

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

Etablissement : DISTRIBUTION CASINO FRANCE à VILLEFRANCHE SUR SAONE

Substance	Code SANDRE	Catégorie de Substance	Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : LQ en µg/l <i>(source : annexe 5.2 de la circulaire du 05/01/2009)</i>	Valeurs à prendre en compte au titre de l'art.3.3 point 3.1 de l'AP : 10*NQE-MA ou 10*NQEp en µg/l
Chloroforme	1135	2	1	25
Acide chloroacétique *	1465	4	25	5,8
Trichloroéthylène *	1286	3	0,5	100
Tétrachlorure de carbone *	1276	3	0,5	120
Fluoranthène *	1191	2	0,01	1
Naphtalène *	1517	2	0,05	24
Nonylphénols *	1957	1	0,1	3
NP1OE *	6366	1	0,1	3
NP2OE *	6369	1	0,1	3
Octylphénols *	1920	2	0,1	1
OP1OE *	6370	2	0,1	1
OP2OE *	6371	2	0,1	1
Cadmium et ses composés ¹ *	1388	1	2	Classe 1 = ≤ 0.8 Classe 2 = 0.8 Classe 3 = 0.9 Classe 4 = 1.5 Classe 5 = 2.5
Chrome et ses composés *	1389	4	5	Fonction du bruit de fond
Cuivre et ses composés	1392	4	5	Fonction du bruit de fond
Mercure et ses composés *	1387	1	0,5	0.5
Nickel et ses composés	1386	2	10	200
Plomb et ses composés *	1382	2	5	72
Zinc et ses composés	1383	4	10	Fonction du bruit de fond
Tributylétain cation *	2879	1	0,02	0,002
Dibutylétain cation *	1771	4	0,02	
Monobutylétain cation *	2542	4	0,02	

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

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

Paramètres de suivi	Code SANDRE	Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : LQ en µg/l
Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841	30000 300
Matières en Suspension	1305	2000

Catégorie de Substance

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

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

NOTA 2 : Dans le cas des alkylphénols, il est demandé de rechercher simultanément les nonylphénols, les octylphénols ainsi que les deux premiers homologues d'éthoxylates de nonylphénols (NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates d'octylphénols (OP1OE et OP2OE). **La recherche des éthoxylates peut être effectuée sans surcoût** conjointement à celle des nonylphénols et des octylphénols par l'utilisation du projet de norme ISO/DIS 18857-23. Les éthoxylates de nonylphénols et d'octylphénols constituent à terme une source indirecte de nonylphénols et d'octylphénols dans l'environnement

VU POUR ETRE ANNEXÉ A L'ARRÊTÉ
PRÉFECTORAL DU 13 JAN. 2012

LE PRÉFET,

Pour le Préfet
la Secrétaire Générale
Josiane CREVALIER

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

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

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)	LQ à atteindre en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
Alkylphénols	Nonylphénols	1957			0,1
	NP1OE	6366			0,1*
	NP2OE	6369			0,1*
	Octylphénols	1920			0,1
	OP1OE	6370			0,1*
	OP2OE	6371			0,1*
Anilines	2 chloroaniline	1593			0,1
	3 chloroaniline	1592			0,1
	4 chloroaniline	1591			0,1
	4-chloro-2 nitroaniline	1594			0,1
	3,4 dichloroaniline	1586			0,1
Autres	<i>Chloroalcanes C₁₀-C₁₃</i>	1955			10
	Biphényle	1584			0,05
	Epichlorhydrine	1494			0,5
	Tributylphosphate	1847			0,1
	Acide chloroacétique	1465			25
BDE	Tétabromodiphényléther BDE 47	2919			La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ dans l'eau de 0,05µg/l pour chaque BDE.
	Pentabromodiphényléther (BDE 99)	2916			
	Pentabromodiphényléther (BDE 100)	2915			
	Hexabromodiphényléther BDE 154	2911			
	Hexabromodiphényléther BDE 153	2912			
	Heptabromodiphényléther BDE 183	2910			
	Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815			
BTEX	Benzène	1114			1
	Ethylbenzène	1497			1
	Isopropylbenzène	1633			1
	Toluène	1278			1
	Xylènes (Somme o,m,p)	1780			2
Chloro- benzènes	Hexachlorobenzène	1199			0,01
	Pentachlorobenzène	1888			0,02
	1,2,3 trichlorobenzène	1630			1
	1,2,4 trichlorobenzène	1283			1
	1,3,5 trichlorobenzène	1629			1
	Chlorobenzène	1467			1

