

PRÉFECTURE DES LANDES  
DIRECTION DE LA RÉGLEMENTATION  
ET DES LIBERTÉS PUBLIQUES  
2<sup>ème</sup> Bureau  
PR/DRLP/2010/N° 643

**ARRÊTE COMPLÉMENTAIRE PORTANT SUR LES REJETS DE SUBSTANCES  
DANGEREUSES DANS LE MILIEU AQUATIQUE DES ACTIVITÉS  
DE LA SOCIÉTÉ FIRMENICH PRODUCTIONS SAS A CASTETS**

**Le Préfet des Landes,**

- Vu** la directive 2008/105/EC 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 code de l'environnement et notamment son titre 1er des parties réglementaires et législatives du Livre V ;
- VU** la nomenclature des installations classées codifiée à l'annexe de l'article R511-9 du code de l'environnement ;
- VU** les articles R211-11-1 à R211-11-3 du titre 1 du livre II du code de l'environnement relatifs au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- VU** l'arrêté ministériel du 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 relatif à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets ;
- VU** la circulaire DPPR/DE du 4 février 2002 qui organise une action nationale de recherche et de réduction des rejets de substances dangereuses dans l'eau par les installations classées ;
- VU** la circulaire DCE 2005/12 du 28 juillet 2005 relative à la définition du « bon état » ;
- VU** la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007 définissant les « normes de qualité environnementale provisoires (NQE<sub>p</sub>) » et les objectifs nationaux de réduction des émissions de certaines substances ;
- VU** la circulaire du 5 janvier 2009 relative à la mise en œuvre de la deuxième phase de l'action nationale de recherche et de réduction des substances dangereuses pour le milieu aquatique présentes dans les rejets des installations classées pour la protection de l'environnement ;
- VU** 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 n° 479/2001 du 9 juillet 2001 et les arrêtés complémentaires des 13 février 2001, 28 janvier 2004, 4 août 2005 et 31 mars 2008 autorisant la société FIRMENICH Productions SAS à exercer ses activités relevant de la nomenclature des installations classées sur le territoire de la commune de CASTETS ;
- VU** le courrier de l'inspection à l'exploitant du 27 octobre 2010 proposant un projet d'arrêté préfectoral ;
- VU** le courrier de l'industriel du 18 novembre 2010 en réponse ;

**VU** le rapport de l'inspection des installations classées en date du 19 novembre 2010 ;

**VU** l'avis du CODERST du 7 décembre 2010 ;

**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 pour l'établissement concerné 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 et 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 ;

Sur proposition du Secrétaire Général de la Préfecture,

## **ARRETE**

### **Article 1 : Objet**

La société FIRMENICH Productions SAS doit respecter, pour ses installations situées sur le territoire de la commune de CASTETS, les modalités du présent arrêté préfectoral complémentaire qui vise à fixer les modalités de surveillance des rejets de substances dangereuses dans l'eau afin d'améliorer la connaissance qualitative et quantitative des rejets de ces substances.

En fonction des résultats de cette surveillance, le présent arrêté prévoit pour l'exploitant la fourniture d'une étude technico-économique présentant les possibilités d'actions de réduction ou de suppression de certaines substances dangereuses dans l'eau.

Les prescriptions des actes administratifs antérieurs sont complétées par celles du présent arrêté.

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

2.1 Les prélèvements et analyses réalisés en application du présent arrêté doivent respecter les dispositions de l'annexe du présent arrêté préfectoral complémentaire (qui reprend intégralement l'annexe 5 de la circulaire du 5 janvier 2009).

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 Résiduaires », 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 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 résiduaires » comprenant a 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 du présent arrêté préfectoral complémentaire.
4. Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions figurant à l'annexe du présent arrêté préfectoral complémentaire.

Les modèles des documents mentionnés au point 3 et 4 précédents sont repris en annexe 5.5 du document figurant en annexe du présent arrêté (modèles également téléchargeables sur le site <http://rsde.ineris.fr/>).

