



PREFET D'ILLE-ET-VILAINE

Préfecture  
Direction de la Réglementation  
et des Libertés Publiques  
Bureau des installations classées

**ARRETE PREFECTORAL  
PRESCRIPTIONS COMPLEMENTAIRES**

**SOCIETE HYPRED à Dinard**

**N° 36739-3**

**LE PREFET DE LA REGION BRETAGNE  
PREFET D'ILLE-ET-VILAINE**

- VU la directive 2008/105/CE 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 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 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 du 26 juillet 2010 approuvant le schéma national des données sur l'eau ;
- 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 DGPR/SRT 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 (ICPE) soumises à autorisation ;

VU les notes du DGPR aux services du 23 mars 2010 et du 27 avril 2011 relatives aux adaptations des conditions de mise en œuvre de la circulaire du 5 janvier 2009 susvisée ;

VU l'arrêté 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 ;

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

VU l'arrêté préfectoral du 3 juillet 2007 autorisant la société HYPRED à exploiter une unité de fabrication de détergents ;

VU l'arrêté préfectoral complémentaire n°36739-1 du 19 mai 2010 pour la société HYPRED intégrant les exigences complémentaires prévues par l'arrêté ministériel du 10 mai 2000 ;

VU l'arrêté préfectoral complémentaire n°36739-2 du 22 juillet 2011 pour la société HYPRED prescrivant une réduction et une maîtrise des risques,

VU le courrier de l'inspection du 12 février 2013 qui a proposé un projet d'arrêté préfectoral ;

VU le courrier de l'industriel du 1<sup>er</sup> mars 2013 en réponse ;

VU le rapport de l'inspection des installations classées en date du 28 mai 2013 ;

VU l'avis du Conseil Départemental de l'Environnement et des Risques Sanitaires et Technologiques (CODERST) en date du 18 juin 2013 ;

VU le courrier adressé par envoi recommandé le 20 juin 2013 et notifié le 24 juin 2013, par lequel la société HYPRED a été invitée à faire valoir ses remarques sur le projet d'arrêté de prescriptions complémentaires, qui lui a été transmis ;

Considérant que la société HYPRED n'a émis aucune observation au projet d'arrêté préfectoral de prescriptions complémentaires qui lui a été notifié le 24 juin 2013 ;

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

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

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

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

Considérant que l'établissement susvisé exerce des activités susceptibles d'émettre des substances dangereuses, conformément à la circulaire du 5 janvier 2009 ;

Sur proposition du Secrétaire Général de la Préfecture d'Ille-et-Vilaine,

## ARRETE

### Article 1 : Objet

La société HYPRED dont le siège social est situé 55, boulevard Jules Verger 35800 DINARD doit respecter, pour ses installations situées à la même adresse, 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.

Conformément à 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 dans l'eau (RSDE), la liste des substances dangereuses devant être suivies est déterminée selon les secteurs d'activité de l'industrie de la chimie. Elle est jointe en annexe 1.

Les prescriptions des actes administratifs antérieurs en date du 3 juillet 2007 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 2 du présent arrêté.

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

2.3. L'exploitant doit être en possession de l'ensemble des pièces suivantes fournies par le laboratoire qu'il aura choisi, **avant le début des opérations de prélèvement et de mesures** afin de s'assurer que ce prestataire remplit bien les dispositions de l'annexe 2 du présent arrêté :

1. Justificatifs d'accréditations sur les opérations de prélèvements et d'analyse de substances dans la matrice « eaux résiduelles » 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. annexe 2.3 : 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 1 du présent arrêté ;
4. Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions de l'annexe 2.3 du présent arrêté.

2.4. Dans le cas où l'exploitant souhaite réaliser lui-même le prélèvement des échantillons, celui-ci doit fournir à l'inspection avant le début des opérations de prélèvement et de mesures, 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 au paragraphe 3 de l'annexe 2 du présent arrêté et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

Pour bénéficier de cette disposition, l'exploitant devra transmettre les éléments à l'inspection des installations classées **dans un délai de 2 mois à compter de la notification du présent arrêté** pour la surveillance initiale définie à l'article 3 du présent arrêté ;

Après transmission, l'exploitant ne pourra procéder par lui-même à ces opérations de prélèvement et d'échantillonnage qu'après avoir recueilli l'accord de l'inspection des installations classées.

