

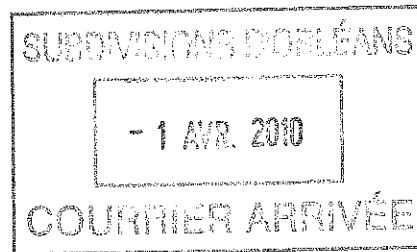


PREFECTURE DU LOIRET

0123070100326ape uH

**DIRECTION DÉPARTEMENTALE
DE LA PROTECTION DES POPULATIONS
SECURITE DE L'ENVIRONNEMENT INDUSTRIEL**

AFFAIRE SUIVIE PAR ISABELLE FOURNIER-CEDELLE
TELEPHONE 02.38.42.42.86
COURRIEL isabelle.fournier-cedelle@agriculture.gouv.fr
REFERENCE RISQUES TECHNOLOGIQUES/ICPE DECHETS/
ICSEVESO/ISOHEM/APC RSDE



ARRETE
imposant des prescriptions complémentaires
relatives aux rejets de substances dangereuses dans le milieu aquatique
(Première phase : surveillance initiale)
à la société ISOHEM située à PITHIVIERS

Le Préfet de la région Centre,
Préfet du Loiret,
Chevalier de la Légion d'Honneur,
Officier de l'Ordre National du Mérite,

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

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

Vu le code de l'environnement, notamment le Livre I, le Titre I^{er} du Livre II, et le Titre I^{er} du Livre V (parties législative et réglementaire) et particulièrement les articles R 211-11-1 à R 211-11-3 ;

Vu le code de la santé publique, notamment ses articles R 1416-16 à R 1416-21 ;

Vu l'arrêté ministériel du 2 février 1998 modifié relatif aux prélèvements et à la consommation d'eau ainsi qu'aux émissions de toute nature des installations classées pour la protection de l'environnement soumises à autorisation ;

Vu les arrêtés ministériels modifiés du 20 avril 2005 et du 30 juin 2005 relatifs au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;

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

Vu l'arrêté préfectoral du 27 mars 2006 autorisant la société ISOHEM à exercer ses activités relevant de la nomenclature des installations classées sur le territoire de la commune de Pithiviers ;

Vu le courrier de l'inspection des installations classées du 30 juin 2009 informant ladite société de la mise en œuvre d'un plan d'action nationale de recherche et de réduction des rejets de substances dans l'eau par les installations classées et lui communiquant un projet d'arrêté préfectoral complémentaire lui fixant la liste des substances qui devront faire l'objet d'une surveillance pendant une durée de 6 mois dans les eaux industrielles rejetées par ses installations situées sur le territoire de la commune de Pithiviers ;

Vu les courriers de l'industriel du 3 août 2009 et du 15 octobre 2009 en réponse ;

Vu la lettre préfectorale du 12 janvier 2010 informant la société ISOICHEM des précisions apportées par le Ministère de l'Ecologie, de l'Energie, du Développement Durable et de la Mer sur les critères à appliquer pour la sélection des substances à analyser selon qu'elles ont été détectées ou non lors d'une première campagne RSDE et lui communiquant un nouveau projet d'arrêté préfectoral ;

Vu le rapport de l'inspection des installations classées en date du 4 février 2010 ;

Vu la notification à la société ISOICHEM de la date de réunion du Conseil Départemental de l'Environnement et des Risques Sanitaires et Technologiques et des propositions de l'Inspecteur ;

Vu l'avis du Conseil Départemental de l'Environnement et des Risques Sanitaires et Technologiques réuni en séance le 25 février 2010 ;

Vu la notification à ladite société du projet d'arrêté complémentaire,

Vu l'absence d'observation de la société ISOICHEM sur ce projet dans le délai imparti,

Considérant les circulaires du 4 février 2002, du 28 juillet 2005, du 7 mai 2007 et du 5 janvier 2009 relatives à 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 ;

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

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

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 de certaines substances dangereuses sur le milieu aquatique ;

Considérant les résultats du rapport établi par SGS MULTILAB référencé 1051R04 et daté d'août 2004 présentant les résultats d'analyse menées dans le cadre de la première phase de recherche de substances dangereuses dans l'eau ;

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 l'établissement exploité par la société ISOICHEM sur le territoire de la commune de Pithiviers, est concerné par cette action nationale en ce qu'il est un établissement :

- soumis aux dispositions de l'arrêté ministériel du 29 juin 2004, relevant de la directive IPPC ;
- à enjeux au niveau régional en raison des critères relatifs à la pollution des eaux de surface ;
- ayant fait l'objet de la première phase de l'action nationale RSDE et pour lequel les flux de 1,2,3 trichlorobenzène et chlorure de méthylène ont été calculés comme étant supérieurs à 100 % de flux admissible par le milieu (L'Oeuf) ;
- soumis à autorisation exerçant les activités industrielles suivantes : Industrie de la chimie ;

Sur proposition du Secrétaire Général de la préfecture du Loiret,

ARRETE :

Article 1^{er} : Objet

La société ISOICHEM dont le siège social est situé 12 Quai HENRI IV - 75004 PARIS doit respecter, pour ses installations situées sur le territoire de la commune de PITHIVIERS – 4 Rue Marc Sangnier, 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.

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 Résiduelles», pour chaque substance à analyser.

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

1. Justificatifs d'accréditations sur les opérations de prélèvements (si disponible) et d'analyse de substances dans la matrice «eaux résiduelles» comprenant à minima :
 - a. Numéro d'accréditation
 - b. Extrait de l'annexe technique sur les substances concernées
2. Liste de références en matière d'opérations de prélèvements de substances dangereuses dans les rejets industriels
3. Tableau des performances et d'assurance qualité précisant les limites de quantification pour l'analyse des substances qui doivent être inférieures ou égales à celles de l'annexe 5.2 de l'annexe 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 au point 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.

