



PREFET DU DOUBS

**LE PREFET DE LA REGION FRANCHE-COMTE  
PREFET DU DOUBS  
CHEVALIER DE L'ORDRE NATIONAL DU MERITE**

*Direction Régionale de l'Environnement,  
de l'Aménagement et du Logement Franche-Comté*

*Service Prévention des Risques*

*Département Risques Accidentels*

**ARRETE – 2010–2211-04715**

**OBJET : Prescriptions au titre des Installations Classées  
Société ARDEA à Roche Lez Beaupré**

**Vu** la directive 2008/105/CE du 16 décembre 2008 établissant des normes de qualité environnementale dans le domaine de l'eau ;

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

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

**Vu** le code de l'environnement et notamment son titre 1<sup>er</sup> des parties réglementaires et législatives du Livre V ;

**Vu** la nomenclature des installations classées codifiée à l'annexe de l'article R.511-9 du code de l'environnement ;

**Vu** les articles R.211-11-1 à R.211-11-3 du titre 1 du livre II du code de l'environnement relatifs au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;

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

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

**Vu** l'arrêté ministériel du 30 juin 2006 relatif aux installations de traitement de surface soumises à autorisation au titre de la rubrique 2565 de la nomenclature des installations classées ;

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

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

**Vu** la circulaire DCE 2005/12 du 28 juillet 2005 relative à la définition du " bon état " ;

**Vu** la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007 définissant les " normes de qualité environnementale provisoires (NQE<sub>p</sub>) " et les objectifs nationaux de réduction des émissions de certaines substances ;

**Vu** la circulaire du 5 janvier 2009 relative à la mise en œuvre de la deuxième phase de l'action nationale de recherche et de réduction des substances dangereuses pour le milieu aquatique présentes dans les rejets des installations classées pour la protection de l'environnement ;

**Vu** la note du 23 mars 2010 du directeur général de la prévention des risques demandant aux directeurs régionaux de l'environnement, de l'aménagement et du logement de prendre en compte un certain nombre d'adaptations qui ont reçu un favorable de l'ensemble du comité de suivi de la mise en œuvre de la circulaire du 5 janvier 2009.

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

**Vu** l'arrêté préfectoral n°6329 du 3 novembre 1999 autorisant le Président Directeur général de la société ALCOOL PETROLE CHIMIE à exercer une activité de stockage et conditionnement de produits chimiques et pétroliers sur son site de Roche Lez Beaupré ;

**Vu** les lettres en date des 30 avril et 9 décembre 2009 de la société ARDEA informant le préfet d'un changement de raison sociale de la société anciennement dénommée ALCOOL PETROLE CHIMIE.

**Vu** la lettre du 26 juin 2009 de la société ARDEA informant l'inspection des installations classées d'une modification du réseau de collecte des effluents de son site et des points de rejet lui étant associés.

**Vu** le rapport et les propositions en date du 12 mai 2010 de l'Inspection des Installations Classées ;

**Vu** l'avis du Conseil Départemental de l'Environnement et des Risques Sanitaires et Technologiques (CODERST) en date du 27 mai 2010 ;

**Vu** le projet d'arrêté porté à la connaissance du demandeur le 16 septembre 2010 ;

**Vu** l'absence d'observations présentées par le demandeur sur ce projet ;

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

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

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

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

**Considérant** que les modifications intervenues sur le réseau de collecte des effluents du site et des points de rejets nécessite d'actualiser les dispositions de l'arrêté préfectoral n° 6329 du 3 novembre 1999 précité.

**Sur** proposition du Secrétaire Général de la Préfecture du Doubs ;

## ARRETÉ

### Article 1 :

La société ARDEA dont le siège social est situé 34 boulevard Ornano 93 200 SAINT DENIS, doit respecter, pour ses installations situées 48 route nationale 25 220 ROCHE LEZ BEAUPRE, les modalités du présent arrêté préfectoral complémentaire qui vise à fixer les modalités de surveillance provisoire des rejets de substances dangereuses dans l'eau afin d'améliorer la connaissance qualitative et quantitative des rejets de ces substances.

Les prescriptions de l'arrêté préfectoral du **3 novembre 1999** sont complétées par celles du présent arrêté.

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

**2.1** Les prélèvements et analyses réalisés en application du présent arrêté doivent respecter les dispositions de l'annexe 3 du présent arrêté préfectoral complémentaire.