2.5. Les mesures de surveillance des rejets aqueux déjà imposées à l'industriel par arrêté préfectoral sur des substances visées dans le présent arrêté peuvent se substituer à certaines mesures visées dans le présent arrêté, sous réserve du respect des conditions suivantes :

- ▣ la fréquence de mesures imposée dans le présent arrêté est respectée ;

- les modalités de prélèvement et d'analyses pour les mesures de surveillance répondent aux exigences de l'annexe 2, notamment sur les limites de quantification.

### Article 3 : Mise en œuvre de la surveillance initiale

#### 3.1. Programme de surveillance initiale

L'exploitant met en œuvre dans un délai de 4 mois à compter de la notification du présent arrêté, le programme de surveillance aux points de rejet des effluents industriels et des eaux pluviales susceptibles d'être polluées par l'activité industrielle de l'établissement dans les conditions suivantes :

Points de mesure	N°1 : Eaux industrielles et eaux pluviales en mélange	N°2 : Eaux pluviales Zone Est
Coordonnées Lambert des points de rejet dans le milieu	Sans Objet	X = 276038.78 Y = 2410555.81
Localisation des points de rejet (site)	X = 275180.85 Y = 2410826.46	X = 275344.46 Y = 2410701.03
Exutoire des rejets	STEP	La Rance
Valeur du QMNA5 aux points de rejet	Sans Objet	213 m³/jr
Liste des substances dangereuses	substances dangereuses visées dans l'annexe 1 du présent arrêté	substances dangereuses visées dans l'annexe 1 du présent arrêté
Périodicité des mesures	1 mesure par mois pendant 6 mois	1 mesure par mois pendant 6 mois
Durée de chaque prélèvement	24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation	Prélèvement ponctuel représentatif du rejet

Toute substance non détectée lors de la première mesure pourra faire l'objet d'une demande d'arrêt de surveillance auprès de l'inspection des installations classées. La demande devra être justifiée par la validation de l'INERIS (donnée contrôlée niveau 2 et non « incorrecte réductible »).

#### 3.2. Rapport de synthèse de la surveillance initiale

L'exploitant doit fournir à l'inspection des installations classées dans un délai de 13 mois à compter de la notification du présent arrêté un rapport de synthèse de la surveillance initiale devant comprendre notamment les éléments ci-dessous :

- un tableau récapitulatif des mesures comprenant :

- pour chaque campagne de mesure :
  - ✓ pour le point n°1 : le débit journalier de chaque prélèvement
  - ✓ pour le point n°2 : le débit journalier de rejet recalculé à partir d'une mesure de débit ponctuel
- pour chaque substance : sa concentration, son flux et les incertitudes qui leurs sont liées pour chacune des mesures réalisées. Doivent également être fournis les concentrations minimale, maximale et moyenne relevées au cours de la période de mesures, ainsi que les flux minimal, maximal et moyen (avec les incertitudes) et les limites de quantification pour chaque mesure ;

- l'ensemble des rapports d'analyses réalisées en application du présent arrêté ;
- l'ensemble des éléments permettant d'attester de la traçabilité de ces opérations de prélèvement et de mesure de débit et de vérifier le respect des dispositions de l'article 2 du présent arrêté ;
- des commentaires et explications sur les résultats obtenus et leurs éventuelles variations, en évaluant les origines possibles des substances rejetées, notamment au regard des activités industrielles exercées et des produits utilisés ;
- des propositions dûment argumentées, le cas échéant, si l'exploitant met en évidence la possibilité d'arrêter la surveillance de certaines substances, en référence aux dispositions de l'article 3.3 ;
- des propositions dûment argumentées, le cas échéant, si l'exploitant souhaite adopter un rythme de mesures autre que trimestriel pour la poursuite de la surveillance ;
- le cas échéant, les résultats de mesures de qualité des eaux d'alimentation en précisant leur origine (superficielle, souterraine ou adduction d'eau potable) ;
- l'extrait de l'état récapitulatif des données (via l'INERIS).

### 3.3. Critères de maintien de surveillance d'une substance

Afin de déterminer les substances qui seront maintenues en surveillance pérenne, plusieurs critères doivent être examinés dans l'ordre présenté ci-après. Dès qu'un critère est satisfait, la substance est maintenue en surveillance pérenne :

1- si la substance a été **contrôlée niveau 2 et qualifiée « d'incorrecte réductible »** par l'INERIS (cf. extrait récapitulatif des données de l'INERIS).