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 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 n° 479/2001 du 9 juillet 2001 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 de mesures imposée 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 9 juillet 2001 répondent aux exigences de l'annexe 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 au(x) point(s) de rejet des effluents industriels de l'établissement dans les conditions suivantes :

Nom du rejet	Substance	Classement de la substance	Périodicité	Durée de chaque prélèvement	Limite de quantification à atteindre par substance par les laboratoires en µg/l
Eaux industrielles, • milieu récepteur : sol (infiltration)	Nonylphénols	1	1 mesure par mois pendant 6 mois.	24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation	0,1
	NP1OE	1			0,1
	NP2OE	1	0,1		
	Octylphénols	2	0,1		
	OP1OE	2	Si la substance n'est pas quantifiée lors de la mesure initiale, la surveillance est abandonnée.		0,1
	OP2OE	2			0,1
	2 chloroaniline	4			0,1
	3 chloroaniline	4			0,1
	4 chloroaniline	4			0,1
	4-chloro-2 nitroaniline	4			0,1
	3,4 dichloroaniline	4			0,1
	Chloroalcane C10-C13	1			10
	Biphényle	4			0,05
	Epichlorhydrine	4			0,5
	Tributylphosphate	4			0,1
	Acide chloroacétique	4			25
	Tétabromodiphényléther (BDE 47)	2			La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ dans l'eau de 0,05 µg/l
	Pentabromodiphényléther (BDE 99)	1			
	Pentabromodiphényléther (BDE 100)	1			
	Hexabromodiphényléther (BDE 154)	2			
	Hexabromodiphényléther (BDE 153)	2			
	Heptabromodiphényléther (BDE 183)	2			
	Décabromodiphényléther (BDE 209)	2			
	Benzène	2	1		
	Ethylbenzène	4	1		
	Isopropylbenzène	4	1		
	Toluène	4	1		
	Xylènes (Somme o,m,p)	4	2		
	Hexachlorobenzène	1	0,01		
	Pentachlorobenzène	1	0,02		
	1,2,3 trichlorobenzène	2	1		
	1,2,4 trichlorobenzène	2	1		
	1,3,5 trichlorobenzène	2	1		
	Chlorobenzène	4	1		
	1,2 dichlorobenzène	4	1		
	1,3 dichlorobenzène	4	1		
	1,4 dichlorobenzène	4	1		
	1,2,4,5 tétrachlorobenzène	4	0,05		

1-chloro-2-nitrobenzène	4
1-chloro-3-nitrobenzène	4
1-chloro-4-nitrobenzène	4
Pentachlorophénol	2
4-chloro-3-méthylphénol	4
2 chlorophénol	4
3 chlorophénol	4
4 chlorophénol	4
2,4 dichlorophénol	4
2,4,5 trichlorophénol	4
2,4,6 trichlorophénol	4
Hexachloropentadiène	4
1,2 dichloroéthane	2
Chlorure de méthylène	2
Hexachlorobutadiène	1
Chloroforme	2
Tétrachlorure de carbone	3
Chloroprène	4
3-chloroprène (chlorure d'allyle)	4
1,1 dichloroéthane	4
1,1 dichloroéthylène	4
1,2 dichloroéthylène	4
Hexachloroéthane	4
1,2,2,2 tétrachloroéthane	4
Tétrachloroéthylène	3
1,1,1 trichloroéthane	4
1,1,2 trichloroéthane	4
Trichloroéthylène	3
Chlorure de vinyle	4
Anthracène	1
Fluoranthène	2
Naphtalène	2
Acénaphène	4
Benzo (a) Pyrène	1
Benzo (k) Fluorantène	1
Benzo (b) Fluorantène	1
Benzo (g,h,i) Pérylène	1
Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	1
Cadmium et ses composés	1
Plomb et ses composés	2
Mercurure et ses composés	1
Nickel et ses composés	2
Arsenic et ses composés	4
Zinc et ses composés	4
Cuivre et ses composés	4
Chrome et ses composés	4
Tributylétain cation	1
Dibutylétain cation	4
Monobutylétain cation	4
Triphénylétain cation	4
PCB 28	4
PCB 52	4
PCB 101	4
PCB 118	4
PCB 138	4
PCB 153	4
PCB 180	4
Trifluraline	2
Alachlore	2
Atrazine	2
Chlorfenvinphos	2
Chlorpyrifos	2
Diuron	2
alpha Endosulfan	1

0,1
0,1
0,1
0,1
0,1
0,1
0,1
0,1
0,1
0,1
0,1
0,1
0,1
2
5
0,5
1
0,5
1
1
5
2,5
5
1
1
0,5
0,5
1
0,5
5
0,01
0,01
0,05
0,01
0,01
0,01
0,01
0,01
2
5
0,5
10
5
10
5
5
0,02
0,02
0,02
0,02
0,02
0,01
0,01
0,01
0,01
0,01
0,01
0,01
0,05
0,02
0,03
0,05
0,05
0,05
0,02

béta Endosulfan	1	0,02
Alpha Hexachlorocyclohexane	1	0,02
Gamma isomère Lindane	1	0,02
Isoproturun	2	0,05
Simazine	2	0,03

1 : Substances Prioritaires Dangereuses issues de l'annexe X de la DCE 2000/CE/60 (+ anthracène et endosulfan)

2 : Substances Prioritaires issues de l'annexe X de la DCE 2000/CE/60

3 : 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

4 : Substances pertinentes issues de la liste II de la directive 2006/11/CE (anciennement Directive 76/464/CEE).