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

**2.3** L'exploitant doit être en possession de l'ensemble des pièces suivantes fournies par le laboratoire qu'il aura choisi, avant le début des opérations de prélèvement et de mesures afin de s'assurer que ce prestataire remplit bien les dispositions de l'annexe 3 du présent arrêté préfectoral complémentaire :

1. Justificatifs d'accréditations sur les opérations de prélèvements et d'analyse de substances dans la matrice " Eaux Résiduaire " comprenant a minima le numéro d'accréditation et l'extrait de l'annexe technique sur les substances concernées,
2. Liste de références en matière d'opérations de prélèvements de substances dangereuses dans les rejets industriels,
3. Tableau des performances et d'assurance qualité précisant les limites de quantification pour l'analyse des substances qui doivent être inférieures ou égales à celles fixées à l'article 3 du présent arrêté préfectoral complémentaire.
4. Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions figurant à l'annexe 3 du présent arrêté préfectoral complémentaire.

Les modèles des documents mentionnés aux points 3 et 4 précédents sont repris en annexe 1 du présent arrêté.

**2.4** Dans le cas où l'exploitant souhaite réaliser lui-même le prélèvement des échantillons, celui-ci doit fournir à l'inspection avant le début des opérations de prélèvement et de mesures prévues à l'article 3 du présent arrêté, les procédures qu'il aura établies démontrant la fiabilité et la reproductibilité de ses pratiques de prélèvement et de mesure de débit. Ces procédures doivent intégrer les points détaillés aux paragraphes 3.2 à 3.6 du document figurant en annexe 3 du présent arrêté préfectoral et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

### Article 3. – Mise en œuvre de la surveillance initiale

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

SUBSTANCE	Périodicité	Durée de chaque prélèvement	Limite de quantification à atteindre par substance par les laboratoires en µg/l
Demande Chimique en Oxygène (DCO) ou Carbone Organique Total (COT)	1 mesure par mois pendant 6 mois	24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation	30000
			300
Matières en Suspension (MES)			2000
Anthracène			0.01
Dichlorométhane			5
HAP (famille)- 5 SDP			0.01
Hexachloropentadiène			0.01
benzène			1
octyphénols			0.1
nonylphénols			0.1
2 nitrotoluène			0.2
Biphényle			0.05
Xylènes (somme o,m,p)			2
Toluène			1
Tributylphosphate			0.1
Cuivre et ses composés			0.01

SUBSTANCE	Périodicité	Durée de chaque prélèvement	Limite de quantification à atteindre par substance par les laboratoires en µg/l
Acide chloro acétique			25
Chrome et ses composés			5
Fluoranthène			0.01
Naphtalène			10
Nickel et ses composés			5
Plomb et ses composés			5
Arsenic			
Zinc et ses composés			10

L'exploitant aura la possibilité d'abandonner la recherche des substances qui ne figurent pas en gras dans le tableau ci-dessus si elles n'ont pas été détectées après 3 mesures consécutives réalisées dans les conditions techniques décrites dans le présent arrêté.

#### Article 4 : Rapport de synthèse de la surveillance initiale

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

- un tableau récapitulatif mesures sous une forme synthétique. Ce tableau comprend, pour chaque substance, sa concentration et son flux, pour chacune des mesures réalisées. Le tableau comprend également les concentrations minimale, maximale et moyenne mesurées sur les six échantillons, ainsi que les flux minimal, maximal et moyen calculés à partir des six mesures et les limites de quantification pour chaque mesure ;
- l'ensemble des rapports d'analyses réalisées en application du présent arrêté ;
- dans le cas où l'exploitant a réalisé lui-même le prélèvement des échantillons, l'ensemble des éléments permettant d'attester de la traçabilité de ces opérations de prélèvement et de mesure de débit ;
- des commentaires et explications sur les résultats obtenus et leurs éventuelles variations, en évaluant les origines possibles des substances rejetées, notamment au regard des activités industrielles exercées et des produits utilisés ;
- des propositions dûment argumentées, le cas échéant, si l'exploitant souhaite demander l'abandon de la surveillance pour certaines substances. L'exploitant pourra notamment demander la suppression de la surveillance des substances présentes dans le rejet des eaux industrielles qui répondront à au moins l'une des trois conditions suivantes (la

troisième condition n'étant remplie que si les deux critères 3.1 et 3.2 qui la composent sont tous les deux respectés) :