2- si le **flux journalier moyen émis est supérieur à la valeur figurant dans la colonne A du tableau de l'annexe 1** (avec prise en compte de l'étendue de l'incertitude sur la mesure).

Nota : Il s'agira du flux journalier moyen net si l'exploitant démontre la contamination du milieu en amont.

3- si le **flux journalier moyen émis est inférieur à la valeur figurant dans la colonne A** du tableau de l'annexe 1, le maintien de la surveillance est conditionné au respect de deux paramètres relatifs au milieu :

a) si la **concentration moyenne est supérieure à 10\*NQE** (norme de qualité environnementale figurant dans l'annexe 1 renvoyant à l'arrêté du 25 janvier 2010 modifié par les arrêtés du 8 juillet 2010 et du 28 juillet 2011)

Et

b) si le **flux journalier moyen émis est supérieur à 10% du flux théorique admissible par le milieu récepteur** (le flux admissible étant le produit du débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale sèche QMNA5 et de la NQE ou NQEp conformément aux explications de l'alinéa précédent).

Les critères à examiner sont :

✓ pour le point n°1 : les critères 1 puis 2

✓ pour le point n°2 : les critères 1 puis 2 puis 3

### 3.4. Critères d'obligation d'un programme d'action pour les substances en surveillance pérenne

Les substances, maintenues en surveillance pérenne selon les critères établis à l'alinéa 3.3 ci-dessus, feront l'objet d'une obligation de programme d'action si l'une des conditions ci-dessous est respectée :

1- le **flux journalier moyen émis est supérieur à la valeur figurant dans la colonne B du tableau de l'annexe 1** (avec prise en compte de l'étendue de l'incertitude sur la mesure).

Nota : Il s'agira du flux journalier moyen net si l'exploitant démontre la contamination du milieu en amont.

2- le **flux journalier moyen émis est inférieur à la valeur figurant dans la colonne B** du tableau de l'annexe 1 mais **supérieur à 100% du flux théorique admissible par le milieu récepteur** (le flux admissible étant le produit du débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale sèche QMNA5 et de la NQE ou NQEp conformément aux explications de l'alinéa précédent).

Les critères à examiner sont :

- ✓ pour le point n°1 : le critère 1
- ✓ pour le point n°2 : les critères 1 puis 2

Les modalités de cette obligation de programme d'action feront l'objet de prescriptions complémentaires suite à la validation du rapport de surveillance initiale par l'inspection des installations classées.

L'annexe 1 du présent arrêté reprend pour le site, par substance : la limite de quantification que le laboratoire doit atteindre, les valeurs des colonnes A et B de l'annexe 2 de la note du 27 avril 2011 rectifiée et la valeur de 10\*NQE à laquelle est comparée la concentration moyenne.

#### **Article 4 : Remontée d'informations sur l'état d'avancement de la surveillance des rejets- Déclaration des données relatives à la surveillance des rejets aqueux**

Les résultats des mesures du mois N sont saisis sur le site de télédéclaration du ministère chargé de l'environnement prévu à cet effet (<http://rsde.ineris.fr>) et sont transmis mensuellement à l'inspection des installations classées par voie électronique avant la fin du mois N+1.

La déclaration sur le site de l'INERIS est obligatoire, il est préférable qu'elle soit faite au fil de l'eau ; l'exploitant ayant l'obligation de transmettre l'extrait récapitulatif des données RSDE de l'INERIS à l'inspection des installations classées avec le rapport de surveillance initiale.

#### **Article 5 : 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 titre 1er du livre V du Code de l'Environnement.

#### **Article 6 : Délais et voies de recours**

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

Il peut être déféré auprès du Tribunal administratif de Rennes :

1° par les tiers, personnes physiques ou morales, les communes intéressées ou leurs groupements, en raison des inconvénients ou des dangers que le fonctionnement de l'installation présente pour les intérêts mentionnés aux articles L. 211-1 et L. 511-1 dans un délai d'un an à compter de la publication ou de l'affichage de la présente décision.

2° par les demandeurs ou exploitants, dans un délai de deux mois à compter de la date à laquelle la décision leur a été notifiée.

Toutefois, si la mise en service de l'installation n'est pas intervenue six mois après la publication ou l'affichage de ces décisions, le délai de recours continue à courir jusqu'à l'expiration d'une période de six mois après cette mise en service.