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

L'exploitant transmettra à l'inspection des installations classées dans un délai maximal de 12 mois à compter de la notification du présent arrêté préfectoral un rapport de synthèse de la surveillance initiale. Ce rapport de synthèse devra comprendre :

##### 4.1 Dans tous les cas

- Un tableau récapitulatif des mesures sous une forme synthétique. Ce tableau comprend, pour chaque substance, sa concentration et son flux, pour chacune des mesures réalisées. Le tableau comprend également les concentrations minimale, maximale et moyenne mesurées sur les six échantillons, ainsi que les flux minimal, maximal et moyen calculés à partir des six mesures et les limites de quantification pour chaque mesure ;
- l'ensemble des rapports d'analyses réalisées en application du présent arrêté ;
- Dans le cas où l'exploitant a réalisé lui-même le prélèvement des échantillons, l'ensemble des éléments permettant d'attester de la traçabilité de ces opérations de prélèvement et de mesure de débit ;
- Des commentaires et explications sur les résultats obtenus et leurs éventuelles variations, en évaluant les origines possibles des substances rejetées, notamment au regard des activités industrielles exercées et des produits utilisés ;
- Le cas échéant, les résultats de mesures de qualité des eaux d'alimentation en précisant leur origine (superficielle, souterraine ou adduction d'eau potable).

##### 4.2 Si l'exploitant souhaite demander l'abandon de la surveillance pour certaines substances

- Des propositions dûment argumentées. 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 du présent arrêté préfectoral complémentaire;
  3.
    - 3.1 Toutes les concentrations mesurées pour la substance sont inférieures à 10\*NQE (norme de qualité environnementale ou, en l'attente de leur adoption en droit français, 10\*NQEp, norme de qualité environnementale provisoire fixée dans la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007) ;
    - ET 3.2 Tous les flux journaliers calculés pour la substance sont inférieurs à 10% du flux journalier théorique admissible par le milieu récepteur (le flux journalier admissible étant calculé à partir du produit du débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale sèche QMNA5 et de la NQE ou NQEp conformément aux explications de l'alinéa précédent).
- L'exploitant transmettra à l'inspection des installations classées un tableau tel que mentionné à l'article 3 des substances dont le suivi est conservé et un tableau des substances dont il propose l'abandon du suivi.

#### **4.3 Si l'exploitant souhaite adopter un rythme de mesures autre que trimestriel pour la poursuite de la surveillance**

- Des propositions dûment argumentées.
- L'exploitant transmettra à l'inspection des installations classées un tableau tel que celui de l'article 3 des substances dont le suivi trimestriel est envisagé et un tableau des substances dont il propose l'adaptation du suivi trimestriel.

#### **Article 5 : Mise en œuvre de la surveillance pérenne**

Sous 18 mois à compter de la notification du présent arrêté, l'exploitant poursuit le programme de surveillance au(x) point(s) de rejet des effluents industriels de l'établissement dans les conditions initialement fixées aux articles 2 et 3, excepté la périodicité des mesures qui devient trimestrielle.

Pour mettre en œuvre un programme de surveillance dans les conditions qu'il aura proposé conformément aux articles 4.2 et 4.3 ci-dessus, l'exploitant devra obtenir préalablement l'accord exprès de l'inspection des installations classées. L'inspection des installations classées pourra engager toute discussion avec l'industriel pour adapter ces propositions à la poursuite des objectifs du présent arrêté. L'inspection des installations classées informera le CODERST de la surveillance finalement retenue. A défaut d'accord entre l'exploitant et l'inspection, cette dernière proposera au préfet un arrêté préfectoral complémentaire fixant la surveillance pérenne à mettre en place.

#### **Article 6 : Étude technico-économique**

L'exploitant fournit au Préfet au plus tard 33 mois à compter de la notification du présent arrêté 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, répondant aux objectifs suivants pour l'ensemble des substances figurant dans la surveillance prescrite à l'article 5 ci-dessus :

- 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*) ;
- 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 la directive 2006/11/CE ne figurant pas à l'annexe X de la directive 2000/60/CE susvisée, possibilités de réduction à l'échéance 2015 ;
- 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 ;
- 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.

