

PRÉFET DES LANDES

Direction de la réglementation et des  
Libertés publiques  
bureau des élections, de la réglementation et des  
installations classées pour la protection de  
l'environnement  
Dossier suivi par B. LABAT  
Téléphone : 05.58.06.59 15  
PR/DRLP/1<sup>er</sup> B/2014/n° 159

*du 25 mars 2014*

**Arrêté préfectoral fixant des prescriptions complémentaires  
*Rejets de substances dangereuses dans le milieu aquatique.  
Surveillance pérenne, programme d'actions et étude technico-économique.***

**SIETOM DE CHALOSSE à CAUPENNE**

Le Préfet des Landes,  
Chevalier de la Légion d'honneur  
Officier de l'ordre national du Mérite

- VU la directive 2008/105/CE du 24 décembre 2008 établissant des normes de qualité environnementale dans le domaine de l'eau ;
- VU la directive 2006/11/CE concernant la pollution causée par certaines substances dangereuses déversées dans le milieu aquatique de la Communauté ;
- VU la directive 2000/60/CE du 23 octobre 2000 établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau (DCE) ;
- VU le Titre I du Livre V du code de l'environnement, relatif aux installations classées pour la protection de l'environnement, notamment son article R.512-31 ;
- VU la nomenclature des installations classées annexée à l'article R.511-9 du code de l'environnement ;
- VU le décret n°2005-378 du 20 avril 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- VU l'arrêté ministériel du 9 septembre 1997 modifié relatif aux installations de stockage de déchets non dangereux ;
- VU l'arrêté ministériel du 22 avril 2008 fixant les règles techniques auxquelles doivent satisfaire les installations de compostage ou de stabilisation biologique aérobie soumises à autorisation en application du titre Ier du livre V du code de l'environnement ;
- 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 l'arrêté ministériel du 20 avril 2005 modifié pris en application du décret du 20 avril 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- VU l'arrêté ministériel du 30 juin 2005 modifié relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;

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

VU l'arrêté ministériel du 25 janvier 2010 modifié relatif aux méthodes et critères d'évaluation de l'état écologique, de l'état chimique et du potentiel écologique des eaux de surface pris en application des articles R.212-10, R.212-11 et R.212-18 du code de l'environnement ;

VU l'arrêté ministériel du 12 janvier 2010 modifié relatif aux méthodes et aux critères à mettre en œuvre pour délimiter et classer les masses d'eau et dresser l'état des lieux prévu à l'article R.212-3 du code de l'environnement ;

VU l'arrêté ministériel du 26 juillet 2010 approuvant le schéma national des données sur l'eau ;

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

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

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

Vu les notes ministérielles DGPR des 23 mars 2010 et 27 avril 2011 ([www.ineris.fr/gesdoc/aida/file/doc\\_7290\\_1.pdf](http://www.ineris.fr/gesdoc/aida/file/doc_7290_1.pdf)) ;

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

VU l'arrêté préfectoral d'autorisation n° 2010/6 du 11 janvier 2010 autorisant le SIETOM DE CHALOSSE à exploiter une installation modifiée (nouvelle usine de compostage) dans son établissement de Caupenne, ainsi que les arrêtés préfectoraux précédents ;

VU l'arrêté préfectoral complémentaire du 22 février 2011 prescrivant la surveillance RSDE initiale ;

VU les résultats de la campagne 'surveillance RSDE initiale', sur prélèvements réalisés du 23 mai 2011 au 4 février 2013 sur les rejets liquides de l'établissement du SIETOM DE CHALOSSE en application de l'arrêté préfectoral du 22 février 2011 susvisé, joints à la lettre SIETOM du 7 mai 2013 ;

VU le courrier de la DREAL du 12 novembre 2013 qui a consulté le SIETOM sur le projet d'arrêté préfectoral ;

VU le courrier du SIETOM DE CHALOSSE du 13 décembre 2013 transmis en réponse ;

VU le rapport de l'inspection des installations classées du 13 janvier 2014 ;

VU l'avis formulé par le CODERST lors de sa réunion du 03 mars 2014 ;

**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 puis de déclarer les niveaux d'émission de ces substances dangereuses 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 rejette dans la masse d'eau « Ruisseau de Larrissaou » (code sandre : FRFR278\_\_2), dont l'état chimique est mauvais ;

**Sur proposition** de Madame la Secrétaire Générale de la Préfecture des Landes,

## ARRETE

### Article 1 - Objet

Le SIETOM DE CHALOSSE, dont le siège social est 815 route des Partenses à Caupenne (40250) doit respecter, pour l'exploitation des installations classées de son établissement situé à la même adresse, les modalités du présent arrêté, qui vise à fixer les modalités de surveillance et de déclaration des rejets de substances dangereuses identifiées par la surveillance RSDE initiale.