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)	LQ à atteindre en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)	
	1,2 dichlorobenzène	1165			1	
	1,3 dichlorobenzène	1164			1	
	1,4 dichlorobenzène	1166			1	
	1,2,4,5 tétrachlorobenzène	1631			0,05	
	1-chloro-2-nitrobenzène	1469			0,1	
	1-chloro-3-nitrobenzène	1468			0,1	
	1-chloro-4-nitrobenzène	1470			0,1	
Chlorophénols	Pentachlorophénol	1235			0,1	
	4-chloro-3-méthylphénol	1636			0,1	
	2 chlorophénol	1471			0,1	
	3 chlorophénol	1651			0,1	
	4 chlorophénol	1650			0,1	
	2,4 dichlorophénol	1486			0,1	
	2,4,5 trichlorophénol	1548			0,1	
	2,4,6 trichlorophénol	1549			0,1	
COHV	Hexachloropentadiène	2612			0,1	
	1,2 dichloroéthane	1161			2	
	Chlorure de méthylène	1168			5	
	Hexachlorobutadiène	1652			0,5	
	Chloroforme	1135			1	
	Tétrachlorure de carbone	1276			0,5	
	Chloroprène	2611			1	
	3-chloroprène (chlorure d'allyle)	2065			1	
	1,1 dichloroéthane	1160			5	
	1,1 dichloroéthylène	1162			2,5	
	1,2 dichloroéthylène	1163			5	
	Hexachloroéthane	1656			1	
	1,1,2,2 tétrachloroéthane	1271			1	
	Tétrachloroéthylène	1272			0,5	
	1,1,1 trichloroéthane	1284			0,5	
	1,1,2 trichloroéthane	1285			1	
	Trichloroéthylène	1286			0,5	
	Chlorure de vinyle	1753			5	
	Chlorotoluènes	2-chlorotoluène	1602			1
		3-chlorotoluène	1601			1
4-chlorotoluène		1600			1	
HAP	Anthracène	1458			0,01	
	Fluoranthène	1191			0,01	
	Naphtalène	1517			0,05	
	Acénaphène	1453			0,01	
	Benzo (a) Pyrène	1115			0,01	
	Benzo (k) Fluoranthène	1117			0,01	
	Benzo (b) Fluoranthène	1116			0,01	

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée ¹ oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)	LQ à atteindre en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
	Benzo (g,h,i) Pérylène	1118			0,01
	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	1204			0,01
Métaux	Cadmium et ses composés	1388			2
	Plomb et ses composés	1382			5
	Mercure et ses composés	1387			0,5
	Nickel et ses composés	1386			10
	Arsenic et ses composés	1369			5
	Zinc et ses composés	1383			10
	Cuivre et ses composés	1392			5
	Chrome et ses composés	1389			5
Nitro aromatiques	2-nitrotoluène	2613			0,2
	Nitrobenzène	2614			0,2
Organoétains	Tributylétain cation	2879			0,02
	Dibutylétain cation	1771			0,02
	Monobutylétain cation	2542			0,02
	Triphénylétain cation	6372			0,02
PCB	PCB 28	1239			0,01
	PCB 52	1241			0,01
	PCB 101	1242			0,01
	PCB 118	1243			0,01
	PCB 138	1244			0,01
	PCB 153	1245			0,01
	PCB 180	1246			0,01
Pesticides	Trifluraline	1289			0,05
	Alachlore	1101			0,02
	Atrazine	1107			0,03
	Chlorfenvinphos	1464			0,05
	Chlorpyrifos	1083			0,05
	Diuron	1177			0,05
	alpha Endosulfan	1178			0,02
	béta Endosulfan	1179			0,02
	Hexachlorocyclohexane	1200, 1201 ,1202			0,02
	gamma isomère Lindane	1203			0,02
	Isoproturon	1208			0,05
	Simazine	1263			0,03
Paramètres de suivi	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841			30000 300
	Matières en Suspension	1305			2000

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

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

VU POUR ÊTRE ANNEXÉ A L'ARRÊTÉ
PRÉFECTORAL DU 13 JAN. 2012

Pour le Préfet,
LE PRÉFET, Préfète Générale

Josiane CHEVALIER

3

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

Je soussigné(e)

(Nom, qualité)

Coordonnées de l'entreprise :

.....