1. Il est clairement établi que ce sont les eaux en amont qui sont responsables de la présence de la substance dans les rejets de l'établissement ;
  2. Toutes les concentrations mesurées pour la substance sont strictement inférieures à la limite de quantification LQ définie pour cette substance à l'article 3 du présent arrêté préfectoral complémentaire;
  3. 3.1 Toutes les concentrations mesurées pour la substance sont inférieures à 10\*NQE (norme de qualité environnementale ou, en l'attente de leur adoption en droit français, 10\*NQEp, norme de qualité environnementale provisoire fixée dans la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007)
- et 3.2 Tous les flux journaliers calculés pour la substance sont inférieurs à 10 % du flux journalier théorique admissible par le milieu récepteur (le flux journalier admissible étant calculé à partir du produit du débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale sèche QMNA5 et de la NQE ou NQEp conformément aux explications de l'alinéa précédent) ;
- des propositions dûment argumentées, le cas échéant, si l'exploitant souhaite adopter un rythme de mesures autre que trimestriel pour la poursuite de la surveillance ;
  - le cas échéant, les résultats de mesures de qualité des eaux d'alimentation en précisant leur origine (superficielle, souterraine ou adduction d'eau potable).

#### **Article 5 : Remontée d'informations sur l'état d'avancement de la surveillance des rejets**

Déclaration des données relatives à la surveillance des rejets aqueux : les résultats des mesures du mois N réalisées en application de l'article 3 du présent arrêté sont saisis sur le site de télédéclaration du ministère chargé de l'environnement prévu à cet effet et sont transmis mensuellement à l'inspection des installations classées par voie électronique avant la fin du mois N+1.

Dans l'attente de la possibilité d'utilisation généralisée à l'échelle nationale de l'outil de télédéclaration du ministère ou si l'exploitant n'utilise pas la transmission électronique via le site de télédéclaration mentionné à l'alinéa précédent, il est tenu :

- de transmettre mensuellement par écrit avant la fin du mois N+1 à l'inspection des installations classées un rapport de synthèse relatif aux résultats des mesures et analyses du mois N imposées à l'article 3 ainsi que les éléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances figurant en annexe 2 du présent arrêté ;
- de transmettre mensuellement à l'INERIS par le biais du site <http://rsde.ineris.fr> les éléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances figurant en annexe 2 du présent arrêté.

#### **Article 6 : actualisation de la définition des réseaux de collecte et des points de rejets**

Les dispositions des alinéas 13.3 et 15.1 de l'arrêté préfectoral n°6329 du 3 novembre 1999 sont abrogées et remplacées respectivement par les dispositions du présent arrêté :

**« Alinéa 13.3-les eaux pluviales non polluées :**

*les eaux pluviales non polluées sont collectées par :*

- *le réseau unitaire d'assainissement urbain pour le site n°2 (2000 m<sup>2</sup> de toiture) vers la RN 83 et par le réseau unitaire d'assainissement urbain pour le site n°3 (4000 m<sup>2</sup> de toiture) vers la rue du Repos.*
- *deux réseaux unitaires traversant le site n°1 et se rejoignant au sud de la rue du Repos pour être raccordé à celui du site n°3 précité »*

**« Alinéa 15.1-caractéristiques des points de rejet dans le milieu récepteur :**

*Seuls sont autorisés les points de rejets suivants :*

<i>Point de rejet</i>	<i>Nature des effluents</i>	<i>Lieu du rejet</i>
<i>Sites n° 1 et 3</i>	<i>Eaux sanitaires et pluviales Eluats de régénération de deminéralisation Effluents de lavage de gaz</i>	<i>Réseau de ville, rue du repos</i>
<i>Site n° 2</i>	<i>Eaux sanitaires et pluviales Eluats de régénération de deminéralisation</i>	<i>Réseau de ville, RN83</i>

*Tout rejet d'effluents à caractère industriel est interdit à l'exclusion des éluats et effluents susvisés. Le rejet direct ou indirect d'eaux résiduaires dans les eaux souterraines est interdit. »*

**Article 7**

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

**Article 8 : Frais**

Tous les frais occasionnés par l'application du présent arrêté sont à la charge de la société ARDEA

**Article 9 : Délais et voie de recours**

La présente décision pourra être déférée au Tribunal Administratif de Besançon. Le délai de recours est de deux mois pour l'exploitant. Ce délai commence à courir du jour où la présente décision a été notifiée. Le délai de recours est de quatre ans pour les tiers à compter de la publication et de l'affichage de cet arrêté.