**Le présent arrêté demande au SIETOM DE CHALOSSE de réaliser une surveillance pérenne et un programme d'actions et/ou une étude technico-économique présentant les possibilités d'actions de réduction des rejets des substances pour lesquelles la phase de surveillance RSDE initiale a démontré que les seuils décrits dans la note DGPR du 27 avril 2011 susvisée étaient dépassés.**

Les prescriptions de l'arrêté préfectoral du 22 février 2011 susvisé sont abrogées et remplacées par celles du présent arrêté.

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

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

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 Résiduaires », pour chaque substance à analyser.

Dans le cas où l'exploitant souhaite réaliser lui-même le prélèvement des échantillons, celui-ci doit fournir à l'inspection avant le début des opérations de 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 1 du présent arrêté préfectoral et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

Les mesures de surveillance des rejets aqueux imposées à l'exploitant par arrêté préfectoral peuvent se substituer à certaines mesures mentionnées à l'article 3 du présent arrêté, sous réserve que la fréquence de mesures imposée à l'article 3 soit respectée et que les modalités de prélèvement et d'analyses pour les mesures de surveillance déjà imposées répondent aux exigences de l'annexe 1 du présent arrêté préfectoral complémentaire, notamment sur les limites de quantification.

### Article 3 - Mise en œuvre de la surveillance pérenne

L'exploitant met en œuvre, sous 3 mois à compter de la notification du présent arrêté, le programme de surveillance suivant, au point de rejet des effluents liquides industriels de son établissement (*rejet qui comporte le rejet des lixiviats traités*) :

<b>Périodicité</b>	<b>Durée de chaque prélèvement</b>	<b>Substance (code SANDRE)</b>	<b>Limite de quantification * (en µg/l)</b>
1 mesure par trimestre	24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation	Nonylphénols (6598)	0,1
		Arsenic (1369)	5
		Chrome (1389)	5
		Zinc (1383)	10

\* limite de quantification à atteindre par le laboratoire. Source : annexe 1.2 du présent arrêté.

Au cours de cette surveillance pérenne, l'analyse au rejet de certaines substances pourra être abandonnée, après accord de l'inspection des installations classées, si au moins l'une des deux conditions suivantes est vérifiée :

1. La concentration moyenne (obtenue en effectuant la moyenne arithmétique pondérée par les débits des mesures effectuées) sur 4 analyses consécutives de la surveillance pérenne est inférieure à la limite de quantification LQ définie dans le tableau ci-dessus ;
2. Le flux journalier moyen calculé à partir de 4 analyses consécutives de la surveillance pérenne, est strictement inférieur à la valeur figurant dans la colonne A du tableau de l'annexe 2 à la note DGPR du 27 avril 2011. En cas de masse importée d'une substance par les eaux amonts (le milieu prélevé devant être strictement le même que le milieu récepteur), c'est le flux moyen journalier 'net' (flux moyen journalier moins le flux importé) qui devra être strictement inférieur à la valeur figurant dans la colonne A du tableau de l'annexe 2 à la note du 27 avril 2011.

Cependant pour les rejets non raccordés à une station d'épuration externe, le critère 2 visé ci-dessus ne pourra s'appliquer si la quantité rejetée de la substance concernée est à l'origine d'un impact local. Les arguments permettant de conclure à un impact local du rejet sont les suivants :

- la concentration moyenne pour la substance est supérieure à 10 x NQE (NQE étant la norme de qualité environnementale réglementaire figurant dans l'arrêté ministériel du 25 janvier 2010 modifié) ;
- le flux journalier moyen émis est supérieur à 10 % du flux journalier théorique admissible par le milieu récepteur (le flux journalier admissible étant considéré comme le produit du débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale sèche (QMNA<sub>s</sub>) et de la NQE) ;
- la contamination du milieu récepteur par la substance est avérée (substance déclassant la masse d'eau ; substance affichée comme paramètre responsable d'un risque de non atteinte du bon état des eaux ; mesures de la concentration de la substance dans le milieu récepteur très proche voire dépassant la NQE).