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

.....
.....

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

A :

Le :

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

Signature :

Cachet de la société :

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

VU POUR ETRE ANNEXÉ A L'ARRÊTÉ
PRÉFECTORAL DU 13 JAN. 2012

LE PRÉFET,

Pour le Préfet,
la Secrétaire

Josiane CHEVALIER

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 5 :

Prescriptions techniques applicables aux
opérations de prélèvements et d'analyses

SOMMAIRE

1 INTRODUCTION	3
2 PRESCRIPTIONS GENERALES	3
3 OPERATIONS DE PRELEVEMENT	3
3.1 OPERATEURS DU PRELEVEMENT	4
3.2 CONDITIONS GENERALES DU PRELEVEMENT	4
3.3 MESURE DE DEBIT EN CONTINU	4
3.4 PRELEVEMENT CONTINU SUR 24 HEURES A TEMPERATURE CONTROLEE.....	5
3.5 ECHANTILLON	6
3.6 BLANCS DE PRELEVEMENT	6
4 ANALYSES	7
5 TRANSMISSION DES RESULTATS	8
6 LISTE DES ANNEXES.....	9

VU POUR ETRE ANNEXÉ A L'ARRÊTÉ
PRÉFECTORAL DU 13 JAN. 2012

LE PRÉFET.

Pour le Préfet,
la Secrétaire Générale
Josiane LER

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 opérateurs du prelevement

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

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

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

3.2 Conditions générales du prelevement

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

3.3 Mesure de débit en continu

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

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.

- ↳ Le contrôle métrologique aura lieu avant le démarrage de la première campagne de mesures, ou à l'occasion de la première mesure, avant d'être renouvelé à un rythme annuel.

3.4 Prélèvement continu sur 24 heures à température contrôlée

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

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

3.5 Blancs de prélèvement

Blanc du système de prélèvement :

Le blanc de système de prélèvement est destiné à vérifier l'absence de contamination liée aux matériaux (flacons, tuyaux) utilisés ou de contamination croisée entre prélèvements successifs. Il appartient au préleveur de mettre en œuvre les dispositions permettant de démontrer l'absence de contamination. La

transmission des résultats vaut validation et l'exploitant sera donc réputé émetteur de toutes les substances retrouvées dans son rejet, aux teneurs correspondantes. Il lui appartiendra donc de contrôler cette absence de contamination avant transmission des résultats.

- ↳ Si un blanc du système de prélèvement est réalisé, il est recommandé de suivre les prescriptions suivantes :
- il devra être fait obligatoirement sur une **durée de 3 heures minimum**. Il pourra être réalisé en laboratoire en faisant circuler de l'eau exempte de micropolluants dans le système de prélèvement.

↳ Les critères d'acceptation et de prise en compte du blanc seront les suivants :

- si valeur du blanc $< LQ$: ne pas soustraire les résultats du blanc du système de prélèvement des résultats de l'effluent
- si valeur du blanc $\geq LQ$ et inférieure à l'incertitude de mesure attachée au résultat : ne pas soustraire les résultats du blanc du système de prélèvement des résultats de l'effluent
 - si valeur du blanc $>$ l'incertitude de mesure attachée au résultat : la présence d'une contamination est avérée, le laboratoire devra refaire le prélèvement et l'analyse du rejet considéré.

Blanc d'atmosphère

↳ La réalisation d'un blanc d'atmosphère permet au laboratoire d'analyse de s'assurer de la fiabilité des résultats obtenus concernant les composés volatils ou susceptibles d'être dispersés dans l'air et pourra fournir des données explicatives à l'exploitant.

