ou, le cas échéant, en faisant exercice du pouvoir de police des installations classées.

L'exploitant bénéficiera d'une aide financière apportée par son agence de l'eau, selon des modalités définies par celle-ci en partenariat avec les représentants des exploitants concernés, et en tenant compte de la façon dont l'exploitant se propose de mettre en œuvre l'opération.

En particulier, les organisations patronales du comité de pilotage régional seront des relais utiles pour assurer la promotion de l'action auprès des exploitants et notamment les informer sur les modalités retenues pour l'octroi des aides. Elles pourront également fournir une aide technique aux exploitants sur le choix de prestataires.

## 5. Exploitation des résultats

L'opération une fois menée pour son établissement, l'exploitant transmettra à l'inspection des installations classées le rapport d'opération conformément au cahier des charges technique. L'ensemble des rapports ainsi remis conduira - de manière simple grâce à l'utilisation de supports informatiques définis au niveau national - à l'établissement annuel d'un tableau de bord régional identifiant les établissements présentant un rejet à risque pour l'environnement aquatique.

Le comité de pilotage régional fera un bilan annuel des résultats et l'inspection des installations classées s'appuiera notamment sur le tableau de bord régional pour prendre des mesures correctives réglementaires, établissement par établissement, compte tenu de l'analyse qui aura été faite de l'origine des substances et des possibilités de réduction. Ces mesures pourront consister à imposer à l'exploitant une réduction des rejets les plus préoccupants en améliorant l'efficacité du traitement des effluents ou en modifiant son procédé, qui se traduira par un abaissement des valeurs limites d'émissions de l'arrêté préfectoral d'autorisation. Elles pourront également consister en un renforcement de la surveillance des rejets, qu'il s'agisse de la surveillance réalisée sous la responsabilité de





l'exploitant ou des mesures réalisées sous le contrôle de l'inspection.

Le comité national réalisera un compte-rendu des résultats de l'action nationale, en particulier pour en tirer les enseignements pour les secteurs d'activité listés à l'annexe 3.

Dans le cadre de la mise en œuvre de la directive 2000/60/CE, ces résultats contribueront en premier lieu à l'identification des pressions anthropogéniques auxquelles les masses d'eau de surface sont soumises (article 5, et annexe II, 1.4 de la directive 2000/60/CE) dont l'échéance est fixée à décembre 2004. En deuxième lieu, ils fourniront des éléments pour définir les programmes de surveillance de l'état des eaux qui sont prévus à l'article 8 de la directive 2000/60/CE et doivent être opérationnels en décembre 2006.

A cette fin, nous vous demanderons de nous transmettre annuellement chacun des tableaux de bord régionaux à des fins de consolidation et de suivi de l'action au niveau national.

Nous vous demandons de nous tenir informés de la constitution du comité de pilotage régional sous le double timbre de la direction de la prévention des pollutions et des risques et de la direction de l'eau. Nous adresserons à ce comité les éléments techniques nécessaires à la réalisation de la présente action nationale, en particulier le cahier des charges technique.

Le Directeur de la prévention des pollutions et des risques, délégué aux risques majeurs

Philippe VESSERON

Le Directeur de l'eau

Bernard BOUROFF

Annexe 1

Liste des substances prioritaires dans le domaine de l'eau (*)

| | Numéro CAS [a] | Numéro UE [b] | Nom de la substance prioritaire | Identifiée en tant que substance dangereuse prioritaire |
|---|---|---|---|---|
| (1) | 15972-60-8 | 240-110-8 | Alachlore | (X)*** |
| (2) | 120-12-7 | 204-371-1 | Anthracène | (X)*** |
| (3) | 1912-24-9 | 217-617-8 | Atrazine | |
| (4) | 71-43-2 | 200-753-7 | Benzène | |
| (5) | s.o. | s.o. | Diphényléthers bromés (**) | X**** |
| (6) | 7440-43-9 | 231-152-8 | Cadmium et ses composés | X |
| (7) | 85535-84-8 | 287-476-5 | C10-13-Chloroalcanes (**) | X |
| (8) | 470-90-6 | 207-432-0 | Chlorfenvinphos | |
| (9) | 2921-88-2 | 220-864-4 | Chlorpyriphos | (X)*** |
| (10) | 107-06-2 | 203-458-1 | 1,2-dichloroéthane | |
| (11) | 75-09-2 | 200-838-9 | Dichlorométhane | |
| (12) | 117-81-7 | 204-211-0 | Di(2-éthylhexyl)phtalate (DEHP) | (X)*** |
| (13) | 330-54-1 | 206-354-4 | Diuron | (X)*** |
| (14) | 115-29-7 | 204-079-4 | Endosulfan | (X)*** |
| | 959-98-8 | s.o. | (alpha-endosulfan) | |
| (15) | 206-44-0 | 205-912-4 | Fluoranthène (*****) | |
| (16) | 118-74-1 | 204-273-9 | Hexachlorobenzène | X |
| (17) | 87-68-3 | 201-765-5 | Hexachlorobutadiène | X |
| (18) | 608-73-1 | 210-158-9 | Hexachlorocyclohexane | X |
| | 58-89-9 | 200-401-2 | (gamma-isomère, Lindane) | |
| (19) | 34123-59-6 | 251-835-4 | Isoproturon | (X)*** |
| (20) | 7439-92-1 | 231-100-4 | Plomb et ses composés | (X)*** |
| (21) | 7439-97-6 | 231-106-7 | Mercure et ses composés | X |
| (22) | 91-20-3 | 202-049-5 | Naphthalène | (X)*** |
| (23) | 7440-02-0 | 231-111-4 | Nickel et ses composés | |
| (24) | 25154-52-3 | 246-672-0 | Nonylphénols | X |
| | 104-40-5 | 203-199-4 | (4-(para)-nonylphénol) | |

[a] CAS: Chemical Abstract Services

[b] Numéro UE: Inventaire européen des produits chimiques commercialisés (EINECS) ou Liste européenne des substances chimiques notifiées (ELINCS)

s.o. sans objet



INERIS-ORC-CHEN-25580-P04-MCo/02 0444

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| (25) | 1806-26-4 | 217-302-5 | Octylphénols | (X)*** |
| | 140-66-9 | s.o. | (para-tert-octylphénol) | X |
| (26) | 608-93-5 | 210-172-5 | Pentachlorobenzène | (X)*** |
| (27) | 87-86-5 | 201-778-6 | Pentachlorophénol | X |
| (28) | s.o. | s.o. | Hydrocarbures aromatiques polycycliques | |
| | 50-32-8 | 200-028-5 | (Benzo(a)pyrène) | |
| | 205-99-2 | 205-911-9 | (Benzo(b)fluoranthène) | |
| | 191-24-2 | 205-883-8 | (Benzo(g, h, i)perylène) | |
| | 207-08-9 | 205-916-6 | (Benzo(k)fluoranthène) | |
| | 193-39-5 | 205-893-2 | (Indeno(1,2,3-cd)pyrène) | |
| (29) | 122-34-9 | 204-535-2 | Simazine | X*** |
| (30) | 688-73-3 | 211-704-4 | Composés du tributylétain | X |
| | 36643-28-4 | s.o. | (Tributylétain-cation) | |
| (31) | 12002-48-1 | 234-413-4 | Trichlorobenzènes | (X)*** |
| | 120-82-1 | 204-428-0 | (1,2,4-Trichlorobenzène) | |
| (32) | 67-66-3 | 200-663-8 | Trichlorométhane (Chloroforme) | |
| (33) | 1582-09-8 | 216-428-8 | Trifluraline | (X)*** |

* Lorsqu'un groupe de substances est retenu, un représentant typique de ce groupe est indiqué à titre de paramètre indicatif (entre parenthèses et sans numéro). Les contrôles sont ciblés sur ces substances types, sans exclure la possibilité de rajouter d'autres représentants, si nécessaire.