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

## **Article 7 : Publicité**

Conformément aux dispositions de l'article R.512-39 du code de l'environnement, un extrait du présent arrêté mentionnant qu'une copie du texte intégral est déposée aux archives des mairies et mise à la disposition de toute personne intéressée, sera affiché en mairie de DINARD pendant une durée minimum d'un mois.

Le maire de DINARD fera connaître par procès verbal, adressé à la préfecture de RENNES l'accomplissement de cette formalité.

Le même extrait sera affiché en permanence, de façon visible, sur le site de l'exploitation à la diligence de la société HYPRED.

Un avis au public sera inséré par les soins de la préfecture et aux frais de l'exploitant dans deux journaux diffusés dans tout le département.

## **Article 8 : Exécution**

Le Secrétaire Général de la préfecture d'Ille-et-Vilaine, le Directeur régional de l'environnement, de l'aménagement et du logement de Bretagne sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté dont une copie sera notifiée à M. le Directeur de la société HYPRED et à Madame le Maire de DINARD.

Fait à Rennes, le **11 JUIL. 2013**

Pour le Préfet,  
Le Secrétaire Général



Claude FLEUTIAUX

### **Liens vers les annexes de l'arrêté :**

Annexe 1 : Liste des substances dangereuses faisant partie du programme de surveillance pour l'activité de l'ICPE considéré

Annexe 2 : Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvement et d'analyses (annexe 5 de la circulaire du 5/01/2009)

Annexe 3 : Exemple de tableau récapitulatif des mesures

**Annexe 1 :**  
**Substances dangereuses (RSDE)**  
**concernées par le présent arrêté**



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

Substance	Code SANDRE	Catégorie de Substance : - 1 = dangereuses prioritaires, - 2 = prioritaires, - 3 = pertinentes liste 1, - 4 = pertinentes liste 2 - 5 = autres (RSDE)	Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : LQ en µg/L (source : annexe 5.2 de la circulaire du 05/01/2009)	Colonne A Flux journalier d'émission en g/jour (source annexe 2 de la circulaire du 27/04/2011)	Colonne B Flux journalier d'émission en g/jour (source annexe 2 de la circulaire du 27/04/2011)	Valeurs limites admissibles vis à vis du milieu (eaux douces de surfaces) : 10*NQE-MA ou 10*NQEP en µg/L
Nonylphénols	6598=1957+1958	1	0,1	2	10	3
Ethoxylate de nonylphénols somme(NP10E, NP20E)	6366	5	0,1	2	10	3
Octylphénols	6600=1920+1959	2	0,1	10	30	Si eaux douces de surface : 1 Si eaux côtières de transition : 0,1
Ethoxylates d'octylphénols somme(OP10E, OP20E)	6370	5	0,1	10	30	1
2 chloroaniline	1593	4	0,1	300	500	6,4
3 chloroaniline	1592	4	0,1	300	500	13
4 chloroaniline	1591	4	0,1	300	500	10
4-chloro-2 nitroaniline	1594	4	0,1	300	500	63
3,4 dichloroaniline	1586	4	0,1	300	500	0,05
Chloroalcanes C <sub>10</sub> -C <sub>13</sub>	1955	1	10	2	10	4
Biphényle	1584	4	0,05	300	2000	17
Epichlorhydrine	1494	4	0,5	300	500	13
Tributylphosphate	1847	4	0,1	300	2000	820
Acide chloroacétique	1465	4	25	300	500	5,8

Substance	Code SANDRE	Catégorie de Substance : - 1 = dangereuses prioritaires, - 2 = prioritaires, 3 = pertinentes liste 1, - 4 = pertinentes liste 2 - 5 = autres (RSDE)	Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : LQ en µg/L (source : annexe 5.2 de la circulaire du 05/01/2009)	Colonne A Flux journalier d'émission en g/jour (source annexe 2 de la circulaire du 27/04/2011)	Colonne B Flux journalier d'émission en g/jour (source annexe 2 de la circulaire du 27/04/2011)	Valeurs limites admissibles vis à vis du milieu (eaux douces de surfaces) : 10* NQE-MA ou 10*NQEp en µg/L
Tétabromodiphényléther (BDE 47)	2919	4				
Pentabromodiphényléther (BDE 99)	2916	1				
Pentabromodiphényléther (BDE 100)	2915	1				
Hexabromodiphényléther BDE 154	2911	4				
Hexabromodiphényléther BDE 153	2912	4				
Heptabromodiphényléther BDE 183	2910	4				
Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815	4				
Benzène	1114	2	1	20	100	Σ (incluant le Tribromodiphényléther Tri BDE 28) = 0,005
Ethylbenzène	1497	4	1	300	1000	Sans
Isopropylbenzène	1633	4	1	300	1000	Sans
Toluène	1278	4	1	300	1000	
Xylènes (Somme o,m,p)	1780	4	2	300	500	Si eaux douces de surface : 100 Si eaux côtières de transition : 80
Hexachlorobenzène	1199	1	0,01	2	5	200 220 740 100 0,1
Pentachlorobenzène	1888	1	0,02	2	5	Si eaux douces de surface : 0,07 Si eaux côtières de transition : 0,007