Pour chacune des substances pour lesquelles l'exploitant propose des possibilités de réduction ou de suppression, celui-ci devra faire apparaître dans l'étude mentionnée au premier alinéa, l'estimation chiffrée pour chaque substance concernée, du rejet évité par rapport au rejet annuel moyen de l'installation avant réduction (en valeur absolue en kg/an et en valeur relative en %).

#### **Article 7 : Rapport de synthèse de la surveillance pérenne**

L'exploitant doit fournir dans un délai de 51 mois (4 ans et 3 mois) après notification du présent arrêté préfectoral un rapport de synthèse de la surveillance pérenne devant comprendre :

##### **7.1 Dans tous les cas**

- Les éléments énoncés à l'article 4.1.

## **7.2 Si l'exploitant souhaite demander l'abandon de la surveillance pour certaines substances**

- Les éléments énoncés à l'article 4.2.

## **7.3 Si l'exploitant souhaite adopter un rythme de mesures autre que trimestriel pour la poursuite de la surveillance**

- Les éléments énoncés à l'article 4.3.

## **Article 8 : Remontée d'informations sur l'état d'avancement de la surveillance des rejets**

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

Les résultats des mesures du mois N réalisées en application des articles 3 et 5 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 trimestriellement par écrit à l'inspection des installations classées un rapport de synthèse relatif aux résultats des mesures et analyses imposées aux articles 3 et 5 ainsi que les éléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances figurant en annexe 5.4 du document figurant en annexe du présent arrêté.

### **8.2 Déclaration annuelle des émissions polluantes**

Les substances faisant l'objet de la surveillance pérenne décrite à l'article 5 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 5 du présent arrêté pour les émissions de substances dangereuses dans l'eau ou par toute autre méthode plus précise validée par les services de l'inspection, notamment dans le cas d'émissions dans le sol pour les boues produites par l'installation faisant l'objet d'un plan d'épandage.

## **Article 9 :**

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

## **Article 10:**

Le secrétaire général de la préfecture, le maire de la commune de CASTETS, le directeur régional de l'environnement, de l'aménagement et du logement d'Aquitaine, l'inspecteur des installations classées placé sous son autorité sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'application du présent arrêté dont copie sera adressée à la société FIRMENICH Productions SAS.

Mont-de-Marsan, le 22 DEC. 2010

Pour le Préfet,  
Le Secrétaire Général

Eric de WISPELAERE



# **ANNEXE de l'arrêté préfectoral complémentaire n° 643**

## **Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses**

### **1 - 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 :

- Être 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'État.

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

### **2 - 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.

## 2.1 - 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.

## 2.2 - 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 5667-3<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.

## 2.3 - 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,

<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.

- 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.

## 2.4 - 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 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.

## 2.5 - 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.

## 2.6 - 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  $< LQ$  : 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.

## 3 - 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 18857-23<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 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,*

<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.

*Chlorure de vinyle, 2 chloroaniline, 3 chloroaniline, 4 chloroaniline et 4 chloro 2 nitroaniline.*

- 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 Cg/l obtenue dans la phase aqueuse, valeur en Cg/kg obtenue dans la phase particulaire et valeur totale calculée en Cg/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 Vg/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 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.

## SOMMAIRE

1	INTRODUCTION.....	3
2	PRESCRIPTIONS GENERALES.....	3
3	OPERATIONS DE PRELEVEMENT .....	4
3.1	OPERATEURS DU PRELEVEMENT .....	4
3.2	CONDITIONS GENERALES DU PRELEVEMENT .....	4
3.3	MESURE DE DEBIT EN CONTINU.....	5
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 .....	9
6	LISTE DES ANNEXES .....	10

## 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 5667-3<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.

---

<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.

### 3.3 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 batches). 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 5667-3<sup>1</sup>.
- ↳ 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 < 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 (NP10E et NP20E) et les deux premiers homologues d'éthoxylates<sup>2</sup> 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 18857-2<sup>3</sup>.

<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 bisphénoï 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 <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 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  $\geq 50 \text{ mg/l}$ . La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ équivalente dans l'eau de  $0,05 \mu\text{g/l}$  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.