** Ces groupes de substances englobent généralement un très grand nombre de composés. Pour le moment, il n'est pas possible de fournir des paramètres indicatifs appropriés.

*** Cette substance prioritaire est soumise à révision pour sa possible identification comme "substance dangereuse prioritaire". La Commission adressera au Parlement européen et au Conseil une proposition en vue de la classification définitive de cette substance, au plus tard 12 mois après l'adoption de la liste. Cette révision n'affecte pas le calendrier prévu à l'article 16 de la directive 2000/60/CE pour les propositions de la Commission relatives aux contrôles.

**** Uniquement pentabromodiphényléther (numéro CAS 32534 81 9)

***** Le fluoranthène figure dans la liste en tant qu'indicateur d'autres hydrocarbures aromatiques polycycliques plus dangereux.

Annexe 1 : réduction des rejets pour 2020

Substances dangereuses prioritaires : suppression des rejets pour 2020.

Annexe 2

## Paramètres à considérer pour la sélection des établissements

- Présence constatée de substances polluantes dans le milieu
- Sensibilité du milieu récepteur, en fonction de son débit, de sa vocation ...
- Milieu récepteur signalé par un SDAGE
- Secteur géographique faisant l'objet d'une opération concertée (SAGE, contrat de rivière)
- Présence constatée de substances polluantes dans les rejets
- Présence de substances polluantes dans les rejets d'établissements exerçant une activité similaire
- Présence supposée de substances polluantes et absence de données sur les rejets de l'établissement
- Diversité des substances dangereuses présentes dans l'établissement
- Absence de traitement de dépollution des effluents aqueux





Annexe 3

## Secteurs d'activité faisant l'objet d'un compte-rendu national

| Activités | Rubriques de la nomenclature des installations classées |
|---|---|
| Traitement et stockage des déchets | 167, 322 |
| Industrie pétrolière | 1431 |
| Industries agro-alimentaires (produits d'origine végétale) | 2220, 2225, 2226, 2251, 2252, 2253 |
| Traitement des textiles | 2330 |
| Traitement des cuirs et peaux | 2350, 2351, 2360 |
| Papeterie et pâte à papier | 2410, 2440 |
| Verrerie, cristallerie | 2530, 2531 |
| Métallurgie (en particulier l'électrométallurgie et l'industrie des métaux non ferreux) | 2545, 2546, 2550 |
| Traitement de surface, revêtement de surface | 2565, 2940 |
| Fabrication de peintures, de pigments, de colorants, de plastiques | 2640, 2660 |
| Industrie pharmaceutique et phytosanitaire | 2685 |
| Stations d'épuration | 2750, 2752 |
| Chimie et parachimie | |

# ANNEXE II

## Guide pour le compte-rendu de l'entretien initial entre le préleveur et l'exploitant





Ce document, à l'usage du préleveur, est destiné à la définition des méthodes de prélèvement et de mesure de débit qui seront mises en œuvre lors de la mesure des rejets. Il doit être dûment renseigné en collaboration avec l'exploitant de l'établissement lors de la visite préliminaire sur le site, et doit être envoyé à la DRIRE, impérativement 2 SEMAINES AVANT le début de la campagne de prélèvements.

Les infrastructures en place ne devront être utilisées pour la mesure que s'il est possible de justifier qu'elles constituent la solution la plus fiable ou la seule possible. Le cas échéant :

- pour la mesure du débit, il est indispensable qu'une validation soit réalisée lors de la mesure, si possible par mesure comparative pour confirmation de l'ordre de grandeur ;
- pour le prélèvement, les infrastructures en place ne doivent être utilisées qu'en cas de force majeure

Les renseignements nécessaires doivent être aussi exhaustifs que possibles, et il peut être judicieux de prévenir l'exploitant des informations qui lui seront demandées en préalable à la visite préliminaire de manière à ce que celui-ci puisse recueillir ces informations.

En fonction du nombre de points de rejet, les pages spécifiques à la description du point de rejet seront complétées en plusieurs exemplaires.

# COMPTE RENDU DE VISITE PRELIMINAIRE

## 1. Identification et activité :

- **Nom de l'établissement :**

  - Adresse :
  - Téléphone :
  - Fax :
  - Mel :
  - Directeur :
  - Responsable de l'environnement :

- **Nature de l'activité :**

En se référant notamment aux secteurs d'activité définis dans la circulaire du 4 février 2002 (Cf. Annexe I), indiquez la catégorie dans laquelle se situe votre établissement (ex : agro-alimentaire), votre secteur d'activité (ex fromagerie) et les principales productions dans votre établissement (ex : fromage de chèvre)

  - Catégorie :
  - Secteur d'activité :
  - Rubrique de la nomenclature des Installations Classées :
  - Principales productions :

- **Système de collecte des eaux usées (réseaux séparatifs ou non ; destination des différents rejets) :**

  - Rejets industriels :
  - Eaux sanitaires :
  - Eaux pluviales :

- **Horaires d'activité dans l'établissement :**

  - Rythmes d'activité (journalier, hebdomadaire, mensuel et annuel) et justification des variations (caractère saisonnier de certaines productions, travail à façon, etc.) :

- **Produits finis** (nature, quantités annuelles, etc.) :





- **Matières premières utilisées** (nature, quantités annuelles, etc.) :

- **Autres produits utilisés** (ex : nettoyage, solvants, entretien du site) :

- **Déchets** (nature, quantités annuelles, etc.) :

## 2. Nombre total de points de rejet dans l'eau (exhaustif) :

***Remarque** : pour chaque point de rejet, renseigner les 3 pages spécifiques ci-après.*

## 3. Substances dangereuses présentes sur le site (comme matière première, produit fini, déchet, produit de nettoyage, etc.) :

**Se référer à la liste des substances en annexe III.**

| N° | Dénomination | Nature (matière première, produit, déchet, ...) | Quantité maximale présente |
|---|---|---|---|
| 1 | | | |
| 2 | | | |
| 3 | | | |
| 4 | | | |
| 5 | | | |
| 6 | | | |
| 7 | | | |
| 8 | | | |
| 9 | | | |
| 10 | | | |
| 11 | | | |
| 12 | | | |
| 13 | | | |
| 14 | | | |
| 15 | | | |
| 16 | | | |
| 17 | | | |
| 18 | | | |
| 19 | | | |
| 20 | | | |
| 29 | | | |
| 30 | | | |
| ... | | | |
| ... | | | |

Point de rejet n°..