2.5 Les mesures de surveillance des rejets aqueux imposées à l'industriel par l'arrêté préfectoral du 27 mars 2006 à son article 3.1.6.3.2. sur des substances mentionnées à l'article 3 du présent arrêté peuvent se substituer à certaines mesures mentionnées à l'article 3, sous réserve que la fréquence des mesures imposées à l'article 3 soit respectée et que les modalités de prélèvement et d'analyses pour les mesures de surveillance réalisées en application de l'arrêté préfectoral du 27 mars 2006 répondent aux exigences de l'annexe 3 du présent arrêté préfectoral complémentaire, notamment sur les limites de quantification.

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 aux points de rejet des effluents industriels tels que définis au chapitre 1.2.2. de la circulaire du 5 janvier 2009 de l'établissement dans les conditions suivantes :

Nom du rejet	Substance	Périodicité	Durée de chaque prélèvement (1)	Limite de quantification à atteindre par substance par les laboratoires en µg/l
Point de rejet n°1 (eaux industrielles)	Monobutylétain cation (*)	1 mesure par mois pendant 6 mois	Prélèvement sur 24 heures	0.02
	Plomb et ses composés (*)			5
	Cuivre et ses composés (*)			5
	Hexachlorobenzène (*)			0.01
	Pentachlorobenzène (*)			0.02
	1,2,4,5 tétrachlorobenzène (*)			0.05
	1-chloro-2-nitrobenzène (*)			0.1
	1-chloro-3-nitrobenzène (*)			0.1
	1-chloro-4-nitrobenzène (*)			0.1
	Hexachloropentadiène (*)			0.1
	1,2 dichloroéthane (*)			2
	1,1 dichloroéthane (*)			5
	1,1 dichloroéthylène (*)			2.5
	Tétrachloroéthylène (*)			0.5
	1,1,1 trichloroéthane (*)			0.5
	1,1,2 trichloroéthane (*)			1
	Trichloroéthylène (*)			0.5
	Pentachlorophénol (*)			0.1
	4-chloro-3-méthylphénol (*)			0.1
	2,4 dichlorophénol (*)			0.1
	2,4,5 trichlorophénol (*)			0.1
	2,4,6 trichlorophénol (*)			0.1
	2 chloroaniline (*)			0.1
	3 chloroaniline (*)			0.1
	4 chloroaniline (*)			0.1
	4-chloro-2 nitroaniline (*)			0.1
	3,4 dichloroaniline (*)			0.1
	Alachlore (*)			0.02
	Atrazine (*)			0.03
Point de rejet n°1 (eaux industrielles)	Chlorfenvinphos (*)	1 mesure par mois pendant 6 mois	Prélèvement sur 24 heures	0.05
	Chlorpyrifos (*)			0.05
	Diuron (*)			0.05
	Alpha Endosulfan (*)			0.02
	Béta Endosulfan (*)			0.02
	Gamma isomère - Lindane (*)			0.02
	Alpha Hexachlorocyclohexane (*)			0.02
	Isoproturon (*)			0.05
	Simazine (*)			0.03

Nom du rejet	Substance	Périodicité	Durée de chaque prélèvement (1)	Limite de quantification à atteindre par substance par les laboratoires en µg/l
Point de rejet n°1 (eaux industrielles)	Trifluraline (*)	1 mesure par mois pendant 6 mois	Prélèvement sur 24 heures	0.05
	Biphényle (*)			0.05
	Acide chloroacétique (*)			25
	Tributylphosphate (*)			0.1
	Nonylphénols (*)			0.1
	NP1OE (*)			0.1
	NP2OE (*)			0.1
	Octylphénols (*)			0.1
	OP1OE (*)			0.1
	OP2OE (*)			0.1
	Tétrabromodiphényléther (BDE 47) (*)			0.1
	Pentabromodiphényléther (BDE 99) (*)			La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ équivalente dans l'eau de 0.05 µg/l pour chaque BDE
	Pentabromodiphényléther (BDE 100) (*)			
	Hexabromodiphényléther (BDE 154) (*)			
	Hexabromodiphényléther (BDE 153) (*)			
	Heptabromodiphényléther (BDE 183) (*)			
	Décabromodiphényléther (BDE 209) (*)			10
	Nickel et ses composés			5
	Chrome et ses composés			10
	Zinc et ses composés			0.01
	Anthracène			0.01
	Acénaphène			0.01
	PCB 101			0.01
	PCB 138			0.01
	1,2,3 trichlorobenzène			1
	Toluène			1
	Xylènes (Somme o,m,p)			2
	Chlorure de méthylène			5
	Chloroforme			1
	Tétrachlorure de carbone			0.5
	2 chlorophénol			0.1
	3 chlorophénol			0.1
	4 chlorophénol			0.1
	MES			2000
	DCO ou COT			30000/300
Point de rejet n°3 (eaux de ruissellement)	Nonylphénols (*)	1 mesure par mois pendant 6 mois	Prélèvement ponctuel	0.1
	NP1OE (*)			0.1
	NP2OE (*)			0.1
	Octylphénols (*)			0.1
	OP1OE (*)			0.1
	OP2OE (*)			0.1
	Chloroforme			1
	Acide chloroacétique			25
	MES			2000
	DCO ou COT			30000/300

(1) :

- rejet continu : 24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation (la durée peut être adaptée sur justification de l'exploitant selon son activité)
- rejet discontinu : Prélèvement asservi au temps (la méthodologie de prélèvement mise en œuvre sera précisée)
- rejet en bâchée ou eaux pluviales : Prélèvement ponctuel (la méthodologie de prélèvement mise en œuvre sera précisée).