<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

## 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	TRAME DE RESTITUTION DES INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE FIGURANT A L'ANNEXE 5.3	1
ANNEXE 5.5	LISTE DES PIECES A FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATAIRE DE L'EXPLOITANT	5

## ANNEXE 5.1 : SUBSTANCES A SURVEILLER

Famille	Substances <sup>1</sup>	Code SANDRE <sup>2</sup>	n° DCE <sup>3</sup>	n° 76/464 <sup>4</sup>
<i>Alkylphénols</i>	<i>Nonylphénols</i> (1)	1957	24	
	NP1OE(1)	6366		
	NP2OE(1)	6369		
	<i>Octylphénols</i> (2)	1920	25	
	OP1OE (2)	6370		
	OP2OE (2)	6371		
<i>Anilines</i>	2 chloroaniline(4)	1593		17
	3 chloroaniline(4)	1592		18
	4 chloroaniline(4)	1591		19
	4-chloro-2 nitroaniline(4)	1594		27
	3,4 dichloroaniline(4)	1586		52
<i>Autres</i>	<i>Chloroalcanes C<sub>10</sub>-C<sub>13</sub></i> (1)	1955	7	
	Biphényle(4)	1584		11
	Epichlorhydrine(4)	1494		78
	Tributylphosphate(4)	1847		114
	Acide chloroacétique(4)	1465		16
<i>BDE</i>	Tétrabromodiphényléther BDE 47 (2)	2919	5	
	Pentabromodiphényléther (BDE 99) (1)	2916	5	
	Pentabromodiphényléther (BDE 100) (1)	2915	5	
	Hexabromodiphényléther BDE 154 (2)	2911	5	
	Hexabromodiphényléther BDE 153 (2)	2912	5	
	Heptabromodiphényléther BDE 183 (2)	2910	5	
	Décabromodiphényléther (BDE 209) (2)	1815	5	
<i>BTEX</i>	Benzène (2)	1114	4	7
	Ethylbenzène(4)	1497		79
	Isopropylbenzène(4)	1633		87
	Toluène(4)	1278		112
	Xylènes (Somme o,m,p) (4)	1780		129
<i>Chlorobenzènes</i>	Hexachlorobenzène (1)	1199	16	83
	Pentachlorobenzène (1)	1888	26	
	1,2,3 trichlorobenzène (2)	1630	31	117
	1,2,4 trichlorobenzène (2)	1283	31	118
	1,3,5 trichlorobenzène (2)	1629		117
	Chlorobenzène(4)	1467		20
	1,2 dichlorobenzène(4)	1165		53
	1,3 dichlorobenzène(4)	1164		54
	1,4 dichlorobenzène(4)	1166		55
	1,2,4,5 tétrachlorobenzène(4)	1631		109
	1-chloro-2-nitrobenzène(4)	1469		28
	1-chloro-3-nitrobenzène(4)	1468		29
	1-chloro-4-nitrobenzène(4)	1470		30
<i>Chlorophénols</i>	Pentachlorophénol (2)	1235	27	102

Famille	Substances <sup>1</sup>	Code SANDRE <sup>2</sup>	n° DCE <sup>3</sup>	n° 76/464 <sup>4</sup>
	4-chloro-3-méthylphénol(4)	1636		24
	2 chlorophénol(4)	1471		33
	3 chlorophénol(4)	1651		34
	4 chlorophénol(4)	1650		35
	2,4 dichlorophénol(4)	1486		64
	2,4,5 trichlorophénol(4)	1548		122
	2,4,6 trichlorophénol(4)	1549		122
<i>COHV</i>	Hexachloropentadiène(4)	2612		
	1,2 dichloroéthane (2)	1161	10	59
	Chlorure de méthylène (2)	1168	11	62
	Hexachlorobutadiène (1)	1652	17	84
	Chloroforme (1)	1135	32	23
	Tétrachlorure de carbone (3)	1276		13
	Chloroprène(4)	2611		36
	3-chloroprène (chlorure d'allyle) (4)	2065		37
	1,1 dichloroéthane(4)	1160		58
	1,1 dichloroéthylène(4)	1162		60
	1,2 dichloroéthylène(4)	1163		61
	Hexachloroéthane(4)	1656		86
	1,1,2,2 tétrachloroéthane(4)	1271		110
	Tétrachloroéthylène (3)	1272		111
	1,1,1 trichloroéthane(4)	1284		119
	1,1,2 trichloroéthane(4)	1285		120
	Trichloroéthylène (3)	1286		121
	Chlorure de vinyle(4)	1753		128
<i>Chlorotoluènes</i>	2-chlorotoluène(4)	1602		38
	3-chlorotoluène(4)	1601		39
	4-chlorotoluène(4)	1600		40
<i>HAP</i>	Anthracène (1)	1458	2	3
	Fluoranthène (2)	1191	15	
	Naphtalène (2)	1517	22	96
	Acénaphène(4)	1453		
	Benzo (a) Pyrène (1)	1115	28	
	Benzo (b) Fluoranthène (1)	1116	28	
	Benzo (g,h,i) Pérylène (1)	1118	28	
	Benzo (k) Fluoranthène (1)	1117	28	
Indeno (1,2,3-cd) Pyrène (1)	1204	28		
<i>Métaux</i>	Cadmium et ses composés (1)	1388	6	12
	Plomb et ses composés (2)	1382	20	
	Mercure et ses composés (1)	1387	21	92
	Nickel et ses composés (2)	1386	23	
	Arsenic et ses composés (4)	1369		4
	Zinc et ses composés(4)	1383		133
	Cuivre et ses composés(4)	1392		134
Chrome et ses composés(4)	1389		136	
<i>Nitro aromatiques</i>	2-nitrotoluène(4)	2613		
	Nitrobenzène(4)	2614		
<i>Organétains</i>	Tributylétain cation (1)	2879	30	115