- Identification
  - Dénomination :
  - Localisation :
- Caractérisation
  - Origine de tous les effluents concernés, même exceptionnels ou non chroniques : eaux industrielles (atelier x, ...), eaux sanitaires (réfectoire, ...), eaux pluviales
  - Nature de tous les effluents concernés, même exceptionnels ou non chroniques (eaux de process, de refroidissement, chaudière, sanitaires, pluvial, etc) :
  - Occurrence et modalités de rejet de tous les effluents concernés, même exceptionnels ou non chroniques (fréquence, variabilité, corrélation avec la production, rejet continu ou par bâchées, stockages intermédiaires, prise en compte des rejets exceptionnels ou non chroniques tels que lavages, vidanges de circuits de refroidissement, etc) :
  - Destination, exutoire (réseau communal eaux usées ou eaux pluviales, rivière, nappe, fossé, etc) :
  - Epuration existante (type, sélectivité, etc) :





- Mesure
  - Autosurveillance régulière existante sur le point de rejet (préciser quels sont les paramètres analysés et la fréquence des mesures) :
  - Mesures extérieures régulières existantes sur le point de rejet (préciser dans quel cadre, quels sont les paramètres analysés et la fréquence des mesures) :
  - Chambre de mesure en place (regard aménagé, canal calibré, type de déversoir, etc.) :
  - Infrastructure de mesure de débit en place (nature, type et modèle d'appareil, paramètres de fonctionnement, etc.) :
  - Ordre de grandeur du débit moyen journalier et variabilité (débit minimum et maximum) :
  - Infrastructure de prélèvement en place (nature, type et modèle d'appareil, paramètres de fonctionnement et d'asservissement, etc.) :

Point de rejet n°.. : Conclusions

- **Ce point de rejet fera-t-il l'objet d'un prélèvement ? (si non, justifier) :**

- **Particularités de l'effluent au rejet à prendre en compte pour les conditions de la mesure (température, volatilité, caractère corrosif, toxique ou fermentescible, etc.) :**

➡ Le cas échéant quelles ont les mesures prises pour en tenir compte ? (matériaux spéciaux pour la tuyauterie ou le flaconnage du préleveur, type de matériel particulier, réfrigération, etc.) :

- **Méthode de mesure de débit envisagée (à justifier) :**

➡ Le dispositif en place est-il utilisable pour la mesure du débit ? :
Si oui, la configuration du point de rejet permet-elle la validation du dispositif en place ? :
Si oui, méthode de validation à prévoir (matériel, localisation, réfrigération, paramètres de mise en œuvre, etc) :

- **Méthode de prélèvement envisagée (à justifier) :**

➡ Le dispositif en place est il utilisable pour le prélèvement ? (<u>à réserver aux cas de force majeure</u>) :
Si oui, quels sont les aménagements prévus pour fiabiliser le prélèvement ? (mise en œuvre de tuyaux, crépine, flaconnage neufs, réfrigération, paramétrage de l'asservissement, etc) :





Avis sur la représentativité de la mesure de débit et du prélèvement à effectuer dans les conditions envisagées (à justifier) :

- **Période prévue pour le prélèvement :**

- **Jour de la semaine, mois ou période de l'année, etc :**

- **La période prévue pour le prélèvement est-elle représentative de l'activité moyenne de l'établissement ? (justifier) :**

- **La période prévue pour le prélèvement permet-elle de prendre en compte des rejets exceptionnels ou non chroniques ? (préciser) :**

- **Remarques, observations, divers**

Fait à ....., le .....

Pour l'organisme préleveur : Pour l'établissement

# ANNEXE III

## Rapport final
## Fiches de rendu des résultats

# Fiche par établissement

## Établissement :

| | |
|---|---|
| Nom : | |
| Département : | |
| Commune : | |
| Adresse : | |
| Tél : | |
| Fax : | |
| Mél : | |
| N° redevance Agence : | |
| Code DRIRE : | |
| Domaine d'activité de l'établissement : | |
| Type d'épuration ou de prétraitement sur le site : | |
| autres remarques : | |

*Produits fabriqués le jour du prélèvement :*

| Nom : | Quantité en t/j |
|---|---|
| | |

## Milieu récepteur final:

| | |
|---|---|
| nom de la rivière: | |
| Affluent de : | |

## Renseignements sur le prélèvement :

| | |
|---|---|
| Désignation de l'organisme préleveur : | |
| Nom du préleveur : | |
| Tél : | |
| Fax : | |
| e-mail : | |
| N° rapport : | |
| Type de prélèvement : | |
| Nombre de points de prélèvement : | 1 |
| Date d'échantillonnage : | |
| Heure de début d'échantillonnage : | |
| Heure de fin d'échantillonnage : | |
| Date d'envoi de l'échantillon au laboratoire : | |

*Conditions climatiques :*

| | |
|---|---|
| Température en °C : | |
| Précipitations : | |

## Renseignements sur le Laboratoire d' Analyse:

| | |
|---|---|
| Nom du Laboratoire : | |
| Nom du responsable de laboratoire : | |
| Adresse : | |
| Tél : | |
| Fax : | |
| e mail : | |
| Nombre d'échantillons reçus : | |
| Date de réception des échantillons : | |
| Date de mise en route des analyses : | |



INERIS-DRC-CHEN-25580-P04-MCo/02.0444

## Tableau de résultats (1 par rejet)

| | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| *Renseignements sur le prélèvement* | | Etablissement | | | | | | | |
| | | Département | | | | | | | |
| | | Commune | | | | | | | |
| | | Domaine d'activité | | | | | | | |
| | | Organisme Préleveur | | | | | | | |
| | | N° rapport | | | | | | | |
| | | N° PI de prélèvement | | | | | | | |
| | | Lieu PI de prélèvement | | | | | | | |
| | | Coordonnées géographiques | | | | | | | |
| | | Date d'échantillonnage | | | | | | | |
| | | Débit effluent m³/j | | | | | | | |
| | | PI de rejet | | | | | | | |
| | | Rivière (Milieu recepteur final) | | | | | | | |
| | | Laboratoire d'analyse | | | | | | | |
| | Référence* | Paramètres | Numéro CAS | Méthode d'analyse | Limites ou Seuils (µg/L) | | Unité | Résultats en unité | Flux en g/j |
| | | | | | Détection | Quantification | | | |
| *Paramètres de base* | | pH in situ | | | | | pH | | |
| | | Température in situ | | | | | °C | | |
| | | Conductivité in situ | | | | | µS/cm | | |
| | | pH au laboratoire | | | | | pH | | |
| | | Température au laboratoire | | | | | °C | | |
| | | Conductivité au laboratoire | | | | | µS/cm | | |
| | | Matières en suspension (MES) | | | | | mg/L | | |
| | | Demande chimique en oxygène (DCO) | | | | | mg/L | | |
| *Organo-Etains* | 30 – (115) | Composés du tributylétain | 688-73-3 | | | | µg/L | | |
| | 30 | Tributylétain cation | 36643-28-4 | | | | µg/L | | |
| | | Dibutylétain | | | | | µg/L | | |
| | | Monobutylétain | | | | | µg/L | | |
| | | Triphénylétain | | | | | µg/L | | |