(*) L'abandon de la surveillance pourra être envisagé après accord de l'inspection des installations classées dans le cas où la première analyse montre que la substance n'est pas détectée.

- le délai de remise du résultat de la première analyse à l'inspection des installations classées ne pourra excéder 2 mois après le prélèvement,
- la poursuite de la surveillance initiale (5 analyses) est engagée dans le mois qui suit l'accord de l'inspection des installations classées sur la liste amendée.

Ces analyses peuvent se substituer aux analyses prévues à l'article 3.1.6.3.2. de l'arrêté préfectoral d'autorisation du 27 mars 2006.

Article 4 : Rapport de synthèse de la surveillance initiale

L'exploitant doit fournir dans un délai maximal de 12 mois à compter de la notification du présent arrêté, un rapport de synthèse de la surveillance initiale devant comprendre pour chaque point de rejet faisant l'objet de la surveillance définie à l'article 3 du présent arrêté :

- un tableau récapitulatif des mesures sous une forme synthétique. Ce tableau comprend, pour chaque substance, sa concentration et son flux lorsque celui-ci peut être calculé, pour chacune des mesures réalisées. Le tableau comprend également les concentrations minimale, maximale et moyenne mesurées sur les 6 échantillons, ainsi que les flux minimal, maximal et moyen lorsque ceux-ci peuvent être calculés à partir des 6 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 amont qui sont responsables de la présence de la substance dans les rejets de l'établissement ;
 2. Toutes les concentrations mesurées pour la substance sont strictement inférieures à la limite de quantification LQ définie pour cette substance à l'annexe 5.2 du document figurant en annexe 3 du présent arrêté ;
 3. 3.1 Toutes les concentrations mesurées pour la substance sont inférieures à $10 \times \text{NQE}$ (norme de qualité environnementale ou, en l'attente de leur adoption en droit français, $10 \times \text{NQEp}$, 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 : Sanctions

Faute par l'exploitant de se conformer aux conditions indiquées dans le présent arrêté et à celles qui lui seraient imposées par la suite, le Préfet de la région Centre, Préfet du Loiret pourra :

- soit faire procéder d'office, aux frais de l'exploitant, à l'exécution des mesures prescrites
- soit obliger l'exploitant à consigner entre les mains d'un comptable public une somme répondant du montant des travaux à réaliser, laquelle sera restituée à l'exploitant au fur et à mesure de l'exécution des travaux.
- soit suspendre par arrêté, après avis du Conseil Départemental de l'Environnement et des Risques Sanitaires et Technologiques, le fonctionnement de l'installation.

Ces sanctions administratives sont indépendantes des poursuites pénales qui peuvent être exercées.

Article 7 : Notification

Le présent arrêté est notifié à l'exploitant par voie administrative. Copies sont adressées au Sous-Préfet de l'arrondissement de Pithiviers, au maire de la commune de Pithiviers et au Directeur régional de l'environnement, de l'aménagement et du logement du Centre.

Article 8 : Délais et voies de recours

A – Recours administratifs

Dans un délai de deux mois à compter de la notification du présent arrêté, le pétitionnaire peut présenter :

- un recours gracieux adressé à M. le Préfet de la région Centre, Préfet du Loiret, 181 rue de Bourgogne 45042 ORLEANS CEDEX,
- un recours hiérarchique, adressé à M. le Ministre de l'Ecologie, de l'Energie, du Développement Durable et de la Mer en charge des technologies vertes et des négociations sur le climat - Direction Générale de la Prévention des Risques - Arche de La Défense - Paroi Nord - 92055 La Défense Cedex

Le silence gardé par l'administration pendant plus de deux mois sur la demande de recours gracieux ou hiérarchique emporte décision implicite de rejet de cette demande, conformément à l'article R.421-2 du Code de Justice Administrative.

L'exercice d'un recours administratif ne suspend pas le délai fixé pour la saisine du tribunal administratif.

B - Recours contentieux

Le présent arrêté est soumis à un contentieux de pleine juridiction.

Il peut être déféré au Tribunal Administratif d'Orléans, 28 rue de la Bretonnerie, 45057 ORLEANS CEDEX 1 :

- 1) par l'exploitant, dans un délai de deux mois à compter de la notification du présent arrêté,
- 2) par les tiers, personnes physiques ou morales, les communes intéressées ou leurs groupements, en raison des inconvénients ou des dangers que le fonctionnement de l'installation présente pour les intérêts visés à l'article L. 511.1 du code de l'environnement, dans un délai de quatre ans à compter de la publication ou de l'affichage dudit acte, ce délai étant, le cas échéant, prolongé jusqu'à la fin d'une période de deux années suivant la mise en activité de l'installation.

Les tiers qui n'ont acquis ou pris à bail des immeubles ou n'ont élevé des constructions dans le voisinage d'une installation classée que postérieurement à l'affichage ou à la publication de l'arrêté autorisant l'ouverture de cette installation ou atténuant les prescriptions primitives, ne sont pas recevables à déférer ledit arrêté à la juridiction administrative.

Tout recours doit être adressé en recommandé avec accusé de réception.

Article 9 : Information des tiers

Pour l'information des tiers,

- Le Maire de Pithiviers est chargé de :

⇒ Joindre une copie de l'arrêté au dossier relatif à cette affaire qui sera classée dans les archives de sa commune.

Ces documents pourront être communiqués sur place à toute personne concernée par l'exploitation.

⇒ Afficher à la mairie, pendant une durée minimum d'un mois, un extrait du présent arrêté.