**Article 10 : Notification et publicité**

Le présent arrêté sera notifié à la Société ARDEA 48 route Nationale 25 220 ROCHE LEZ BEAUPRE.

Un extrait du présent arrêté sera affiché en permanence, de façon lisible dans l'installation, par les soins de la société.

Un extrait sera publié, aux frais du demandeur, dans deux journaux locaux ou régionaux et affiché en mairie de ROCHE LEZ BEAUPRE par les soins du Maire pendant un mois.

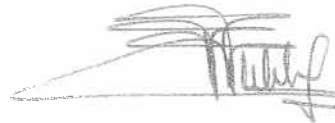
**Article 11 : Exécution et ampliation**

Monsieur le Secrétaire Général de la Préfecture du Doubs, Monsieur le Maire de Roche Lez Beupré ainsi que Monsieur le Directeur Régional de l'Environnement, de l'Aménagement et du Logement de Franche-Comté sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté dont copie sera également adressée :

- à la Direction Départementale des Territoires,
- à la Direction Départementale de la Cohésion Sociale et de la protection des Populations,
- à la Direction Régionale des Entreprises, de la Concurrence, de la Consommation, du Travail et de l'Emploi,
- au Service Interministériel de Défense et de Protection Civiles,
- à la Direction Départementale du Service d'Incendie et de Secours,

Besançon, le 22 NOV. 2010

Le Préfet,



Nacer MEDDAH



# **ANNEXE 1 - Tableau des performances et assurance qualité et attestation du prestataire à renseigner par le laboratoire et à restituer à l'exploitant**

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

Famille	Substance	Code SANDRE	Substance Accréditée ou non sur matrice eaux résiduelles	L.Q. en µg/l (obtenue sur une matrice eau de surface)
<b>Alkylphénols</b>	octylphénols	1920		
	Nonylphénols	1957		
<b>HAP</b>	Anthracène	1458		
	Fluoranthène	1191		
	Naphtalène	1517		
	Benzo (a) pyrène	1115		
	Benzo (k) fluoranthène	1117		
	Benzo (b) fluoranthène	1116		
	Benzo (g,h,i) pérylène	1118		
	Indeno (1113 c,d) pyrène	1204		
<b>COHV</b>	Dichlorométhane	1168		
	Hexachloropentadiène	2612		
	Nickel et ses composés	1386		
	Arsenic et ses composés	1369		
<b>Métaux</b>	Zinc et ses composés	1383		
	Cuivre et ses composés	1392		
	plomb	1382		
	Chrome et ses composés	1389		
<b>BTEX</b>	benzène	1114		
	toluène	1278		
	Xylènes (Somme o,m,p)	1780		
<b>Autres</b>	Acide chloroacétique	1465		
	2 nitrotoluène	2613		
	biphényle	1584		
	Tributylphosphate	1847		
<b>Paramètres de suivi</b>	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841		
	Matières en Suspension	1305		



PREFET DU DOUBS

## ATTESTATION DU PRESTATAIRE

Je soussigné(e)  
(Nom, qualité ) .....

Coordonnées de l'entreprise : .....

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

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

A :

Le :

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

Signature :

Cachet de la société :

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

<sup>1</sup> L'attention est attirée sur l'intérêt de disposer des résultats d'analyses de la première mesure avant d'engager la suivante afin d'évaluer l'adéquation du plan de prélèvement, en particulier lors des premières mesures.

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

## Conditions de prélèvement et d'analyses

[illegible]

## Résultats d'analyses

[illegible]

## ANNEXE 3 – PRESCRIPTIONS TECHNIQUES APPLICABLES AUX OPERATIONS DE PRELEVEMENTS ET D'ANALYSES

## SOMMAIRE

1	INTRODUCTION .....	13
2	PRESCRIPTIONS GÉNÉRALES .....	13
3	OPÉRATIONS DE PRÉLÈVEMENT .....	14
	3.1 OPÉRATEURS DU PRELEVEMENT .....	14
	3.2 CONDITIONS GÉNÉRALES DU PRELEVEMENT .....	14
	3.3 MESURE DE DÉBIT EN CONTINU .....	15
	3.4 PRÉLEVEMENT CONTINU SUR 24 HEURES À TEMPÉRATURE CONTRÔLÉE .....	15
	3.5 ÉCHANTILLON .....	16
	3.6 BLANCS DE PRÉLEVEMENT .....	16
4	ANALYSES .....	17
5	TRANSMISSION DES RÉSULTATS .....	18
6	LISTE DES ANNEXES .....	ERREUR! SIGNET NON DÉFINI.