| | Référence* | Paramètres | Numéro CAS | Méthode d'analyse | Limites ou Seuils (µg/L) | | Unité | Résultats en unité | Flux en g/j |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | Détection | Quantification | | | |
| *Métaux* | 6 - (12) | Cadmium et ses composés | 7440-43-9 | | | | µg/L | | |
| | 20 | Plomb et ses composés | 7439-92-1 | | | | µg/L | | |
| | 21 - (92) | Mercure et ses composés | 7439-97-6 | | | | µg/L | | |
| | 23 | Nickel et ses composés | 7440-02-0 | | | | µg/L | | |
| | (4) | Arsenic et ses composés | 7440-38-2 | | | | µg/L | | |
| | | Chrome | 7440-47-3 | | | | µg/L | | |
| | | Cuivre | 7440-50-8 | | | | µg/L | | |
| | | Zinc | 7440-66-6 | | | | µg/L | | |
| *Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP)* | 28 – (99) | HAP total | | | | | µg/L | | |
| | 28 | Benzo (a) pyrène | 50-32-8 | | | | µg/L | | |
| | 28 | Benzo (b) fluoranthène | 205-99-2 | | | | µg/L | | |
| | 28 | Benzo (g,h,i) pérylène | 191-24-2 | | | | µg/L | | |
| | 28 | Benzo (k) fluoranthène | 207-08-9 | | | | µg/L | | |
| | 28 | Indeno (1,2,3-cd) pyrène | 193-39-5 | | | | µg/L | | |
| | 2 – (3) | Anthracène | 120-12-7 | | | | µg/L | | |
| | 15 | Fluoranthène | 206-44-0 | | | | µg/L | | |
| | 27 – 96 | Naphtalène | 91-20-3 | | | | µg/L | | |
| *Polychlorobiphényls (PCB)* | (104) | PCB (somme des 7 congénères) | 1336-36-3 | | | | µg/L | | |
| | | PCB 28 | | | | | µg/L | | |
| | | PCB 52 | | | | | µg/L | | |
| | | PCB 101 | | | | | µg/L | | |
| | | PCB 118 | | | | | µg/L | | |
| | | PCB 138 | | | | | µg/L | | |
| | | PCB 153 | | | | | µg/L | | |
| | | PCB 180 | | | | | µg/L | | |

Benzène et Dérivés
(ou Hydrocarbures Aromatiques Monocycliques)

| | Référence* | Paramètres | Numéro CAS | Méthode d'analyse | Limites ou Seuils (µg/L) | | Unité | Résultats en unité | Flux en g/j |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | Détection | Quantification | | | |
| *Chlorobenzenes* | 16 – (83) | Hexachlorobenzène | 118-74-1 | | | | µg/L | | |
| | 26 | Pentachlorobenzène | 608-93-5 | | | | µg/L | | |
| | 31 (117) | Trichlorobenzènes (mélange technique) | 12002-48-1 | | | | µg/L | | |
| | 31 (118) | 1,2,4 Trichlorobenzène | 120-82-1 | | | | µg/L | | |
| | (117) | 1,2,3 Trichlorobenzène | | | | | µg/L | | |
| | (117) | 1,3,5 Trichlorobenzène | | | | | µg/L | | |
| | (20) | Chlorobenzène | 108-90-7 | | | | µg/L | | |
| | | Dichlorobenzènes (somme des 3 isomères) | | | | | µg/L | | |
| | (53) | 1,2 dichlorobenzène | 95-50-1 | | | | µg/L | | |
| | (54) | 1,3 dichlorobenzène | 541-73-1 | | | | µg/L | | |
| | (55) | 1,4 dichlorobenzène | 106-46-7 | | | | µg/L | | |
| | (109) | 1,2,4,5 Tetrachlorobenzène | 95-94-3 | | | | µg/L | | |
| | (26) | 1-chloro-2-nitrobenzène | 88-21-4 | | | | µg/L | | |
| | (29) | 1-chloro-3-nitrobenzène | 88-73-3 | | | | µg/L | | |
| | (30) | 1-chloro-4-nitrobenzène | 121-73-3 | | | | µg/L | | |
| *Chlorotoluène* | | Chlorotoluène total (somme des 3 isomères) | | | | | µg/L | | |
| | (38) | 2-chlorotoluène | 95-49-8 | | | | µg/L | | |
| | (39) | 3-chlorotoluène | 108-41-8 | | | | µg/L | | |
| | (40) | 4-chlorotoluène | 106-43-4 | | | | µg/L | | |
| *Nitro aromatiques* | (3ème liste) | Nitrobenzène | 98-95-3 | | | | µg/L | | |
| | (4ème liste) | 2-nitrotoluène | 88-72-2 | | | | µg/L | | |
| *Benzène*<br>*Toluène*<br>*Ethylbenzène*<br>*Xylène*<br>*(BTEX)* | 4 – (7) | Benzène | 71-43-2 | | | | µg/L | | |
| | (79) | Ethylbenzène | 100-41-4 | | | | µg/L | | |
| | (87) | Isopropylbenzène | 98-82-8 | | | | µg/L | | |
| | (112) | Toluène | 108-88-3 | | | | µg/L | | |
| | (129) | Xylènes (somme o,m,p) | 1330-20-7 | | | | µg/L | | |
| | (4ème liste) | Hexachlorocyclopentadiène | 77-47-4 | | | | µg/L | | |