Ces différentes formalités accomplies, un procès-verbal attestant leur exécution sera immédiatement transmis par le Maire au Préfet de la région Centre, Préfet du Loiret, Direction départementale de la Protection des Populations –Service de la sécurité de l'environnement industriel 45042 ORLEANS Cedex.

- la société ISOCHEM est tenue d'afficher en permanence, de façon visible, dans son installation, un extrait du présent arrêté.

- le Préfet de la région Centre, Préfet du Loiret fait insérer un avis dans deux journaux locaux, et aux frais de l'exploitant.

Article 10 : Exécution

Le Secrétaire Général de la Préfecture du Loiret, le Sous-Préfet de l'arrondissement de Pithiviers, le Maire de Pithiviers, et l'Inspecteur des Installations Classées sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté.

Fait à Orléans, le 26 MAR. 2010

Le Préfet,
Pour le Préfet,
Le Secrétaire Général,



Michel BERGUE

- ☐ Original : dossier
- ☐ Intéressé : Société ISOCHEM
- ☐ M. le Sous-Préfet de l'arrondissement de Pithiviers
- ☐ Mme le Maire de Pithiviers
- ☒ M. l'Inspecteur des Installations Classées
Unité Territoriale du Loiret – DREAL-
Avenue de la Pomme de Pin - Le Concyr
45590 SAINT CYR EN VAL
- ☐ M. le Directeur Régional de l'Environnement, de l'Aménagement et du Logement
6 rue Charles de Coulomb - 45077 ORLEANS Cedex 2
- ☐ M. le Directeur Départemental des Territoires
Service de l'Urbanisme et de l'Aménagement
- ☐ M. le Directeur Départemental des Affaires Sanitaires et Sociales
- ☐ M. le Directeur des Services Départementaux d'Incendie et de Secours
- ☐ M. le Directeur Régional des Affaires Culturelles

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	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduelles	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
Alkylphénols	1,2,4-trichlorophénol	1189		
	2,4,6-trichlorophénol	1190		
	4-chloro-3-méthylphénol	1636		
	Octylphénols	1920		
	OP1OE	demande en cours		
Anilines	OP2OE	demande en cours		
	2 chloroaniline	1593		
	3 chloroaniline	1592		
	4 chloroaniline	1591		
	4-chloro-2 nitroaniline	1594		
Autres	3,4 dichloroaniline	1586		
	Biphényle	1584		
	Epichlorhydrine	1494		
	Tributylphosphate	1847		
	Acide chloroacétique	1465		
BDE	Tétrabromodiphényléther BDE 47	2919		
	1,2,3,4-tétrabromodiphényléther BDE 49	2918		
	1,2,3,5-tétrabromodiphényléther BDE 50	2915		
	1,2,3,6-tétrabromodiphényléther BDE 100	2916		
	Hexabromodiphényléther BDE 154	2911		
	Hexabromodiphényléther BDE 153	2912		
	Heptabromodiphényléther BDE 183	2910		
	Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815		
BTEX	Benzène	1114		
	Ethylbenzène	1497		
	Isopropylbenzène	1633		
	Toluène	1278		
	Xylènes (Somme o,m,p)	1780		
Chlorobenzènes	1,2,3-trichlorobenzène	1630		
	1,2,4-trichlorobenzène	1283		
	1,3,5-trichlorobenzène	1629		
	Chlorobenzène	1467		
	1,2 dichlorobenzène	1165		
	1,3 dichlorobenzène	1164		
	1,4 dichlorobenzène	1166		
	1,2,4,5 tétrachlorobenzène	1631		
	1-chloro-2-nitrobenzène	1469		
	1-chloro-3-nitrobenzène	1468		
	1-chloro-4-nitrobenzène	1470		
Chlorophénols	Pentachlorophénol	1235		
	4-chloro-3-méthylphénol	1636		

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduelles	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduelle)
	2 chlorophénol	1471		
	3 chlorophénol	1651		
	4 chlorophénol	1650		
	2,4 dichlorophénol	1486		
	2,4,5 trichlorophénol	1548		
	2,4,6 trichlorophénol	1549		
COHV	Hexachloropentadiène	2612		
	1,2 dichloroéthane	1161		
	Chlorure de méthylène	1168		
	Chloroforme	1135		
	Tétrachlorure de carbone	1276		
	Chloroprène	2611		
	3-chloroprène (chlorure d'allyle)	2065		
	1,1 dichloroéthane	1160		
	1,1 dichloroéthylène	1162		
	1,2 dichloroéthylène	1163		
	Hexachloroéthane	1656		
	1,1,2,2 tétrachloroéthane	1271		
	Tétrachloroéthylène	1272		
	1,1,1 trichloroéthane	1284		
	1,1,2 trichloroéthane	1285		
	Trichloroéthylène	1286		
	Chlorure de vinyle	1753		
HAP				
	Fluoranthène	1191		
	Naphtalène	1517		
	Acénaphène	1453		
Métaux				
	Plomb et ses composés	1382		
	Nickel et ses composés	1386		
	Arsenic et ses composés	1369		
	Zinc et ses composés	1383		
	Cuivre et ses composés	1392		
	Chrome et ses composés	1389		
Organoétains				
	Dibutylétain cation	1771		
	Monobutylétain cation	2542		
	Triphénylétain cation	demande en cours		
PCB	PCB 28	1239		
	PCB 52	1241		
	PCB 101	1242		
	PCB 118	1243		
	PCB 138	1244		
	PCB 153	1245		
	PCB 180	1246		
Pesticides	Trifluraline	1289		

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
	Alachlore	1101		
	Atrazine	1107		
	Chlorfenvinphos	1464		
	Chlorpyrifos	1083		
	Diuron	1177		
	Endosulfate	1113		
	Hexachlorocyclopentadiène	1200		
	Isoproturon	1208		
	Simazine	1263		
	Triphénylméthylène	1204		
Paramètres de suivi	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841		
	Matières en Suspension	1305		

¹ : Une absence d'accréditation pourra être acceptée pour certaines substances (substances très rarement accréditées par les laboratoires voire jamais). Il s'agit des substances : « Chloroalcane C10-C13, diphenylétherbromés, alkylphénols et hexachloropentadiène ».