Substance	Code SANDRE	Catégorie de Substance : - 1 = dangereuses prioritaires, - 2 = prioritaires, - 3 = pertinentes liste 1, - 4 = pertinentes liste 2 - 5 = autres (RSDE)	Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : LQ en µg/L (source : annexe 5.2 de la circulaire du 05/01/2009)	Colonne A Flux journalier d'émission en g/jour (source annexe 2 de la circulaire du 27/04/2011)	Colonne B Flux journalier d'émission en g/jour (source annexe 2 de la circulaire du 27/04/2011)	Valeurs limites admissibles vis à vis du milieu (eaux douces de surfaces) : 10*NQE-MA ou 10*NQEp en µg/L
1,2,3 trichlorobenzène	1630	2	1	4	30	Σ = 4
1,2,4 trichlorobenzène	1283	2	1	4	30	
1,3,5 trichlorobenzène	1629	2	1	4	30	
Chlorobenzène	1467	4	1	300	1000	
1,2 dichlorobenzène	1165	4	1	300	500	320
1,3 dichlorobenzène	1164	4	1	300	500	100
1,4 dichlorobenzène	1166	4	1	300	500	100
1,2,4,5 tétrachlorobenzène	1631	4	0,05	300	500	200
1-chloro-2-nitrobenzène	1469	4	0,1	300	500	3,2
1-chloro-3-nitrobenzène	1468	4	0,1	300	500	260
1-chloro-4-nitrobenzène	1470	4	0,1	300	500	32
Pentachlorophénol	1235	2	0,1	4	30	20
4-chloro-3-méthylphénol	1636	4	0,1	300	500	4
2 chlorophénol	1471	4	0,1	300	500	92
3 chlorophénol	1651	4	0,1	300	500	60
4 chlorophénol	1650	4	0,1	300	500	40
2,4 dichlorophénol	1486	4	0,1	300	500	40
2,4,5 trichlorophénol	1548	4	0,1	300	500	100
2,4,6 trichlorophénol	1549	4	0,1	300	500	100
Hexachloropentadiène	2612	4	0,1	300	1000	41
1,2 dichloroéthane	1161	2	2	20	100	sans
Chlorure de méthylène (dichlorométhane)	1168	2	5	20	100	100

<b>Substance</b>	<b>Code SANDRE</b>	<b>Catégorie de Substance :</b> - 1 = dangereuses prioritaires, - 2 = prioritaires, 3 = pertinentes liste 1, - 4 = pertinentes liste 2 - 5 = autres (RSDE)	<b>Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : LQ en µg/L</b> (source : annexe 5.2 de la circulaire du 05/01/2009)	<b>Colonne A</b> <b>Flux journalier d'émission en g/jour</b> (source annexe 2 de la circulaire du 27/04/2011)	<b>Colonne B</b> <b>Flux journalier d'émission en g/jour</b> (source annexe 2 de la circulaire du 27/04/2011)	<b>Valeurs limites admissibles vis à vis du milieu (eaux douces de surfaces) :</b> <b>10*NQE-MA ou 10*NQEP en µg/L</b>
Hexachlorobutadiène	1652	1	0,5	2	10	1
Chloroforme (trichlorométhane)	1135	2	1	20	100	25
Tétrachlorure de carbone	1276	3	0,5	2	5	120
Chloroprène	2611	4	1	300	1000	320
3-chloroprène (chlorure d'allyle)	2065	4	1	300	1000	3,4
1,1 dichloroéthane	1160	4	5	300	2000	920
1,1 dichloroéthylène	1162	4	2,5	300	2000	116
1,2 dichloroéthylène	1163	4	5	300	2000	11 000
Hexachloroéthane	1656	4	1	300	1000	0,04
1,1,2,2 tétrachloroéthane	1271	4	1	300	2000	1400
Tétrachloroéthylène	1272	3	0,5	2	5	100
1,1,1 trichloroéthane	1284	4	0,5	300	1000	260
1,1,2 trichloroéthane	1285	4	1	300	2000	3 000
Trichloroéthylène	1286	3	0,5	2	5	100
Chlorure de vinyle	1753	4	5	300	500	5
2-chlorotoluène	1602	4	1	300	500	140
3-chlorotoluène	1601	4	1	300	500	140
4-chlorotoluène	1600	4	1	300	500	320
Anthracène	1458	1	0,01	2	10	1
Fluoranthène	1191	2	0,01	4	30	1
<b>Naphtalène</b>	<b>1517</b>	<b>2</b>	<b>0,05</b>	<b>20</b>	<b>100</b>	<i>Si eaux douces de surface : 24 Si eaux côtières de transition : 12</i>