| | Référence* | Paramètres | Numéro CAS | Méthode d'analyse | Limites ou Seuils (µg/L) | | Unité | Résultats en unité | Flux en g/j |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | Détection | Quantification | | | |
| *Composés Organiques Halogénés Volatils (COHV)* | 10 – (59) | 1,2 dichloroéthane | 107-06-2 | | | | µg/L | | |
| | 11 – (62) | Dichlorométhane | 75-09-2 | | | | µg/L | | |
| | 17 – (84) | Hexachlorobutadiène | 87-68-3 | | | | µg/L | | |
| | 32 – (23) | Chloroforme | 67-66-3 | | | | µg/L | | |
| | (13) | Tétrachlorure de carbone | 56-23-5 | | | | | | |
| | (36) | Chloroprène | 126-99-8 | | | | | | |
| | (37) | 3-chloropropène (chlorure d'allyle) | 107-05-1 | | | | µg/L | | |
| | (58) | 1,1 dichloroéthane | 75-34-3 | | | | µg/L | | |
| | (60) | 1,1 dichloroéthylène | 75-35-4 | | | | µg/L | | |
| | (61) | 1,2 dichloroéthylène | 540-59-0 | | | | | | |
| | (86) | Hexachloroéthane | 67-72-1 | | | | µg/L | | |
| | (110) | 1,1,2,2-tétrachloroéthane | 79-34-5 | | | | µg/L | | |
| | (111) | Tetrachloroéthylène | 127-18-4 | | | | µg/L | | |
| | (119) | 1,1,1 Trichloroéthane | 71-55-6 | | | | µg/L | | |
| | (120) | 1,1,2 Trichloroéthane | 79-00-5 | | | | µg/L | | |
| | (121) | Trichloroéthylène | 79-01-6 | | | | µg/L | | |
| | (128) | Chlorure de vinyle | 75-01-4 | | | | µg/L | | |
| *Chlorobenzènes* | (82) | Pentachlorobenzène | 87-86-5 | | | | µg/L | | |
| | (24) | 4-chloro-3-méthylphénol | 59-50-7 | | | | µg/L | | |
| | | Chlorobenzènes totaux (somme des 10 isomères) | | | | | µg/L | | |
| | (52) | 1-chlorobenzène | 108-90-7 | | | | µg/L | | |
| | (54) | 1,3-dichlorobenzène | 541-73-1 | | | | µg/L | | |
| | (55) | 1,4-dichlorobenzène | 106-46-7 | | | | µg/L | | |
| | | Chlorophénols total (somme des 5 isomères) | | | | | µg/L | | |
| | (64) | 2,4-dichlorophénol | 120-83-2 | | | | µg/L | | |
| | (122) | 2,4,5-trichlorophénol | 95-95-4 | | | | µg/L | | |
| | (122) | 2,4,6-trichlorophénol | 88-06-2 | | | | µg/L | | |

| | Référence* | Paramètres | Numéro CAS | Méthode d'analyse | Limites ou Seuils (µg/L) | | Unité | Résultats en unité | Flux en g/j |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | Détection | Quantification | | | |
| | 24 | Nonylphénols | 25154-52-3 | | | | µg/L | | |
| Alkylphenols | 24 | 4-cumyl-nonylphénol | 104-40-5 | | | | µg/L | | |
| | 25 | Octylphénols | 1806-26-4 | | | | µg/L | | |
| | 25 | para-tert-octylphénol | 140-66-9 | | | | µg/L | | |
| | (4° liste) | 4-tert-butylphénol | 98-54-4 | | | | µg/L | | |
| | | Chloroanilines total (somme des 3 isomères) | | | | | µg/L | | |
| Aniline | (17) | 2-chloraniline | 95-51-2 | | | | µg/L | | |
| | (18) | 3-chloraniline | 108-42-9 | | | | µg/L | | |
| | (19) | 4-chloraniline | 106-47-8 | | | | µg/L | | |
| | (27) | 4-chloro2-nitroaniline | 89-63-4 | | | | µg/L | | |
| | (52) | Dichloroanilines (3,4) | | | | | µg/L | | |
| | 5** | Diphényléthers bromés | | | | | µg/L | | |
| Diphenylethers bromes | | pentabromodiphényléther | | | | | µg/L | | |
| | | octabromodiphényléther | | | | | µg/L | | |
| | | décabromodiphényléther | | | | | µg/L | | |
| | 1 | Alachlore | 15972-60-8 | | | | µg/L | | |
| | 3 - (131) | Atrazine | 1912-24-9 | | | | µg/L | | |
| | 8 | Chlorfenvinphos | 470-90-6 | | | | µg/L | | |
| | 9 | Chlorpyrifos | 2921-88-2 | | | | µg/L | | |
| | 13 | Diuron | 330-54-1 | | | | µg/L | | |
| Pesticides | 14 - (76) | Endosulfan total | 115-29-7 | | | | µg/L | | |
| | 14 | alpha endosulfan | 959-98-8 | | | | µg/L | | |
| | | bêta endosulfan | | | | | µg/L | | |
| | 18- (85) | Hexachlorocyclohexane total | 608-73-1 | | | | µg/L | | |
| | 18 - (85) | gamma isomère - Lindane | 58-89-9 | | | | µg/L | | |
| | | alpha hexachlorocyclohexane | | | | | µg/L | | |
| | 19 | Isoproturon | 34123-59-6 | | | | µg/L | | |
| | 29 | Simazine | 122-34-9 | | | | µg/L | | |
| | 33 - (124) | Trifluraline | 1582-09-8 | | | | µg/L | | |





| | Référence* | Paramètres | Numéro CAS | Méthode d'analyse | Limites ou Seuils (µg/L) | | Unité | Résultats en unité | Flux en g/j |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | Détection | Quantification | | | |
| | 7** | Chloroalcanes C10-C13 | 85535-84-8 | | | | µg/L | | |
| Autres | 12 | Di (2-éthylhexyl)phtalate | 117-81-7 | | | | µg/L | | |
| | (11) | Biphényle | 92-52-4 | | | | µg/L | | |
| | (16) (3° liste) | Acide chloroacétique | 79-11-8 | | | | µg/L | | |
| | (78) | Epichlorhydrine | 106-89-8 | | | | µg/L | | |
| | (114) | Tributylphosphate | 126-73-8 | | | | µg/L | | |
| | | | | | | | µg/L | | |
| Autres substances détectées | | | | | | | µg/L | | |
| | | | | | | | µg/L | | |
| | | | | | | | µg/L | | |
| | | | | | | | µg/L | | |
| | | | | | | | µg/L | | |
| | COMMPS | Acenaphtène | | SEQ-EAU | | | µg/L | | |
| Autres substances à rechercher | COMMPS | Trichlorométhane | | SEQ-EAU | | | µg/L | | |
| | COMMPS | Tétrachlorométhane | 56-23-5 | | | | µg/L | | |
| | COMMPS | Trichloroéthène | 79-01-6 | | | | µg/L | | |
| | COMMPS | Tétrachloroéthène | 127-18-4 | | | | µg/L | | |
| | COMMPS | Pentachlorobenzène | | | | | µg/L | | |
| | | | | | | | µg/L | | |

* Nc liste 33 substances ; (Nc liste 132 substances) ; [Nc liste substances prioritaires existantes]

** L analyse de ces 2 familles de substances prioritaires est tributaire des avancées en terme de méthodologie analytique ainsi que pour le choix des composés à doser

Dans le tableau de resultats, les substances non détectées seront indiquées ND ; les substances détectees mais non quantifiables seront indiquees comme <LQ (avec mention de la valeur de la limite de quantification).