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 XXX mois après réalisation de chaque prélèvement ¹

❖ reconnais les accepter et les appliquer sans réserve.

A :

Le :

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

Signature :

Cachet de la société :

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

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

ANNEXE 2 - Eléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances

(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

Identification: l'échantillon	Identification de l'organisme de prélèvement	Références de prélèvement	Type de prélèvement	Date de mise en service du matériel	Nombre de prélèvements pour l'échantillon moyen	Période de prélèvement: date début	Durée de prélèvement	Blanc du système de prélèvement	Blanc d'atmosphère	Identification du laboratoire principal	Date de prise en charge de l'échantillon par le laboratoire principal	Température de l'essai: point transport
zone libre de texte	code sandre du prestataire de prélèvement, code exploitant	champ texte destiné à recevoir la référence à la norme de prélèvement	liste dérivant (associé au débüt, proportionnel au temps, ponctuel)	date (format JJ/MM/AA)	nombre entier	date (format JJ/MM/AA)	durée en nombre d'heures	oui / non	oui / non	code SANDRE de l'intervenant principal	date (format JJ/MM/AA)	nombre décimal : chiffre significatif

Résultats d'analyses

Code SANDRE (pour décrire les codes sandre)	Libellé court du paramètre (en lien direct avec code sandre)	Résultat ou unité de mesure	Unité de mesure	Précision (du 1 ^{er} au 3 ^{ème})	Référence analytique appliquée	Numéro dossier d'analyse (pour l'analyse de référence de référence)	Date de début d'analyse par le laboratoire (format JJ/MM/AA)	Fraction analysée (Code sandre : 3 : Chasse aux 20 : Eau brute 41 : HCS brute)	Résultat de la fraction analysée	Unité de la fraction analysée	Incertitude avec facteur d'élargissement (K=2)	Méthode d'analyse (norme de référence)	Méthode de prélèvement (norme de référence)	Limite de qualification valeur	Limite de qualification unité	Limite de quantification incertitude facteur d'élargissement n (K=2)	Code technique de l'analyse (code de l'analyse non analysée à la date de l'analyse) Code 10 : Résultat (G)	Conformité relative (Code 0 : analyse non conforme, analyse conforme, Code 1 : analyse conforme analyse conforme analyse conforme analyse conforme)	Commentaires (liste des paramètres analysés dans les boîtes tout problème renvoyés par le laboratoire)
COG																			
COG																			
HCS																			
substance 1								3		µg/l									
substance 1								41		µg/l									
substance 1 total										µg/l									
substance (ex : Toluène)								23											
substance (ex : BDE)								41											



PREFECTURE DU LOIRET

Annexe 3 à l'arrêté préfectoral du **26 MAR. 2010**
imposant des prescriptions complémentaires
relatives aux rejets de substances dangereuses dans le milieu
aquatique (première phase : surveillance initiale) à la société
ISOCHEM pour son établissement situé à PITHIVIERS

Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses

SOMMAIRE

1	INTRODUCTION.....	2
2	PRESCRIPTIONS GENERALES.....	2
3	OPERATIONS DE PRELEVEMENT	3
3.1	OPERATEURS DU PRELEVEMENT	3
3.2	CONDITIONS GENERALES DU PRELEVEMENT.....	3
3.3	MESURE DE DEBIT EN CONTINU	4
3.4	PRELEVEMENT CONTINU SUR 24 HEURES A TEMPERATURE CONTROLEE.....	4
3.5	ECHANTILLON	5
3.6	BLANCS DE PRELEVEMENT	5
4	ANALYSES	6
5	TRANSMISSION DES RESULTATS	8
6	LISTE DES ANNEXES.....	9

1 INTRODUCTION

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

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

2 PRESCRIPTIONS GENERALES

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

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

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

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

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

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

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

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

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

3 OPERATIONS DE PRELEVEMENT

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

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

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

3.1 OPERATEURS DU PRELEVEMENT

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

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

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

3.2 CONDITIONS GENERALES DU PRELEVEMENT

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

¹ La norme NF EN ISO 5667-3 est un Guide de Bonne Pratique. Quand des différences existent entre la norme NF EN ISO 5667-3 et la norme analytique spécifique à la substance, c'est toujours les prescriptions de la norme analytique qui prévalent.

3.3 MESURE DE DEBIT EN CONTINU

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

3.4 PRELEVEMENT CONTINU SUR 24 HEURES A TEMPERATURE CONTROLEE

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

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

- Vitesse de circulation de l'effluent dans les tuyaux supérieure ou égale à 0,5 m/s
- ⇒ Un contrôle des matériaux et des organes de l'échantillonneur seront à réaliser (voir blanc de système de prélèvement)
- ⇒ Le positionnement de la prise d'effluent devra respecter les points suivants :
 - Dans une zone turbulente ;
 - À mi-hauteur de la colonne d'eau ;
 - À une distance suffisante des parois pour éviter une contamination des échantillons par les dépôts ou les biofilms qui s'y développent.