Par ailleurs, si une substance n'a pas été prélevée ou analysée conformément aux conditions fixées à l'annexe 1 du présent arrêté et que la mesure est qualifiée d'« Incorrecte - réhibitoire » par l'administration, cette mesure ne pourra pas être prise en compte dans les critères d'abandons visés ci-dessus.

#### Article 4 - Programme d'actions

L'exploitant fournira au Préfet, dans les 6 mois à compter de la notification du présent arrêté, un programme d'actions dont la trame est définie à l'annexe 2 du présent arrêté. Les substances concernées par ce programme sont :

<i>Substance (code SANDRE)</i>
Nonylphénols (6598)
Arsenic (1369)
Chrome (1389)
Zinc (1383)

Les substances visées dans le tableau ci-dessus dont aucune possibilité de réduction accompagnée d'un échéancier de mise en œuvre précis n'aura pu être présentée dans le programme d'actions devront faire l'objet de l'étude technico-économique prévue à l'article 5.

#### Article 5 - Étude technico-économique

L'exploitant devra engager une étude technico-économique, faisant référence à l'état de l'art en la matière, accompagnée d'un échéancier de réalisation pouvant s'échelonner jusqu'en 2021, sur les substances visées par le programme d'actions mentionné à l'article 4 mais n'ayant pas fait l'objet d'une proposition de

réduction. Les actions de réduction ou de suppression proposées dans l'étude technico-économique devront tenir compte des objectifs suivants :

1. pour les substances dangereuses prioritaires figurant à l'annexe X de la directive 2000/60/CE susvisée : possibilités de réduction à l'échéance 2015 et de suppression à l'échéance 2021 (2028, pour anthracène et endosulfan) ;
2. pour les substances prioritaires figurant à l'annexe X de la directive 2000/60/CE susvisée et pour les substances pertinentes de la liste I de l'annexe I de la directive 2006/11/CE ne figurant pas à l'annexe X de la directive 2000/60/CE susvisée (DCE) : possibilités de réduction à l'échéance 2015 ;
3. pour les substances pertinentes de la liste II de l'annexe I de la directive 2006/11/CE, lorsqu'elles sont émises avec un flux supérieur à 20 % du flux admissible dans le milieu : possibilités de réduction à l'échéance 2015 ;
4. pour les substances pertinentes figurant à la liste II de l'annexe I de la directive 2006/11/CE, émises avec un flux inférieur à 20 % du flux admissible dans le milieu mais pour lesquelles la norme de qualité environnementale n'est pas respectée : possibilités de réduction à l'échéance 2015.

Cette étude devra mettre en exergue les substances dangereuses dont la présence dans les rejets doit conduire à les supprimer, à les substituer ou à les réduire, à partir d'un examen approfondi s'appuyant notamment sur les éléments suivants :

- les résultats de la surveillance précitée ;
- l'identification des produits, des procédés, des opérations ou des pratiques à l'origine de l'émission des substances dangereuses au sein de l'établissement ;
- un état des perspectives d'évolution de l'activité (process, niveau de production ...) pouvant impacter dans le temps qualitativement ou quantitativement le rejet de substances dangereuses ;
- la définition des actions permettant de réduire ou de supprimer l'usage ou le rejet de ces substances.

Sur ce point, l'exploitant devra faire apparaître explicitement les mesures concernant le nonylphénol (substance dangereuse prioritaire au titre de la DCE) et celles liées aux autres substances. Les actions mises en œuvre et/ou envisagées devront répondre aux enjeux vis à vis du milieu, notamment par une comparaison, pour chaque substance concernée, des flux rejetés et des flux admissibles dans le milieu. Ce plan d'actions sera assorti d'une proposition d'échéancier de réalisation.

Pour chacune des substances devant être réduite ou supprimée dans le rejet, l'étude devra faire apparaître l'estimation chiffrée pour chaque substance concernée, du rejet évité par rapport au rejet annuel moyen de l'installation (en valeur absolue en kg/an et en valeur relative en %).

Cette étude devra être transmise au Préfet, dans les 18 mois à compter de la notification du présent arrêté, en respectant la trame fournie à l'annexe 3 du présent arrêté.