Substance	Code SANDRE	Catégorie de Substance : - 1 = dangereuses prioritaires, - 2 = prioritaires, 3 = pertinentes liste 1, - 4 = pertinentes liste 2 - 5 = autres (RSDE)	Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : LQ en µg/L (source : annexe 5.2 de la circulaire du 05/01/2009)	Colonne A Flux journalier d'émission en g/jour (source annexe 2 de la circulaire du 27/04/2011)	Colonne B Flux journalier d'émission en g/jour (source annexe 2 de la circulaire du 27/04/2011)	Valeurs limites admissibles vis à vis du milieu (eaux douces de surfaces) : 10*NQE-MA ou 10*NQEp en µg/L
Acénaphthène	1453	4	0,01	300	500	7
Benzo (a) Pyrène	1115	1	0,01	2	10	0,5
Benzo (k) Fluoranthène	1117	1	0,01	2	10	Σ = 0,3
Benzo (b) Fluoranthène	1116	1	0,01	2	10	
Benzo (g,h,i) Pérylène	1118	1	0,01	2	10	Σ = 0,02
Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	1204	1	0,01	2	10	
Cadmium et ses composés <sup>1</sup>	1388	1	2	2	10	a) Si eaux douces de surface : Classe 1 = ≤ 0,8 Classe 2 = 0,8 Classe 3 = 0,9 Classe 4 = 1,5 Classe 5 = 2,5  b) si eaux côtières de transition : 0,2
Plomb et ses composés	1382	2	5	20	100	72
Mercurure et ses composés	1387	1	0,5	2	5	0,5
Nickel et ses composés	1386	2	10	20	100	200
Arsenic et ses composés	1369	4	5	10	100	42

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

<b>Substance</b>	<b>Code SANDRE</b>	<b>Catégorie de Substance :</b> - 1 = dangereuses prioritaires, - 2 = prioritaires, 3 = pertinentes liste 1, - 4 = pertinentes liste 2 - 5 = autres (RSDE)	<b>Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : LQ en µg/L</b> (source : annexe 5.2 de la circulaire du 05/01/2009)	<b>Colonne A</b> <b>Flux journalier d'émission en g/jour</b> (source annexe 2 de la circulaire du 27/04/2011)	<b>Colonne B</b> <b>Flux journalier d'émission en g/jour</b> (source annexe 2 de la circulaire du 27/04/2011)	<b>Valeurs limites admissibles vis à vis du milieu (eaux douces de surfaces) :</b> <b>10*NQE-MA ou 10*NQEp en µg/L</b>
Zinc et ses composés	1383	4	10	200	500	<i>Si Dureté inférieure ou égale à 24 mg CaCO3/l : 31</i>  <i>Si Dureté supérieure à 24 mg CaCO3/l : 78</i>
Cuivre et ses composés	1392	4	5	200	500	14
Chrome et ses composés	1389	4	5	200	500	34
2-nitrotoluène	2613	4	0,2	300	1000	Sans
Nitrobenzène	2614	4	0,2	300	1000	Sans
Tributylétain cation	2879	1	0,02	2	5	0,002
Dibutylétain cation	1771	4	0,02	300	500	1,7
Monobutylétain cation	2542	4	0,02	300	500	Sans
Triphénylétain cation	6372	4	0,02	300	500	Sans
Trifluraline	1289	2	0,05	4	100	0,3
Alachlore	1101	2	0,02	4	100	3
Atrazine	1107	2	0,03	4	30	6
Chlorfenvinphos	1464	2	0,05	4	100	1
Chlorpyrifos	1083	2	0,05	4	100	0,3
Diuron	1177	2	0,05	4	30	2
alpha Endosulfan	1178	1	0,02	2	5	
béta Endosulfan	1179	1	0,02	2	5	Σ = 0,05