## Introduction

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

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

### Prescriptions générales

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

- Etre accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la matrice « **Eaux Résiduaires** », pour chaque substance à analyser. Afin de justifier de cette accréditation, le laboratoire devra fournir à l'exploitant l'ensemble des documents listés à l'annexe 1 avant le début des opérations de prélèvement et de mesures afin de justifier qu'il remplit bien les dispositions de la présente annexe. Les documents de l'annexe 1 sont téléchargeables sur le site <http://rsde.ineris.fr> (annexe 5.5 de la circulaire du 5 janvier 2009).
- Respecter les limites de quantification listées à l'article 3 du présent arrêté pour chacune des substances.

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

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

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

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

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

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

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

## Opérations de prélèvement

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

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

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

### opérateurs du prelevement

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

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

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

### Conditions générales du prelevement

- Le volume prélevé devra être **représentatif** des flux de l'établissement et **conforme** avec les **quantités nécessaires** pour réaliser les **analyses sous accréditation**.
- En cas d'intervention de l'exploitant ou d'un sous-traitant pour le prélèvement, le nombre, le volume unitaire, le flaconnage, la préservation éventuelle et l'identification des échantillons seront obligatoirement définis par le prestataire d'analyse et communiqués au préleveur. **Le laboratoire d'analyse fournira les flaconnages** (prévoir des flacons supplémentaires pour les blancs du système de prélèvement).
- Les échantillons seront répartis dans les différents flacons fournis par le laboratoire selon les prescriptions des méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux substances à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3<sup>2</sup>. Les échantillons acheminés au laboratoire dans un flaconnage d'une autre provenance devront être refusés par le laboratoire.
- Le prélèvement doit être adressé afin d'être réceptionné par le laboratoire d'analyse au plus tard 24 heures après la fin du prélèvement, sous peine de refus par le laboratoire.

<sup>2</sup> La norme NF EN ISO 5667-3 est un Guide de Bonne Pratique. Quand des différences existent entre la norme NF EN ISO 5667-3 et la norme analytique spécifique à la substance, c'est toujours les prescriptions de la norme analytique qui prévalent.

### Mesure de débit en continu

- ↪ La mesure de débit s'effectuera en continu sur une période horaire de 24 heures, suivant les normes en vigueur figurant dans le FDT-90-523-2 et les prescriptions techniques des constructeurs des systèmes de mesure.
- ↪ Afin de s'assurer de la qualité de fonctionnement de ces systèmes de mesure, des contrôles métrologiques périodiques devront être effectués par des organismes accrédités, se traduisant par :
  - Pour les systèmes en écoulement à surface libre :
    - un contrôle de la conformité de l'organe de mesure (seuil, canal jaugeur, venturi, déversoir,...) vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs,
    - un contrôle de fonctionnement du débitmètre en place par une mesure comparative réalisée à l'aide d'un autre débitmètre.
  - Pour les systèmes en écoulement en charge :
    - un contrôle de la conformité de l'installation vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs,
    - un contrôle de fonctionnement du débitmètre par mesure comparative exercée sur site (autre débitmètre, jaugeage, ...) ou par une vérification effectuée sur un banc de mesure au sein d'un laboratoire accrédité.
- ↪ Le contrôle métrologique aura lieu avant le démarrage de la première campagne de mesures, ou à l'occasion de la première mesure, avant d'être renouvelé à un rythme annuel.

### Prélèvement continu sur 24 heures à température contrôlée

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

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

- À mi-hauteur de la colonne d'eau ;
- À une distance suffisante des parois pour éviter une contamination des échantillons par les dépôts ou les biofilms qui s'y développent.