Contestations : *à compléter si nécessaire*

# ANNEXE IV

## Instructions pour la réalisation des tests écotoxicologiques et le rendu des résultats



## INSTRUCTIONS POUR LA REALISATION DES TESTS ECOTOXICOLOGIQUES ET LE RENDU DES RESULTATS

Ces instructions concernent les 3 tests suivants :

- Test Algues 72h : NF T 90-375 (« Détermination de la toxicité chronique des eaux par inhibition de la croissance de l'algue d'eau douce *Pseudokirchneriella subcapitata* »)
- Test Daphnies 24h : NF EN ISO 6341 (« Détermination de l'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna Straus* – Essai de toxicité aiguë »)
- Test Ceriodaphnie 7 j : NF T 90-376 (« Détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de *Ceriodaphnia dubia* en 7 jours »).

Les essais sont réalisés conformément au protocole des normes citées ci-dessus. Des instructions complémentaires viennent compléter ou accentuer certains points des normes précitées.

### 1 Conditions de prélèvement et de transport

Les échantillons, contenus en flacons en matériaux chimiquement inertes type verre, polypropylène ou en polyéthylène remplis à ras bord sans espace d'air, doivent être acheminés au laboratoire dans les 24 heures qui suivent la fin du prélèvement dans une enceinte maintenue à une température de 4°C ± 3 °C et à l'obscurité. Le conditionnement au froid (4°C ± 3°C) doit être effectué le plus rapidement possible après le prélèvement.

La réalisation des tests écotoxicologiques doit intervenir au plus tard 48 heures après la fin du prélèvement pour le Test Daphnies et 72 heures après la fin du prélèvement pour les tests Algues et Ceriodaphnie. Le délai de réalisation des tests écotoxicologiques peut être rallongé jusqu'à 2 mois si les échantillons sont congelés à -20°C à la réception de ceux-ci au laboratoire d'analyse.

### 2 Préparation de l'échantillon soumis à essai

Au moment de l'essai, l'échantillon à analyser est homogénéisé par agitation manuelle. Une phase de décantation est ensuite réalisée pendant 2 heures. Dans le cas où l'échantillon brut ou le surnageant de décantation sont susceptibles de perturber l'essai, une filtration peut être envisagée. Le type de filtration (sous-vide, sous pression ou autre) ainsi que la nature des filtres est à préciser. Les filtres nylon ou PTFE sont recommandés tandis que l'utilisation de filtres d'acétate ou de nitrate de cellulose est exclue. Dans le cas où l'échantillon présente un fort pouvoir colmatant, il est recommandé de procéder à une centrifugation préalable à la filtration à 30 000 $m.s^{-2}$ pendant 5 minutes.

La mesure du pH (selon NF T 90-008), de la concentration en oxygène dissous (selon NF EN 25814) et de la conductivité (selon NF EN 27888) est réalisée sur l'échantillon soumis à essai.

L'ensemble des informations citées ci-dessus concernant la préparation de l'échantillon est à regrouper dans le tableau de base dans la partie Tests écotoxicologiques : **Préparation de l'échantillon soumis à essai.**

## 3 Réalisation de l'essai

### 3.1 Dispositif expérimental

3.1.1 Test Algues : « Détermination de l'inhibition de la croissance de l'algue douce *Pseudokirchneriella subcapitata* »

Le dispositif expérimental doit comprendre au minimum une gamme de 5 concentrations et un témoin. Trois récipients au minimum sont réalisés pour chacune des concentrations et pour le témoin. La raison de la progression géométrique ne doit pas excéder 2,2

Des essais témoins négatifs sont réalisés en parallèle afin de s'assurer de l'absence de développement algal dans ces derniers. La gamme de témoins négatifs va comporter au minimum la plus forte et la plus faible concentration testée ainsi qu'une concentration intermédiaire. Ces témoins négatifs sont préparés de la même façon que la gamme pour l'essai d'inhibition, à l'exception de l'ajout d'inoculum algal.

Pour les essais réalisés en microplaques, le dispositif expérimental devra comporter en plus une ligne de témoins afin de s'assurer de l'absence de volatilisation au cours de l'essai (témoin volatilisation).

Dans certains cas, le choix des concentrations peut être déterminé à l'issue d'un essai préliminaire. Celui ci va permettre d'estimer le niveau de toxicité de l'effluent et de déterminer le niveau de dilution à réaliser. Cet essai préliminaire sera conduit en 48 heures.

L'ensemble de ces informations doit figurer dans les fiches de collecte de données proposées ci-après, fiches à choisir en fonction du type de récipients utilisés pour les essais (fiche spéciale pour flacons « **Fiche de données brutes : Inhibition de la croissance de *Pseudokirchneriella subcapitata* : Résultats Flacons** » ou fiche spéciale pour microplaques « **Fiche de données brutes : Inhibition de la croissance de *Pseudokirchneriella subcapitata* : Résultats Microplaques** »).

3.1.2 Test Daphnies : « Détermination de l'inhibition de la mobilité de *Daphnia Magna Straus* »

Le dispositif expérimental doit comprendre au minimum une gamme de 5 concentrations et un témoin. Quatre répliques au minimum sont réalisés pour chacune des concentrations et pour le témoin. La raison de la progression géométrique ne doit pas excéder 2,2.

Le choix des concentrations est déterminé à l'issue d'un essai préliminaire. Dans ce cas, une seule série de concentrations généralement choisie en progression géométrique de l'effluent étudié est effectuée. Celui-ci va permettre d'estimer le niveau de toxicité de l'effluent et de déterminer le niveau de dilution à réaliser. Cet essai préliminaire sera conduit en 24 heures.



L'ensemble de ces informations doit figurer dans la fiche de collecte de données proposée ci-après : « **Fiche de données brutes : Inhibition de la mobilité de *Daphnia magna Straus* ».**

3.1.3 Test Ceriodaphnie : « Détermination de la reproduction de *Ceriodaphnia dubia* »

Le dispositif expérimental doit comprendre au minimum une gamme de 5 concentrations et un témoin. Dix répliques au minimum sont réalisés pour chacune des concentrations et pour le témoin. Ces dix répliques constituent un lot d'essai. La raison de la progression géométrique ne doit pas excéder 3,2

Certains critères sont à tenir compte pour choisir la gamme de concentrations à examiner :

- Pour obtenir une valeur de $CE_X$, il est souhaitable que cette valeur soit encadrée par au moins deux concentrations, l'une induisant un effet supérieur à $X$ % et l'autre un effet inférieur à $X$ % ;
- Pour obtenir une valeur CSEO (Concentration maximale Sans Effet Observé), la gamme de concentration choisie doit comporter au moins une concentration ayant un effet significatif par rapport au témoin, précédée d'une concentration sans effet observable.

L'ensemble de ces informations doit figurer dans la fiche de collecte de données proposée ci-après : « **Fiche de données brutes : Inhibition de la toxicité chronique vis à vis de *Ceriodaphnia dubia* en 7 jours** »

### 3.2 Essai substance de référence

En parallèle aux tests écotoxicologiques précités ci dessus, il est recommandé de contrôler régulièrement ou parallèlement à l'essai, la sensibilité de l'organisme d'essai ou du réactif biologique ainsi que la conformité d'application du mode opératoire (1 à 2 fois par mois) par introduction dans une série d'essais de la substance de référence (dichromate de potassium pour les tests Algues et Daphnies et pentachlorophénate de sodium ou du sulfate de cuivre pentahydraté pour le test Ceriodaphnie).