3.5 ECHANTILLON

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

3.6 BLANCS DE PRELEVEMENT

Blanc du système de prélèvement :

Le blanc de système de prélèvement est destiné à vérifier l'absence de contamination liée aux matériaux (flacons, tuyaux) utilisés ou de contamination croisée entre prélèvements successifs. Il appartient au préleveur de mettre en 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 $< \text{LQ}$: ne pas soustraire les résultats du blanc du système de prélèvement des résultats de l'effluent
 - si valeur du blanc $\geq \text{LQ}$ et inférieure à l'incertitude de mesure attachée au résultat : ne pas soustraire les résultats du blanc du système de prélèvement des résultats de l'effluent

- si valeur du blanc > l'incertitude de mesure attachée au résultat : la présence d'une contamination est avérée, le laboratoire devra refaire le prélèvement et l'analyse du rejet considéré.

Blanc d'atmosphère

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

4 ANALYSES

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

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

- ⇒ Dans le cas des **alkylphénols**, il est demandé de rechercher **simultanément** les nonylphénols, les octylphénols ainsi que les deux premiers homologues d'éthoxylates² de nonylphénols (NP10E et NP20E) et les deux premiers homologues d'éthoxylates² d'octylphénols (OP10E et OP20E). La recherche des éthoxylates peut être effectuée sans surcoût conjointement à celle des nonylphénols et des octylphénols par l'utilisation du projet de norme ISO/DIS 18857-2³.

² Les éthoxylates de nonylphénols et d'octylphénols constituent à terme une source indirecte de nonylphénols et d'octylphénols dans l'environnement.

³ ISO/DIS 18857-2 : Qualité de l'eau – Dosage d'alkylphénols sélectionnés- Partie 2 : Détermination des alkylphénols, d'éthoxylates d'alkylphénol et bisphénol A – Méthode pour échantillons non filtrés en

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

Prise en compte des MES

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

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

utilisant l'extraction sur phase solide et chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse après dérivation. Disponible auprès de l'AFNOR, commission T 91M et qui sera publiée prioritairement en début 2009.

⁴ NF T 90-101 : Qualité de l'eau : Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO)

⁵ NF EN 872 : Qualité de l'eau : Dosage des matières en suspension Méthode par filtration sur filtre en fibres de verre

⁶ NF EN 1484 – Analyse des eaux : Lignes directrices pour le dosage du Carbone Organique Total et du Carbone Organique Dissous

⁷ NF T 90-105-2 : Qualité de l'eau : Dosage des matières en suspension Méthode par centrifugation

5 TRANSMISSION DES RESULTATS

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

Dans l'attente de l'utilisation généralisée de cet outil, c'est par le biais du site <http://rsde.ineris.fr> que l'annexe 5.4 (qui reprend les éléments demandés dans l'annexe 5.3) doit être transmise à l'INERIS par l'exploitant.

Les résultats d'analyses ainsi que les éléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances décrit à l'annexe 5.4 devront être adressés mensuellement par l'exploitant à l'inspection par courrier.

6 LISTE DES ANNEXES


Repère	Désignation	Nombre de pages
ANNEXE 5.1	SUBSTANCES A SURVEILLER	3
ANNEXE 5.2	LIMITES DE QUANTIFICATION A ATTEINDRE PAR SUBSTANCE	3
ANNEXE 5.3	INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE RESTITUTION AU FORMAT SANDRE	3
ANNEXE 5.4	LISTE DES PIECES A FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATAIRE DE L'EXPLOITANT	1


ANNEXE 5.1 : SUBSTANCES A SURVEILLER


Famille	Substances ¹	Code SANDRE ²	n°DCE ³	n°76/464 ⁴
Alkylphénols	Alkylphénols			
	OP1OE			
	OP2OE			
	Octylphénols	1920	25	
	OP1OE	demande en cours		
Anilines	OP2OE	demande en cours		
	2 chloroaniline	1593		17
	3 chloroaniline	1592		18
	4 chloroaniline	1591		19
	4-chloro-2 nitroaniline	1594		27
Autres	3,4 dichloroaniline	1586		52
	Biphényle	1584		11
	Epichlorhydrine	1494		78
	Tributylphosphate	1847		114
	Acide chloroacétique	1465		16
BDE	Tétrabromodiphényléther BDE 47	2919	5	
	Hexabromodiphényléther BDE 154	2911	5	
	Hexabromodiphényléther BDE 153	2912	5	
	Heptabromodiphényléther BDE 183	2910	5	
	Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815	5	
BTEX	Benzène	1114	4	7
	Éthylbenzène	1497		79
	Isopropylbenzène	1633		87
	Toluène	1278		112
	Xylènes (Somme o,m,p)	1780		129
Chlorobenzènes				
	1,2,3 trichlorobenzène	1630	31	117
	1,2,4 trichlorobenzène	1283	31	118
	1,3,5 trichlorobenzène	1629		117
	Chlorobenzène	1467		20
	1,2 dichlorobenzène	1165		53
	1,3 dichlorobenzène	1164		54
	1,4 dichlorobenzène	1166		55
	1,2,4,5 tétrachlorobenzène	1631		109
	1-chloro-2-nitrobenzène	1469		28
	1-chloro-3-nitrobenzène	1468		29
	1-chloro-4-nitrobenzène	1470		30
Chlorophénols	Pentachlorophénol	1235	27	102