Famille	Substances <sup>1</sup>	Code SANDRE <sup>2</sup>	n° DCE <sup>3</sup>	n° 76/464 <sup>4</sup>
	Dibutylétain cation (4)	1771		49,50,51
	Monobutylétain cation(4)	2542		
	Triphénylétain cation(4)	6372		125,126,127
<i>PCB</i>	PCB 28 (4)	1239		101
	PCB 52(4)	1241		
	PCB 101 (4)	1242		
	PCB 118(4)	1243		
	PCB 138(4)	1244		
	PCB 153 (4)	1245		
	PCB 180(4)	1246		
<i>Pesticides</i>	Trifluraline (2)	1289	33	
	Alachlore (2)	1101	1	
	Atrazine (2)	1107	3	
	Chlorfenvinphos (2)	1464	8	
	Chlorpyrifos (2)	1083	9	
	Diuron (2)	1177	13	
	Alpha Endosulfan (1)	1178	14	
	béta Endosulfan (1)	1179	14	
	alpha Hexachlorocyclohexane (1)	1200	18	
	gamma isomère Lindane (1)	1203	18	
	Isoproturon (2)	1208	19	
	Simazine (2)	1263	29	
<i>Paramètres de suivi</i>	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total (5)	1314 1841		
	Matières en Suspension (5)	1305		

(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)

(5) Autres paramètres

<sup>1</sup> : Les groupes de substances sont indiqués en italique.

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

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

<sup>4</sup> : 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 <sup>1</sup>	LQ <sup>2</sup> à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l Eaux Résiduaires
<i>Alkylphénols</i>	Nonylphénols	1957	0.1
	NP1OE	6366	0.1*
	NP2OE	6369	0.1*
	Octylphénols	1920	0.1
	OP1OE	6370	0.1*
	OP2OE	6371	0.1*
<i>Anilines</i>	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
<i>Autres</i>	<i>Chloroalcanes C<sub>10</sub>-C<sub>13</sub></i>	1955	10
	Biphényle	1584	0.05
	Epichlorhydrine	1494	0.5
	Tributylphosphate	1847	0.1
	Acide chloroacétique	1465	25
<i>BDE</i>	Tétabromodiphényléther 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.
	Pentabromodiphényléther (BDE 99)	2916	
	Pentabromodiphényléther (BDE 100)	2915	
	Hexabromodiphényléther BDE 154	2911	
	Hexabromodiphényléther BDE 153	2912	
	Heptabromodiphényléther BDE 183	2910	
	Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815	
<i>BTEX</i>	Benzène	1114	1
	Ethylbenzène	1497	1
	Isopropylbenzène	1633	1
	Toluène	1278	1
	Xylènes (Somme o,m,p)	1780	2
<i>Chlorobenzènes</i>	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
	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 <sup>1</sup>	LQ <sup>2</sup> à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l Eaux Résiduaires
	1-chloro-2-nitrobenzène	1469	0.1
	1-chloro-3-nitrobenzène	1468	0.1
	1-chloro-4-nitrobenzène	1470	0.1
<i>Chlorophénols</i>	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
<i>COHV</i>	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 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	
<i>Chlorotoluènes</i>	2-chlorotoluène	1602	1
	3-chlorotoluène	1601	1
	4-chlorotoluène	1600	1
<i>HAP</i>	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
	Benzo (g,h,i) Pérylène	1118	0.01
	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	1204	0.01
<i>Métaux</i>	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