## **Article 6 - Suppression des substances dangereuses**

Afin de respecter l'échéance 2021 de la directive 2000/60/CE susvisée visant la suppression totale des émissions de ces substances, le SIETOM DE CHALOSSE prendra toutes les dispositions adéquates pour la suppression de ces émissions à l'échéance 2021, même si elles ne font pas partie des substances maintenues dans la surveillance en phase pérenne. Les substances dangereuses prioritaires détectées lors de la phase de surveillance initiale sont : les nonylphénols.

## **Article 7 - Remontée d'informations sur l'état d'avancement de la surveillance des rejets**

### **7.1 Déclaration des données relatives à la surveillance des rejets aqueux**

Les résultats des mesures du mois N réalisées en application de l'article 3 du présent arrêté sont saisis sur le site de télé-déclaration du ministère chargé de l'environnement prévu à cet effet et sont transmis à l'inspection des installations classées par voie électronique avant la fin du mois N+1.

## **7.2 Déclaration annuelle des émissions polluantes**

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

## **Article 8 - Dispositions applicables en cas d'infraction ou d'inobservations du présent arrêté**

Les infractions ou l'inobservation des conditions légales fixées par le présent arrêté entraîneront l'application des sanctions pénales et administratives prévues par le code de l'environnement (titre I<sup>er</sup> du livre V ; titre VII du livre I).

## **Article 9 - Droit des tiers**

Les droits des tiers sont et demeurent expressément réservés.

## **Article 10 - Délais et voies de recours**

Le présent arrêté ne peut être déféré qu'au tribunal administratif de Pau. Le délai de recours est de deux mois pour le titulaire à compter de la date où le présent arrêté lui a été notifié et d'un an pour les tiers à compter de la date de publication ou d'affichage du présent arrêté.

## **Article 11 :**

Le présent arrêté sera notifié au pétitionnaire.

Un extrait de cet arrêté, comportant notamment toutes les prescriptions auxquelles est soumise l'exploitation de l'établissement, sera affiché de façon visible en permanence dans l'établissement par les soins de l'exploitant.

Une copie du présent arrêté sera déposée en Mairie où est implanté l'établissement, et tenue à la disposition du public. Le Maire de CAUPENNE est chargé de faire afficher en Mairie, pendant une durée minimum d'un mois, un extrait du présent arrêté énumérant les prescriptions auxquelles l'installation est soumise.

Un avis sera inséré par mes soins et aux frais de Mme Odile LAFITTE SIETOM DE CHALOSSE 815 route de Partenses 40250 CAUPENNE, dans deux journaux locaux diffusés dans le département des Landes.

## **Article 11 - Application et ampliation**

Le secrétaire général de la préfecture des Landes,  
Le directeur régional de l'environnement, de l'aménagement et du logement,  
Les inspecteurs des installations classées placés sous son autorité,  
sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'application du présent arrêté dont une ampliation leur sera adressée, ainsi qu'aux maires concernés et qu'à l'exploitant.

Mont-de-Marsan, le **25 MARS 2014**

Pour le préfet,  
Et par délégation,  
La secrétaire générale,

  
Mireille LARREDE

## **SOMMAIRE**

<b>1. INTRODUCTION.....</b>	<b>7</b>
<b>2. PRESCRIPTIONS GÉNÉRALES.....</b>	<b>7</b>
<b>3. OPÉRATIONS DE PRÉLÈVEMENT.....</b>	<b>7</b>
3.1. OPÉRATEURS DU PRÉLÈVEMENT.....	8
3.2. CONDITIONS GÉNÉRALES DU PRÉLÈVEMENT .....	8
3.3. MESURE DE DÉBIT EN CONTINU.....	8
3.4. PRÉLÈVEMENT CONTINU SUR 24 HEURES À TEMPÉRATURE CONTRÔLÉE.....	8
3.5. ÉCHANTILLON.....	9
3.6. BLANCS DE PRÉLÈVEMENT.....	9
<b>4. ANALYSES.....</b>	<b>10</b>
<b>5. TRANSMISSION DES RÉSULTATS.....</b>	<b>11</b>
<b>LISTE DES ANNEXES.....</b>	<b>12</b>