### **Echantillon**

- ↪ La représentativité de l'échantillon est difficile à obtenir dans le cas du fractionnement de certaines eaux résiduaires en raison de leur forte hétérogénéité, de leur forte teneur en MES ou en matières flottantes. Un système d'homogénéisation pourra être utilisé dans ces cas. Il ne devra pas modifier l'échantillon.
- ↪ Le conditionnement des échantillons devra être réalisé dans des contenants conformes aux méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux substances à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3<sup>2</sup>.
- ↪ Le **transport** des échantillons vers le laboratoire devra être effectué dans une **enceinte** maintenue à une **température égale à 5°C ± 3°C**, et être **accompli** dans les **24 heures** qui suivent la fin du prélèvement, afin de garantir l'intégrité des échantillons.
- ↪ La température de l'enceinte ou des échantillons sera contrôlée à l'arrivée au laboratoire et indiquée dans le rapportage relatif aux analyses.

### **Blancs de prélèvement**

#### **Blanc du système de prélèvement :**

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

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

#### **Blanc d'atmosphère**

- ↪ ***La réalisation d'un blanc d'atmosphère permet au laboratoire d'analyse de s'assurer de la fiabilité des résultats obtenus concernant les composés volatils ou susceptibles d'être dispersés dans l'air et pourra fournir des données explicatives à l'exploitant.***
- ↪ Le blanc d'atmosphère peut être réalisé à la demande de l'exploitant en cas de **suspicion de présence de substances volatiles** (BTEX, COV, Chlorobenzène, mercure...) sur le site de prélèvement.



✎ S'il est réalisé, il doit l'être obligatoirement et systématiquement :

- le jour du prélèvement des effluents aqueux,
- sur une durée de 24 heures ou en tout état de cause, sur une durée de prélèvement du blanc d'atmosphère identique à la durée du prélèvement de l'effluent aqueux. La méthodologie retenue est de laisser un flacon d'eau exempte de COV et de métaux exposé à l'air ambiant à l'endroit où est réalisé le prélèvement 24h asservi au débit,
- Les valeurs du blanc d'atmosphère seront mentionnées dans le rapport d'analyse et en aucun cas soustraites des autres.

### Analyses

✎ Toutes les procédures analytiques doivent être démarrées si possible dans les 24h et en tout état de cause 48 heures au plus tard après la fin du prélèvement.

✎ Toutes les analyses doivent rendre compte de la **totalité** de l'échantillon (effluent brut, MES comprises) en respectant les dispositions relatives au traitement des MES reprises ci-dessous, hormis pour les diphényléthers polybromés.

✎ Dans le cas des **métaux**, l'analyse demandée est une détermination de la concentration en **métal total** contenu dans l'effluent (aucune filtration), obtenue après digestion de l'échantillon selon les normes en vigueur :

- Norme ISO 15587-1 "Qualité de l'eau Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau Partie 1 : digestion à l'**eau régale**" ou
- Norme ISO 15587-2 "Qualité de l'eau Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau Partie 2 : digestion à l'**acide nitrique**".

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

✎ Dans le cas des **alkylphénols**, il est demandé de rechercher **simultanément** les nonylphénols, les octylphénols ainsi que les deux premiers homologues d'éthoxylates<sup>3</sup> de nonylphénols (NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates<sup>3</sup> d'octylphénols (OP1OE et OP2OE). La recherche des éthoxylates peut être effectuée sans surcoût conjointement à celle des nonylphénols et des octylphénols par l'utilisation du projet de norme ISO/DIS 18857-2<sup>4</sup>.

✎ Certains paramètres de suivi habituel de l'établissement, à savoir la **DCO** (Demande Chimique en Oxygène) ou **COT** (Carbone Organique Total) en fonction de l'arrêté préfectoral en vigueur, et les **MES** (Matières en Suspension) seront analysés systématiquement dans chaque effluent selon les normes en vigueur (cf. notes <sup>5</sup>, <sup>6</sup>, <sup>7</sup> et <sup>8</sup>) afin de vérifier la représentativité de l'activité de l'établissement le jour de la mesure.

<sup>3</sup> Les éthoxylates de nonylphénols et d'octylphénols constituent à terme une source indirecte de nonylphénols et d'octylphénols dans l'environnement.

<sup>4</sup> ISO/DIS 18857-2 : Qualité de l'eau – Dosage d'alkylphénols sélectionnés- Partie 2 : Détermination des alkylphénols, d'éthoxylates d'alkylphénol et bisphénol A – Méthode pour échantillons non filtrés en utilisant l'extraction sur phase solide et chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse après dérivatisation. Disponible auprès de l'AFNOR, commission T 91M et qui sera publiée prioritairement en début 2009.