Famille	Substances	Code SANDRE <sup>1</sup>	LQ <sup>2</sup> à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l Eaux Résiduaires
	Cuivre et ses composés	1392	5
	Chrome et ses composés	1389	5
<i>Nitro aromatiques</i>	2-nitrotoluène	2613	0.2
	Nitrobenzène	2614	0.2
<i>Organoétains</i>	Tributylétain cation	2879	0.02
	Dibutylétain cation	1771	0.02
	Monobutylétain cation	2542	0.02
	Triphénylétain cation	6372	0.02
<i>PCB</i>	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
<i>Pesticides</i>	Trifluraline	1289	0.05
	Alachlore	1101	0.02
	Atrazine	1107	0.03
	Chlorfenvinphos	1464	0.05
	Chlorpyrifos	1083	0.05
	Diuron	1177	0.05
	Apha Endosulfan	1178	0.02
	béta Endosulfan	1179	0.02
	alpha Hexachlorocyclohexane	1200	0.02
	gamma isomère Lindane	1203	0.02
	Isoproturon	1208	0.05
	Simazine	1263	0.03
<i>Paramètres de suivi</i>	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841	30000 300
	Matières en Suspension	1305	2000

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

<sup>2</sup> 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**

<b>POUR CHAQUE PRELEVEMENT : INFORMATIONS DEMANDEES</b>		
<b>Critère SANDRE</b>	<b>Valeurs possibles</b>	<b>Exemples de restitution</b>
<b>IDENTIFICATION DE L'ORGANISME DE PRELEVEMENT</b>	Imposé	Code Sandre du prestataire de prélèvement Code exploitant
<b>IDENTIFICATION DE L'ECHANTILLON</b>	Texte	Champ libre permettant d'identifier l'échantillon. Référence donnée par le laboratoire
<b>TYPE DE PRELEVEMENT</b>	Liste déroulante	- Asservi au débit - Proportionnel au temps - Prélèvement ponctuel
<b>PERIODE DE PRELEVEMENT DATE DEBUT</b>	Date	Date de début Format JJ/MM/AAAA
<b>DUREE DE PRELEVEMENT</b>	Nombre	Durée en Nombre d'heures
<b>REFERENTIEL DE PRELEVEMENT</b>	Texte	Champ destiné à recevoir la référence à la norme de prélèvement
<b>DATE DERNIER CONTROLE METROLOGIQUE DU DEBITMETRE</b>	Date	Renseigne la date du dernier contrôle métrologique valide du débitmètre
<b>NOMBRE D'ECHANTILLON</b>	Nombre entier	Nombre de prélèvements pour constituer l'échantillon moyen (valeur par défaut 1)
<b>BLANC SYSTEME PRELEVEMENT</b>		Oui, Non
<b>BLANC ATMOSPHERE</b>		Oui, Non
<b>DATE DE PRISE EN CHARGE PAR LE LABORATOIRE</b>	Date	Date d'arrivée au laboratoire Format JJ/MM/AAAA
<b>IDENTIFICATION LABORATOIRE PRINCIPAL ANALYSE</b>		Code Sandre Laboratoire
<b>TEMPERATURE DE L'ENCEINTE (ARRIVEE AU LABORATOIRE)</b>	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
<b>LIMITE DE QUANTIFICATION</b>	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 (unité en mg/l)
	Incertitude avec facteur d'élargissement (k=2)	Libre (numérique)	Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15
<b>RESULTAT</b>	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) : $\mu\text{g/kg}$
	Incertitude avec facteur d'élargissement (k=2)	Libre (numérique)	Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15
<b>CODE REMARQUE DE L'ANALYSE</b>		Imposé	Code 0 : Analyse non faite Code 1 : Résultat $\geq$ limite de quantification Code 10 : Résultat < limite de quantification
<b>CONFIRMATION DU RESULTAT</b>		Imposé	Code 0 : NON CONFIRME (analyse unique) Code 1 : CONFIRME (analyse dupliquée, confirmation par SM)
<b>COMMENTAIRES</b>		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 5.5 : LISTE DES PIÈCES À FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATAIRE À  
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)