### 3.3 Mesures

3.3.1 Test Algues : « Détermination de l'inhibition de la croissance de l'algue douce *Pseudokirchneriella subcapitata* »

La mesure de la concentration algale est effectuée toutes les 24 heures. Cette mesure peut s'effectuer par différentes méthodes : fluorimétrie, mesure d'absorbance, turbidimétrie, compteur de particules, microscope + chambre de comptage (hématimètre). Quelle que soit la méthode utilisée, une corrélation doit être établie entre la caractéristique mesurée et la concentration cellulaire mesurée avec un hématimètre.

Le pH est mesuré au début et à la fin de l'essai pour un récipient de chaque solution d'essai et pour le témoin. En ce qui concerne les essais réalisés en microplaques, il convient de mesurer, au début de l'essai, le pH des solutions préparées avant répartition dans les puits de la microplaque.

Pour les échantillons colorés, il convient de noter la coloration des différentes solutions d'essai, dans la gamme testée. Si au voisinage de la CE50, la coloration est manifeste, il conviendra de réaliser un essai en double flaconnage.

L'ensemble de ces mesures est regroupé dans les fiches de collecte de données proposées ci-après, fiches à choisir en fonction du type de récipients utilisés pour les essais (fiche spéciale pour flacons « **Fiche de données brutes : Inhibition de la croissance de Pseudokirchneriella subcapitata : Résultats Flacons** » ou fiche spéciale pour microplaques « **Fiche de données brutes : Inhibition de la croissance de Pseudokirchneriella subcapitata : Résultats Microplaques** »)

3.3.2 Test Daphnies : « Détermination de l'inhibition de la mobilité de *Daphnia Magna Straus* »

A la fin de la période d'essai de 24 heures, le comptage ou le dénombrement, dans chaque récipient, des *daphnia Magna* encore mobiles est effectué. Celles qui sont incapables de se déplacer après 15 secondes de légère agitation du liquide sont considérées comme étant immobilisées, même si elles agitent leurs antennes. En parallèle le pH et l'oxygène dissous sont mesurés en fin d'essai pour un récipient de chaque solution d'essai et pour le témoin

L'ensemble de ces mesures est regroupé dans la fiche de collecte de données proposée ci-après : « **Fiche de données brutes : Inhibition de la mobilité de *Daphnia magna Straus*** »

3.3.3 Test Ceriodaphnie : « Détermination de la reproduction de *Ceriodaphnia dubia* »

Lors du renouvellement des solutions d'essai (selon les calendriers prescrits dans la norme NF T 90-376), la mesure du pH et de l'oxygène dissous est effectuée au moins pour la solution d'essai la plus concentrée et la solution d'essai la moins concentrée, pour les solutions fraîchement préparées, celles déjà soumises à l'essai et pour les solutions témoins (mesure de ces deux paramètres sur au moins un récipient du lot témoin).

Toutefois si lors du renouvellement des solutions d'essais et témoins, la mortalité de la mère est enregistrée, les paramètres physico-chimiques (pH et oxygène dissous) du récipient concerné sont mesurés

L'ensemble de ces mesures est regroupé dans la fiche de collecte de données proposée ci-après : « **Fiche de données brutes : Inhibition de la toxicité chronique vis à vis de Ceriodaphnia dubia en 7 jours** ».

## 4 Critères de validité des mesures

Les tests écotoxicologiques sont considérés valides si les conditions suivantes sont satisfaisantes, sinon les essais seront recommencés.



4.1 Test Algues : « **Détermination de l'inhibition de la croissance de l'algue *douce Pseudokirchneriella subcapitata*** »

- La concentration cellulaire des solutions témoins doit avoir été multipliée par un facteur supérieur à 32 en 72h
- Absence de développement algal dans les essais témoins négatifs
- L'essai est considéré acceptable lorsque :
  - **0,45 mg/l < CE50-72 h du $K_2Cr_2O_7$ < 1,01 mg/l** en cas d'utilisation de fioles coniques ou flacons
  - **0,24 mg/l < CE50-72 h du $K_2Cr_2O_7$ < 0,60 mg/l** en cas d'utilisation de microplaques

4.2 Test Daphnies : « **Détermination de l'inhibition de la mobilité de *Daphnia Magna Straus*** »

- La teneur en oxygène dissous en fin d'essai est supérieure ou égale à 2 mg/l
- Le pourcentage d'immobilisation observé dans les récipients témoins est inférieur ou égal à 10%
- La $CE50_i$-24 h du dichromate de potassium est comprise entre 0,6 mg/l et 1,7 mg/l

4.3 Test Ceriodaphnie : « **Détermination de la reproduction de *Ceriodaphnia dubia*** »

- La mortalité des mères dans le lot témoin au $7^{ème}$ jour doit être inférieure à 20%
- La proportion de mâles dans la génération parente au $7^{ème}$ jour ne doit pas excéder 20% dans chacun des lots
- Au moins 60% des mères vivantes au $7^{ème}$ jour dans le lot témoin doivent avoir un minimum de 3 portées
- Le nombre moyen de jeunes nés par mère vivante dans le lot témoin doit être supérieur ou égal à 15
- L'essai est considéré acceptable lorsque :
  - **170 µg/l < $CE_{r50}$-7jours < 330 µg/l et 170 < $CE_{r50}$-7 jours < 330 µg/l** pour la substance de référence : **pentachlorophénate de sodium**
  - **135 µg/l < $CE_{r50}$-7 jours < 311 µg/l et 298 < $CE_{r50}$-7 jours < 402 µg/l pour le sulfate de cuivre pentahydraté** (résultat exprimé en $Cu^{2+}$)

Lorsque tous ces points sont respectés, les essais sont considérés valides du point de vue analytique.