## **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 GÉNÉRALES**

Pour la mesure des éventuelles substances dangereuses dans les eaux résiduaires dont l'agrément n'est pas dans le champ d'application de l'arrêté ministériel du 27 octobre 2011 portant modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques au titre du code de l'environnement, le laboratoire d'analyse choisi devra impérativement remplir les deux conditions suivantes :

- Etre accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la matrice « **Eaux Résiduaires**», pour chaque substance à analyser. Afin de justifier de cette accréditation, le laboratoire devra fournir à l'exploitant l'ensemble des documents listés à l'annexe 1.5 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 1.5 sont téléchargeables sur le site <http://rsde.ineris.fr>.
- Respecter les limites de quantification listées à l'annexe 1.2 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. OPÉRATIONS DE PRÉLÈVEMENT**

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

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

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

### 3.1. Opérateurs du prélèvement

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 prélèvement

- Le volume prélevé devra être **représentatif** des flux de l'établissement et **conforme** avec les **quantités nécessaires** pour réaliser les **analyses sous accréditation**.
- En cas d'intervention de l'exploitant ou d'un sous-traitant pour le prélèvement, le nombre, le volume unitaire, le flaconnage, la préservation éventuelle et l'identification des échantillons seront obligatoirement définis par le prestataire d'analyse et communiqués au préleveur. **Le laboratoire d'analyse fournira les flaconnages** (prévoir des flacons supplémentaires pour les blancs du système de prélèvement).
- Les échantillons seront répartis dans les différents flacons fournis par le laboratoire selon les prescriptions des méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux substances à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3<sup>1</sup>. Les échantillons acheminés au laboratoire dans un flaconnage d'une autre provenance devront être refusés par le laboratoire.
- Le prélèvement doit être adressé afin d'être réceptionné par le laboratoire d'analyse au plus tard 24 heures après la fin du prélèvement, sous peine de refus par le laboratoire.

### 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.
- ↳ 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.

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

### 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.

### 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 5667-3.
- ↖ Le **transport** des échantillons vers le laboratoire devra être effectué dans une **enceinte** maintenue à une **température égale à 5°C ± 3°C**, et être **accompli** dans les **24 heures** qui suivent la fin du prélèvement, afin de garantir l'intégrité des échantillons.
- ↖ La température de l'enceinte ou des échantillons sera contrôlée à l'arrivée au laboratoire et indiquée dans le rapportage relatif aux analyses.

### 3.6. 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'éthoxylates<sup>2</sup> de nonylphénols (NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates<sup>2</sup> d'octylphénols (OP1OE et OP2OE). La recherche des éthoxylates peut être effectuée sans surcoût conjointement à celle des nonylphénols et des octylphénols par l'utilisation du projet de norme ISO/DIS 18857-2<sup>3</sup>.
- ↪ Certains paramètres de suivi habituel de l'établissement, à savoir la **DCO** (Demande Chimique en Oxygène) ou **COT** (Carbone Organique Total) en fonction de l'arrêté préfectoral en vigueur, et les **MES** (Matières en Suspension) seront analysés systématiquement dans chaque effluent selon les normes en vigueur (cf. notes <sup>4</sup>, <sup>5</sup>,<sup>6</sup> et <sup>7</sup>) 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 1.2**. 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 1.1 (à l'exception de la DCO, du COT et des MES), il est demandé:

- Si 50 < MES < 250 mg/l : réaliser 3 extractions liquide/liquide successives au minimum sur l'échantillon brut sans séparation.
- Si MES ≥ 250 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.*

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

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

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

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

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

<sup>7</sup> 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 1.1** : 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 diphényléthers 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 RÉSULTATS**

La transmission des résultats de la surveillance pérenne doit être effectuée par le biais de l'application informatique GIDAF (Gestion Informatisée des Données d'autosurveillance fréquente).

**Liste des annexes**

<b>Repère</b>	<b>Désignation</b>	<b>Nombre de pages</b>
ANNEXE 1.1	SUBSTANCES A SURVEILLER	3
ANNEXE 1.2	LIMITES DE QUANTIFICATION A ATTEINDRE PAR SUBSTANCE	3
ANNEXE 1.3	INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE RESTITUTION AU FORMAT SANDRE	3
ANNEXE 1.4	TRAME DE RESTITUTION DES INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE FIGURANT A L'ANNEXE 2.3	1
ANNEXE 1.5	LISTE DES PIECES A FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATAIRE DE L'EXPLOITANT	5