Famille	Substances ¹	Code SANDRE ²	n°DCE ³	n°76/464 ⁴
	4-chloro-3-méthylphénol	1636		24
	2 chlorophénol	1471		33
	3 chlorophénol	1651		34
	4 chlorophénol	1650		35
	2,4 dichlorophénol	1486		64
	2,4,5 trichlorophénol	1548		122
	2,4,6 trichlorophénol	1549		122
COHV	Hexachloropentadiène	2612		
	1,2 dichloroéthane	1161	10	59
	Chlorure de méthylène	1168	11	62
	Chloroforme	1135	32	23
	Tétrachlorure de carbone	1276		13
	Chloroprène	2611		36
	3-chloroprène (chlorure d'allyle)	2065		37
	1,1 dichloroéthane	1160		58
	1,1 dichloroéthylène	1162		60
	1,2 dichloroéthylène	1163		61
	Hexachloroéthane	1656		86
	1,1,2,2 tétrachloroéthane	1271		110
	Tétrachloroéthylène	1272		111
	1,1,1 trichloroéthane	1284		119
	1,1,2 trichloroéthane	1285		120
	Trichloroéthylène	1286		121
	Chlorure de vinyle	1753		128
Chlorotoluènes	2-chlorotoluène	1602		38
	3-chlorotoluène	1601		39
	4-chlorotoluène	1600		40
HAP	Fluoranthène	1191	15	
	Naphtalène	1517	22	96
	Acénaphène	1453		
Métaux				
	Plomb et ses composés	1382	20	
	Nickel et ses composés	1386	23	
	Arsenic et ses composés	1369		4
	Zinc et ses composés	1383		133
	Cuivre et ses composés	1392		134
	Chrome et ses composés	1389		136
Nitro aromatiques	2-nitrotoluène	2613		
	Nitrobenzène	2614		
Organétains				
	Dibutylétain cation	1771		49,50,51
	Monobutylétain cation	2542		

Famille	Substances ¹	Code SANDRE ²	n° DCE ³	n° 76/464 ⁴
	Triphénylétain cation	<i>demande en cours</i>		125, 126, 127
<i>PCB</i>	PCB 28	1239		101
	PCB 52	1241		
	PCB 101	1242		
	PCB 118	1243		
	PCB 138	1244		
	PCB 153	1245		
	PCB 180	1246		
<i>Pesticides</i>	Trifluraline	1289	33	
	Alachlore	1101	1	
	Atrazine	1107	3	
	Chlorfenvinphos	1464	8	
	Chlorpyrifos	1083	9	
	Diuron	1177	13	
	Isoproturon	1208	19	
	Simazine	1263	29	
<i>Paramètres de suivi</i>	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841		
	Matières en Suspension	1305		

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

 Substances Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE (tableau A de la circulaire du 07/05/07)

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

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

 Autres paramètres

¹ : Les groupes de substances sont indiqués en italique.

² : Code Sandre de la substance : <http://sandre.eaufrance.fr/app/References/client.php>

³ : Correspondance avec la numérotation utilisée à l'annexe X de la DCE (Directive 2000/60/CE).

⁴ : N°UE : le nombre mentionné correspond au classement par ordre alphabétique issu de la communication de la Commission européenne au Conseil du 22 juin 1982

ANNEXE 5.2 : LIMITES DE QUANTIFICATION A ATTEINDRE

Famille	Substances	Code SANDRE ¹	LQ ² à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l Eaux Résiduaires
Alkylphénols			
	Octylphénols	1920	0.1
	OP10E	demande en cours	0.1*
	OP20E	demande en cours	0.1*
Anilines	2 chloroaniline	1593	0.1
	3 chloroaniline	1592	0.1
	4 chloroaniline	1591	0.1
	4-chloro-2 nitroaniline	1594	0.1
	3,4 dichloroaniline	1586	0.1
Autres			
	Biphényle	1584	0.05
	Epichlorhydrine	1494	0.5
	Tributylphosphate	1847	0.1
	Acide chloroacétique	1465	25
BDE	Tétrabromodiphényléther BDE 47	2919	La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ équivalente dans l'eau de 0,05 µg/l pour chaque BDE.
	Hexabromodiphényléther BDE 154	2911	
	Hexabromodiphényléther BDE 153	2912	
	Heptabromodiphényléther BDE 183	2910	
	Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815	
BTEX	Benzène	1114	1
	Ethylbenzène	1497	1
	Isopropylbenzène	1633	1
	Toluène	1278	1
	Xylènes (Somme o,m,p)	1780	2
Chlorobenzènes			
	1,2,3 trichlorobenzène	1630	1
	1,2,4 trichlorobenzène	1283	1
	1,3,5 trichlorobenzène	1629	1
	Chlorobenzène	1467	1
	1,2 dichlorobenzène	1165	1
	1,3 dichlorobenzène	1164	1
	1,4 dichlorobenzène	1166	1
	1,2,4,5 tétrachlorobenzène	1631	0.05

Famille	Substances	Code SANDRE ¹	LQ ² à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l Eaux Résiduales
	1-chloro-2-nitrobenzène	1469	0.1
	1-chloro-3-nitrobenzène	1468	0.1
	1-chloro-4-nitrobenzène	1470	0.1
Chlorophénols	Pentachlorophénol	1235	0.1
	4-chloro-3-méthylphénol	1636	0.1
	2 chlorophénol	1471	0.1
	3 chlorophénol	1651	0.1
	4 chlorophénol	1650	0.1
	2,4 dichlorophénol	1486	0.1
	2,4,5 trichlorophénol	1548	0.1
	2,4,6 trichlorophénol	1549	0.1
COHV	Hexachloropentadiène	2612	0.1
	1,2 dichloroéthane	1161	2
	Chlorure de méthylène	1168	5
	Chloroforme	1135	1
	Tétrachlorure de carbone	1276	0.5
	Chloroprène	2611	1
	3-chloroprène (chlorure d'allyle)	2065	1
	1,1 dichloroéthane	1160	5
	1,1 dichloroéthylène	1162	2.5
	1,2 dichloroéthylène	1163	5
	Hexachloroéthane	1656	1
	1,1,2,2 tétrachloroéthane	1271	1
	Tétrachloroéthylène	1272	0.5
	1,1,1 trichloroéthane	1284	0.5
	1,1,2 trichloroéthane	1285	1
	Trichloroéthylène	1286	0.5
	Chlorure de vinyle	1753	5
HAP	Fluoranthène	1191	0.01
	Naphtalène	1517	0.05
	Acénaphène	1453	0.01
Métaux	Plomb et ses composés	1382	5
	Nickel et ses composés	1386	10
	Arsenic et ses composés	1369	5
	Zinc et ses composés	1383	10
	Cuivre et ses composés	1392	5
Organoétains	Chrome et ses composés	1389	5