↳ Le blanc d'atmosphère peut être réalisé à la demande de l'exploitant en cas de suspicion de présence de substances volatiles (BTEX, COV, Chlorobenzène, mercure...) sur le site de prélèvement.

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

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

4 ANALYSES

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

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

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

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

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

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

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

³ ISO/DIS 18857-2 : Qualité de l'eau – Dosage d'alkylphénols sélectionnés- Partie 2 : Détermination des alkylphénols, d'éthoxylates d'alkylphénol et bisphénol A – Méthode pour échantillons non filtrés en utilisant l'extraction sur phase solide et chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse après dérivation. Disponible auprès de l'AFNOR, commission T 91M et qui sera publiée prioritairement en début 2009.

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

- La restitution pour chaque effluent chargé (MES \geq 250 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.

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 4 doit être transmise à l'INERIS par l'exploitant.

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

Liste des annexes

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

ANNEXE 5.1 :

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

POUR CHAQUE PRELEVEMENT : INFORMATIONS DEMANDEES		
Critère SANDRE	Valeurs possibles	Exemples de restitution
IDENTIFICATION DE L'ORGANISME PRELEVEMENT DE DE	Imposé	Code Sandre du prestataire de prélèvement Code exploitant
IDENTIFICATION DE L'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_DE BUT	Date	Date de début Format JJ/MM/AAAA
DUREE DE PRELEVEMENT	Nombre	Durée en Nombre d'heures
REFERENTIEL DE PRELEVEMENT DE	Texte	Champ destiné à recevoir la référence à la norme de prélèvement
DATE DERNIER CONTROLE METROLOGIQUE DU DEBITMETRE DU	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) DE	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	<i>Analyse réalisée sous accréditation</i> <i>Analyse réalisée hors accréditation</i>
NUMERO DOSSIER ACCREDITATION		Numéro d'accréditation De type N° X-XXXX
FRACTION ANALYSEE	Imposé	3 : Phase aqueuse de l'eau 23 : Eau brute 41 : MES brutes
METHODE DE PREPARATION	L / L SPE SBSE SPE disk. L / S (MES) ASE (MES) SOXHLET (MES) Minéralisation Eau régale Minéralisation Acide nitrique Minéralisation autre	
TECHNIQUE DE DETECTION	FID TCD ECD GC/MS LC/MS GC/MS/MS GC/LRMS GC/LRMS/MS LC/MS/MS GC/HRMS GC/HRMS/MS FAAS ZAAS ICP/OES ICP/MS HPLC-DAD HPLC FLUO HPLC UV	
METHODE D'ANALYSE (norme ou à défaut le type de méthode)	texte	

POUR CHAQUE PARAMETRE ET POUR CHAQUE FRACTION ANALYSEE : INFORMATIONS DEMANDEES			
Critère SANDRE		Valeurs possibles	Exemples de restitution
LIMITE DE QUANTIFICATION	Valeur	Libre (numérique)	<i>Libre (numérique)</i>
	Unité	Imposé	<i>EAU BRUTE : µg/l PHASE AQUEUSE : µg/l MES (PHASE PARTICULAIRE) : µg/kg sauf MES, DCO ou COT (unité en mg/l)</i>
	Incertitude avec facteur d'élargissement (k=2)	Libre (numérique)	<i>Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15</i>
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	<i>EAU BRUTE : µg/l PHASE AQUEUSE : µg/l MES (PHASE PARTICULAIRE) : µg/kg</i>
	Incertitude avec facteur d'élargissement (k=2)	Libre (numérique)	<i>Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15</i>
CODE REMARQUE DE L'ANALYSE		Imposé	<i>Code 0 : Analyse non faite Code 1 : Résultat ≥ limite de quantification Code 10 : Résultat < limite de quantification</i>
CONFIRMATION DU RESULTAT		Imposé	<i>Code 0 : NON CONFIRME (analyse unique) Code 1 : CONFIRME (analyse dupliquée, confirmation par SM)</i>
COMMENTAIRES		Libre	<i>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....</i>

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

ANNEXE 5.2

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

Justificatifs à produire

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