Substance	Code SANDRE	Catégorie de Substance : - 1 = dangereuses prioritaires, - 2 = prioritaires, - 3 = pertinentes liste 1, - 4 = pertinentes liste 2 - 5 = autres (RSDE)	Limite de quantification à atteindre par les laboratoires : LQ en µg/L (source : annexe 5.2 de la circulaire du 05/01/2009)	Colonne A Flux journalier d'émission en g/jour (source annexe 2 de la circulaire du 27/04/2011)	Colonne B Flux journalier d'émission en g/jour (source annexe 2 de la circulaire du 27/04/2011)	Valeurs limites admissibles vis à vis du milieu (eaux douces de surfaces) : 10*NQE-MA ou 10*NQEp en µg/L
Hexachlorocyclohexane somme (alpha, gamma)	1200	1	0,02	2	5	Σ (incluant les isomères ayant les codes SANDRE 1201 et 1202) Si eaux douces de surface : 0,2 Si eaux côtières de transition : 0,02
	1203					
gamma isomère Lindane	1203	1	0,02	2	5	
Isoproturon	1208	2	0,05	4	30	3
Simazine	1263	2	0,03	4	30	10
PCB 28	1239	4	0,01	2	5	0,01
PCB 52	1241	4	0,01			
PCB 101	1242	4	0,01			
PCB 118	1243	4	0,01			
PCB 138	1244	4	0,01			
PCB 153	1245	4	0,01			
PCB 180	1246	4	0,01			
Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total	1314		30000			
Matières en Suspension	1841	Paramètres de suivi	300			
	1305		2000			

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



# SOMMAIRE

<b>1</b>	<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>18</b>
<b>2</b>	<b>PRESCRIPTIONS GENERALES.....</b>	<b>18</b>
<b>3</b>	<b>OPERATIONS DE PRELEVEMENT .....</b>	<b>18</b>
3.1	OPERATEURS DU PRELEVEMENT .....	19
3.2	CONDITIONS GENERALES DU PRELEVEMENT .....	19
3.3	MESURE DE DEBIT EN CONTINU .....	19
3.4	PRELEVEMENT CONTINU SUR 24 HEURES A TEMPERATURE CONTROLEE.....	20
3.5	ECHANTILLON .....	20
3.6	BLANCS DE PRELEVEMENT .....	20
<b>4</b>	<b>ANALYSES .....</b>	<b>21</b>
<b>5</b>	<b>TRANSMISSION DES RESULTATS .....</b>	<b>22</b>
<b>6</b>	<b>LISTE DES ANNEXES .....</b>	<b>23</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

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 2.3 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 2.3 sont téléchargeables sur le site <http://rsde.ineris.fr>.

⇒ Respecter les limites de quantification 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>2</sup>. Les échantillons acheminés au laboratoire dans un flaconnage d'une autre provenance devront être refusés par le laboratoire.

Le prélèvement doit être adressé afin d'être réceptionné par le laboratoire d'analyse au plus tard 24 heures après la fin du prélèvement, sous peine de refus par le laboratoire.

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

### **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 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>2</sup>.

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

### **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>3</sup> de nonylphénols (NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates<sup>3</sup> d'octylphénols (OP1OE et OP2OE). La recherche des éthoxylates peut être effectuée sans surcoût conjointement à celle des nonylphénols et des octylphénols par l'utilisation du projet de norme ISO/DIS 18857-2<sup>4</sup>.

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

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

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

### **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 2.1 (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.

La restitution pour chaque effluent chargé (MES ≥ 250 mg/l) sera la suivante pour l'ensemble des substances: valeur en µg/l obtenue dans la phase aqueuse, valeur en µg/kg obtenue dans la phase particulaire et valeur totale calculée en µg/l.

L'analyse des diphenyléthers polybromés (PBDE) n'est pas demandée dans l'eau, et sera à réaliser selon la norme ISO 22032 uniquement sur les MES dès que leur concentration est ≥ 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 µg/l pour chaque BDE.