Famille	Substances	Code SANDRE ¹	LQ ² à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l Eaux Résiduaires
	Dibutylétain cation	1771	0.02
	Monobutylétain cation	2542	0.02
	Triphénylétain cation	demande en cours	0.02
PCB	PCB 28	1239	0.01
	PCB 52	1241	0.01
	PCB 101	1242	0.01
	PCB 118	1243	0.01
	PCB 138	1244	0.01
	PCB 153	1245	0.01
	PCB 180	1246	0.01
Pesticides	Trifluraline	1289	0.05
	Alachlore	1101	0.02
	Atrazine	1107	0.03
	Chlorfenvinphos	1464	0.05
	Chlorpyrifos	1083	0.05
	Diuron	1177	0.05
	Isoproturon	1208	0.05
	Simazine	1263	0.03
Paramètres de suivi	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841	30000 300
	Matières en Suspension	1305	2000

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

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

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

ANNEXE 5.3 : INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE RESTITUTION AU FORMAT SANDRE

POUR CHAQUE PRELEVEMENT : INFORMATIONS DEMANDEES		
Critère SANDRE	Valeurs possibles	Exemples de restitution
IDENTIFICATION DE L'ORGANISME DE PRELEVEMENT	Imposé	Code Sandre du prestataire de prélèvement Code exploitant
IDENTIFICATION DE L'ECHANTILLON	Texte	Champ libre permettant d'identifier l'échantillon. Référence donnée par le laboratoire
TYPE DE PRELEVEMENT	Liste déroulante	- Asservi au débit - Proportionnel au temps - Prélèvement ponctuel
PERIODE DE PRELEVEMENT DATE DEBUT	Date	Date de début Format JJ/MM/AAAA
DUREE DE PRELEVEMENT	Nombre	Durée en Nombre d'heures
REFERENTIEL DE PRELEVEMENT	Texte	Champ destiné à recevoir la référence à la norme de prélèvement
DATE DERNIER CONTROLE METROLOGIQUE DU DEBITMETRE	Date	Renseigne la date du dernier contrôle métrologique valide du débitmètre
NOMBRE D'ECHANTILLON	Nombre entier	Nombre de prélèvements pour constituer l'échantillon moyen (valeur par défaut 1)
BLANC SYSTEME PRELEVEMENT		Oui, Non
BLANC ATMOSPHERE		Oui, Non
DATE DE PRISE EN CHARGE PAR LE LABORATOIRE	Date	Date d'arrivée au laboratoire Format JJ/MM/AAAA
IDENTIFICATION LABORATOIRE PRINCIPAL ANALYSE		Code Sandre Laboratoire
TEMPERATURE DE L'ENCEINTE (ARRIVEE AU LABORATOIRE)	Nombre décimal 1 chiffre significatif	Température (unité °C)

POUR CHAQUE PARAMETRE ET POUR CHAQUE FRACTION ANALYSEE : INFORMATIONS DEMANDEES		
Critère SANDRE	Valeurs possibles	Exemples de restitution
CODE SANDRE PARAMETRE	Imposé	
DATE DE DEBUT D'ANALYSE PAR LE LABORATOIRE	Date	Date de début d'analyse par le laboratoire Format JJ/MM/AAAA
NOM PARAMETRE	Imposé	Nom sandre
REFERENTIEL	Imposé	Analyse réalisée sous accréditation Analyse réalisée hors accréditation
NUMERO DOSSIER ACCREDITATION		Numéro d'accréditation De type N° X-XXXX
FRACTION ANALYSEE	Imposé	3 : Phase aqueuse de l'eau 23 : Eau brute 41 : MES brutes
METHODE DE PREPARATION	L / L SPE SBSE SPE disk. L / S (MES) ASE (MES) SOXHLET (MES) Minéralisation Eau régale Minéralisation Acide nitrique Minéralisation autre	
TECHNIQUE DE DETECTION	FID TCD ECD GC/MS LC/MS GC/MS/MS GC/LRMS GC/LRMS/MS LC/MS/MS GC/HRMS GC/HRMS/MS FAAS ZAAS ICP/OES ICP/MS HPLC-DAD HPLC FLUO HPLC UV	
METHODE D'ANALYSE (norme ou à défaut le type de méthode)	texte	

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

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

ANNEXE 5.4 : LISTE DES PIECES A FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATAIRE A L'EXPLOITANT

Justificatifs à produire

1. **Justificatifs** d'accréditations sur les opérations de prélèvements (si disponible) et d'analyse de substances dans la matrice « eaux résiduaires » comprenant a minima :
 - ✓ Numéro d'accréditation
 - ✓ Extrait de l'annexe technique sur les substances concernées
2. Liste de références en matière d'opérations de prélèvements de substances dangereuses dans les rejets industriels
3. Tableau des performances et d'assurance qualité à renseigner obligatoirement : les critères de choix pour l'exploitant pour la sélection d'un laboratoire prestataire sont repris dans ce tableau : substance accréditée ou non, et limite de quantification qui doivent être inférieures ou égales aux LQ de l'annexe 5.2.
4. Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions de l'annexe technique (modèle joint).