<sup>5</sup> NF T 90-101 : Qualité de l'eau : Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO)

<sup>6</sup> NF EN 872 : Qualité de l'eau : Dosage des matières en suspension Méthode par filtration sur filtre en fibres de verre

<sup>7</sup> NF EN 1484 – Analyse des eaux : Lignes directrices pour le dosage du Carbone Organique Total et du Carbone Organique Dissous

<sup>8</sup> NF T 90-105-2 : Qualité de l'eau : Dosage des matières en suspension Méthode par centrifugation

- ↳ Les performances analytiques à atteindre pour les eaux résiduaires sont indiquées à l'article 3 du présent arrêté (tableau). Elles sont issues de l'exploitation des limites de quantification transmises par les prestataires d'analyses dans le cadre de l'action RSDE depuis 2005.

### Prise en compte des MES

- ↳ Le laboratoire doit préciser et décrire de façon détaillée les méthodes mises en œuvre en cas de concentration en MES > 50 mg/L.
- ↳ Pour les paramètres visés à l'article 3 du présent arrêté (à l'exception de la DCO, du COT et des MES), il est demandé:

- Si  $50 < \text{MES} < 250 \text{ mg/l}$  : réaliser 3 extractions liquide/liquide successives au minimum sur l'échantillon brut sans séparation.
- Si  $\text{MES} \geq 250 \text{ mg/l}$  : analyser séparément la phase aqueuse et la phase particulaire après filtration ou centrifugation de l'échantillon brut, sauf pour les **composés volatils** pour lesquels le traitement de l'échantillon brut par filtration est à proscrire. Les composés volatils concernés sont : *3,4 dichloroaniline, Epichlorhydrine, Tributylphosphate, Acide chloroacétique, Benzène, Ethylbenzène, Isopropylbenzène, Toluène, Xylènes (Somme o,m,p), 1,2,3 trichlorobenzène, 1,2,4 trichlorobenzène, 1,3,5 trichlorobenzène, Chlorobenzène, 1,2 dichlorobenzène, 1,3 dichlorobenzène, 1,4 dichlorobenzène, 1 chloro 2 nitrobenzène, 1 chloro 3 nitrobenzène, 1 chloro 4 nitrobenzène, 2 chlorotoluène, 3 chlorotoluène, 4 chlorotoluène, Nitrobenzène, 2 nitrotoluène, 1,2 dichloroéthane, Chlorure de méthylène, Chloroforme, Tétrachlorure de carbone, chloroprène, 3 chloroprène, 1,1 dichloroéthane, 1,1 dichloroéthylène, 1,2 dichloroéthylène, hexachloroéthane, 1,1,2,2 tétrachloroéthane, Tétrachloroéthylène, 1,1,1 trichloroéthane, 1,1,2 trichloroéthane, Trichloroéthylène, Chlorure de vinyle, 2 chloroaniline, 3 chloroaniline, 4 chloroaniline et 4 chloro 2 nitroaniline.*
- La restitution pour chaque effluent chargé ( $\text{MES} \geq 250 \text{ mg/l}$ ) sera la suivante pour l'ensemble des substances de l'article 3 du présent arrêté : valeur en **µg/l** obtenue dans la **phase aqueuse**, valeur en **µg/kg** obtenue dans la **phase particulaire** et valeur **totale** calculée en **µg/l**.

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

### **Transmission des résultats**

L'application informatique GIDAF (Gestion Informatisée des Données d'autosurveillance fréquente) permettra à terme la saisie directe des informations demandées par l'annexe 5.3 de la circulaire du 5 janvier 2009 et leur télétransmission à l'inspection et à l'INERIS, chargé du suivi de la qualité des prestations des laboratoires et du traitement des données issues de cette seconde campagne d'analyse des substances dangereuses. L'extension nationale de cette application informatique actuellement testée par certaines DRIRE est prévue pour le courant de l'année 2009.

Dans l'attente de l'utilisation généralisée de cet outil, c'est par le biais du site <http://rsde.ineris.fr> que l'annexe 2 (qui reprend les éléments demandés dans l'annexe 5.3 de la circulaire du 5 janvier 2009) doit être transmise à l'INERIS par l'exploitant.

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