## Fiche de données brutes :

**Inhibition de croissance de *Pseudokirchneriella subcapitata* : résultats (flacons)**

*Identification de l'échantillon :* *Date de l'essai :*

| Concentrations | | Mesure à J0 | Mesure à J1 | Mesure à J2 | Mesure à J3 | Inhibition cellulaire | Biomasse intégrale | Inhibition |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Témoin | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | | | | | |
| Moyenne | | | | | | | | |
| Conc 1 | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | | | | | |
| Moyenne | | | | | | | | |
| Conc 2 | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | | | | | |
| Moyenne | | | | | | | | |
| Conc 3 | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | | | | | |
| Moyenne | | | | | | | | |
| Conc 4 | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | | | | | |
| Moyenne | | | | | | | | |
| Conc 5 | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | | | | | |
| Moyenne | | | | | | | | |
| Conc 6 | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | | | | | |
| Moyenne | | | | | | | | |
| Conc 7 | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | | | | | |
| Moyenne | | | | | | | | |
| Témoin neg.1 | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | | | | | |
| Témoin neg.2 | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | | | | | |
| Témoin neg.3 | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | | | | | |

Fiche de données brutes *(suite)*:

**Inhibition de croissance de *Pseudokirchneriella subcapitata* : résultats (flacons)**

*Mesures de pH .*

| | Témoin | Conc 1 | Conc 2 | Conc 3 | Conc 4 | Conc 5 | Conc 6 | Conc 7 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Mesure à J0 | | | | | | | | |
| Mesure à J3 | | | | | | | | |

Détermination de la valeur de CE 50 :

CE 50 c :

(c : inhibition cellulaire)

CE 50 b :

(b : biomasse)

Facteur d'augmentation de la concentration cellulaire des solutions témoins :



Fiche de données brutes : Inhibition de croissance de *Pseudokirchneriella subcapita*

*Date de l'essai :*

*Identification de l'échantillon :*

*Schéma de la microplaque :*

| | Col. 1 | Col. 2 | Col. 3 | Col. 4 | Col. 5 | Col. 6 | Col. 7 | Col. 8 | C | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Ligne 1 | | | | | | | | | | | | |
| Ligne 2 | | | | | | | | | | | | |
| Ligne 3 | | | | | | | | | | | | |
| Ligne 4 | | | | | | | | | | | | |
| Ligne 5 | | | | | | | | | | | | |
| Ligne 6 | | | | | | | | | | | | |
| Ligne 7 | | | | | | | | | | | | |
| Ligne 8 | | | | | | | | | | | | |

**Fiche de données brutes** *(suite)* : Inhibition de croissance de *Pseudokirchneriella subcapitata* : résultats (microplaques)

*Identification de l'échantillon* :

*Date de l'essai* :

*Mesure à J* :

| | Col. 1 | Col. 2 | Col. 3 | Col. 4 | Col. 5 | Col. 6 | Col. 7 | Col. 8 | Col. 9 | Col. 10 | Col. 11 | Col. 12 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Ligne 1 | | | | | | | | | | | | |
| Ligne 2 | | | | | | | | | | | | |
| Ligne 3 | | | | | | | | | | | | |
| Ligne 4 | | | | | | | | | | | | |
| Ligne 5 | | | | | | | | | | | | |
| Ligne 6 | | | | | | | | | | | | |
| Ligne 7 | | | | | | | | | | | | |
| Ligne 8 | | | | | | | | | | | | |



**Fiche de données brutes** *(suite)* : Inhibition de croissance de *Pseudokirchneriella subcapitata* : résultats (microplaques)

*Identification de l'échantillon* :

*Date de l'essai* :

| | Biomasse intégrale | | | | | | | | Biomasse moyenne | Inhibition | Inhibition Cellulaire |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | | | |
| Témoin | | | | | | | | | | | |
| Conc. 1 | | | | | | | | | | | |
| Conc. 2 | | | | | | | | | | | |
| Conc. 3 | | | | | | | | | | | |
| Conc. 4 | | | | | | | | | | | |
| Conc. 5 | | | | | | | | | | | |
| Conc. 6 | | | | | | | | | | | |
| Conc. 7 | | | | | | | | | | | |
| Témoin neg 1 | | | | | | | | | | | |
| Témoin neg 2 | | | | | | | | | | | |
| Témoin neg 3 | | | | | | | | | | | |
| Tem. volatilisation | | | | | | | | | | | |

*Détermination de la valeur de CE 50* :

*CE 50c* : *CE 50b* : *Méthode utilisée* :

*Facteur d'augmentation de la concentration cellulaire des solutions témoins* :

*Mesures de pH* :

| | Témoin | Conc 1 | Conc 2 | Conc 3 | Conc 4 | Conc 5 | Conc 6 | Conc 7 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Mesure à J0 | | | | | | | | |

Fiche de données brutes :

Inhibition de la mobilité de *Daphnia Magna*

*Identification de l'essai :* *Date de l'essai :*

| Concentrations | Daphnies immobiles par tube à X heures | | | | Total | % | pH | Oxygène dissous en mg/l |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | A | B | C | D | | | | |
| Témoin | | | | | | | | |
| 6,25% | | | | | | | | |
| 12,5% | | | | | | | | |
| 25% | | | | | | | | |
| 50% | | | | | | | | |
| 100% | | | | | | | | |

CE50 à X heures :



Fiche de données brutes :

Inhibition de la reproduction de *Ceriodaphnia dubia*

*Identification de l'essai :* *Date de l'essai :*

| Concentrations d'essai | Témoin | 6,25% | 12,5% | 25,0% | 50,0% | 100% |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Mortalité des mères en fin d'essai | | | | | | |
| Nombre de jeunes par mère en fin d'essai | | | | | | |
| Variation de croissance de la population par | | | | | | |
| % de mères vivantes ayant produit un minimum | | | | | | |
| Nombre moyen de jeunes nés par mère vivante | | | | | | |
| Nombre de mâles dans la génération parentale | | | | | | |

Détermination de la valeur de CE X :

*Nom de la substance de référence :*

*CEc X :* *CEr X* *Méthode utilisée :*

*Essai :*

*CEc X :* *CEr X* *Méthode utilisée :*

**Fiche récapitulative informatisée de rendu des résultats :**

## Tests écotoxicologiques

### Préparation de l'échantillon soumis à essai

| | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Conservation de l'échantillon | | | | | | |
| Décantation | | | | | | |
| Filtration phase liquide / phase solide | | | | | | |
| Nature du filtre | | | | | | |
| Centrifugation | Accélération en m.s⁻² : | | | Durée en minutes: | | |
| Caractéristiques de l'effluent soumis à essai | pH : | | O2 en mg/l : | | Conductivité en µS/cm : | |

### Inhibition de la croissance de l'algue douce *Pseudokirchneriella subcapitata*

| | Date de l'essai | Méthode | $CE_{b50}$ – 72 h b : biomasse | $CE_{c50}$ – 72 h c : inhibition cellulaire |
|---|---|---|---|---|
| Solution de référence $K_2Cr_2O_7$ | | | | |
| Echantillon | | | | |
| Facteur d'augmentation de la concentration cellulaire des solutions témoins | | | | |

### Inhibition de la mobilité de *Daphnia Magna Strauss*

| | Date de l'essai | Méthode | $CE_{50}$ – 24 h | $CE_{50}$ – 48 h |
|---|---|---|---|---|
| Solution de référence $K_2Cr_2O_7$ | | | | |
| Echantillon | | | | |

### Détermination de la toxicité chronique vis à vis de *Ceriodaphnia dubia*

| | | Date de l'essai | Méthode | $CE_{cx}$ – 7 jours c : croissance | $CE_{rx}$ – 7 jours r : reproduction |
|---|---|---|---|---|---|
| Substance de référence | Pentachlorophénate de sodium (NaPCP) | | | | |
| | Sulfate de cuivre pentahydraté | | | | |
| échantillon | | | | | |