**TABLEAU DES PERFORMANCES ET ASSURANCE QUALITÉ  
A RENSEIGNER ET À RESTITUER A L'EXPLOITANT**

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée <sup>1</sup> oui / non sur matrice eaux résiduelles	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduelle)
<i>Alkylphénols</i>	Nonylphénols	1957		
	NP10E	6366		
	NP20E	6369		
	Octylphénols	1920		
	OP10E	6370		
	OP20E	6371		
<i>Anilines</i>	2 chloroaniline	1593		
	3 chloroaniline	1592		
	4 chloroaniline	1591		
	4-chloro-2 nitroaniline	1594		
	3,4 dichloroaniline	1586		
<i>Autres</i>	<i>Chloroalcanes C<sub>10</sub>-C<sub>13</sub></i>	1955		
	Biphényle	1584		
	Epichlorhydrine	1494		
	Tributylphosphate	1847		
	Acide chloroacétique	1465		
<i>BDE</i>	Tétabromodiphényléther BDE 47	2919		
	Pentabromodiphényléther (BDE 99)	2916		
	Pentabromodiphényléther (BDE 100)	2915		
	Hexabromodiphényléther BDE 154	2911		
	Hexabromodiphényléther BDE 153	2912		
	Heptabromodiphényléther BDE 183	2910		
	Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815		
<i>BTEX</i>	Benzène	1114		
	Ethylbenzène	1497		
	Isopropylbenzène	1633		
	Toluène	1278		
	Xylènes (Somme o,m,p)	1780		
<i>Chlorobenzènes</i>	Hexachlorobenzène	1199		
	Pentachlorobenzène	1888		
	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		

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée <sup>1</sup> oui / non sur matrice eaux résiduares	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
	1-chloro-2-nitrobenzène	1469		
	1-chloro-3-nitrobenzène	1468		
	1-chloro-4-nitrobenzène	1470		
<i>Chlorophénols</i>	Pentachlorophénol	1235		
	4-chloro-3-méthylphénol	1636		
	2 chlorophénol	1471		
	3 chlorophénol	1651		
	4 chlorophénol	1650		
	2,4 dichlorophénol	1486		
	2,4,5 trichlorophénol	1548		
	2,4,6 trichlorophénol	1549		
<i>COHY</i>	Hexachloropentadiène	2612		
	1,2 dichloroéthane	1161		
	Chlorure de méthylène	1168		
	Hexachlorobutadiène	1652		
	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		
<i>Chlorotoluènes</i>	2-chlorotoluène	1602		
	3-chlorotoluène	1601		
	4-chlorotoluène	1600		
<i>HAP</i>	Anthracène	1458		
	Fluoranthène	1191		
	Naphtalène	1517		
	Acénaphène	1453		
	Benzo (a) Pyrène	1115		
	Benzo (k) Fluoranthène	1117		
	Benzo (b) Fluoranthène	1116		
	Benzo (g,h,i) Pérylène	1118		
	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	1204		
<i>Métaux</i>	Cadmium et ses composés	1388		
	Plomb et ses composés	1382		
	Mercure et ses composés	1387		
	Nickel et ses composés	1386		
	Arsenic et ses composés	1369		

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée <sup>1</sup> oui / non sur matrice eaux résiduaire	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
	Zinc et ses composés	1383		
	Cuivre et ses composés	1392		
	Chrome et ses composés	1389		
<i>Nitro aromatiques</i>	2-nitrotoluène	2613		
	Nitrobenzène	2614		
<i>Organoétains</i>	Tributylétain cation	2879		
	Dibutylétain cation	1771		
	Monobutylétain cation	2542		
	Triphénylétain cation	6372		
<i>PCB</i>	PCB 28	1239		
	PCB 52	1241		
	PCB 101	1242		
	PCB 118	1243		
	PCB 138	1244		
	PCB 153	1245		
	PCB 180	1246		
<i>Pesticides</i>	Trifluraline	1289		
	Alachlore	1101		
	Atrazine	1107		
	Chlorfenvinphos	1464		
	Chlorpyrifos	1083		
	Diuron	1177		
	Apha Endosulfan	1178		
	béta Endosulfan	1179		
	alpha Hexachlorocyclohexane	1200		
	gamma isomère Lindane	1203		
	Isoproturon	1208		
	Simazine	1263		
	<i>Paramètres de suivi</i>	Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314 1841	
Matières en Suspension		1305		

<sup>1</sup> : 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, 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 <sup>8</sup>
- ❖ reconnais les accepter et les appliquer sans réserve.

A :

Le :

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

Signature :

Cachet de la société :

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

<sup>8</sup> L'attention est attirée sur l'intérêt de disposer des résultats d'analyses de la première mesure avant d'engager la suivante afin d'évaluer l'adéquation du plan de prélèvement, en particulier lors des premières mesures.