## **5. Transmission des résultats**

L'application informatique GIDAF (Gestion Informatisée des Données d'autosurveillance fréquente) permettra à terme la saisie directe des informations demandées par l'annexe 2.1 et leur télétransmission à l'inspection et à l'INERIS, chargé du suivi de la qualité des prestations des laboratoires et du traitement des données issues de cette seconde campagne d'analyse des substances dangereuses. L'extension nationale de cette application informatique actuellement testée par certaines DRIRE est prévue pour le courant de l'année 2009.

Dans l'attente de l'utilisation généralisée de cet outil, c'est par le biais du site <http://rsde.ineris.fr> que l'annexe 2.2 (qui reprend les éléments demandés dans l'annexe 2.1) doit être transmise à l'INERIS par l'exploitant.

Les résultats d'analyses ainsi que les éléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances décrit à l'annexe 2.2 devront être adressés mensuellement par l'exploitant à l'inspection par courrier.

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

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

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

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

## Liste des annexes

Repère	Désignation	Nombre de pages
ANNEXE 2.1	INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE RESTITUTION AU FORMAT SANDRE	3
ANNEXE 2.2	TRAME DE RESTITUTION DES INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE FIGURANT A L'ANNEXE 2.3	1
ANNEXE 2.3	LISTE DES PIECES A FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATAIRE DE L'EXPLOITANT	5

**ANNEXE 2.1 : 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	Analyse réalisée sous accréditation Analyse réalisée hors accréditation
NUMERO DOSSIER ACCREDITATION			Numéro d'accréditation De type N° X-XXXX
FRACTION ANALYSEE		Imposé	3 : Phase aqueuse de l'eau 23 : Eau brute 41 : MES brutes
METHODE DE PREPARATION		L / L SPE SBSE SPE disk. L / S (MES) ASE (MES) SOXHLET (MES) Minéralisation Eau régale Minéralisation Acide nitrique Minéralisation autre	
TECHNIQUE DE DETECTION		FID TCD ECD GC/MS LC/MS GC/MS/MS GC/LRMS GC/LRMS/MS LC/MS/MS GC/HRMS GC/HRMS/MS FAAS ZAAS ICP/OES ICP/MS HPLC-DAD HPLC FLUO HPLC UV	
METHODE D'ANALYSE (norme ou à défaut le type de méthode)		texte	
LIMITE DE QUANTIFICATION	Valeur	Libre (numérique)	Libre (numérique)
	Unité	Imposé	EAU BRUTE : $\mu\text{g/l}$ ; PHASE AQUEUSE : $\mu\text{g/l}$ , MES (PHASE PARTICULAIRE) : $\mu\text{g/kg}$ sauf MES, DCO ou COT (unité en $\text{mg/l}$ )
	Incertitude de avec facteur d'élargissement (k=2)	Libre (numérique)	Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15
RESULTAT	Valeur	Libre (numérique)	Si résultat < limite de détection ou résultat < LQ : saisir dans résultat la valeur LD ou LQ et renseigner le Champ CODE REMARQUE DE L'ANALYSE

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

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



## ANNEXE 2.3 : LISTE DES PIECES A FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATAIRE A L'EXPLOITANT

### Justificatifs à produire

1. **Justificatifs** d'accréditations sur les opérations de prélèvements (si disponible) et d'analyse de substances dans la matrice « eaux résiduaires » comprenant a minima :
  - ✓ Numéro d'accréditation
  - ✓ Extrait de l'annexe technique sur les substances concernées
2. Liste de références en matière d'opérations de prélèvements de substances dangereuses dans les rejets industriels
3. Tableau des performances et d'assurance qualité à renseigner obligatoirement : les critères de choix pour l'exploitant pour la sélection d'un laboratoire prestataire sont repris dans ce tableau : substance accréditée ou non, et limite de quantification qui doivent être inférieures ou égales aux LQ de l'annexe 2.2.
4. Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions de l'annexe technique (modèle joint)

**TABLEAU DES PERFORMANCES ET ASSURANCE QUALITE  
A RENSEIGNER ET A 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)
<b>Alkylphénols</b>	Octylphénols	1920		
	OP1OE	6370		
	OP2OE	6371		
<b>Anilines</b>	2 chloroaniline	1593		
	3 chloroaniline	1592		
	4 chloroaniline	1591		
	4-chloro-2 nitroaniline	1594		
	3,4 dichloroaniline	1586		
<b>Autres</b>	Biphényle	1584		
	Epichlorhydrine	1494		
	Tributylphosphate	1847		
	Acide chloroacétique	1465		
<b>BDE</b>	Tétabromodiphényléther BDE 47	2919		
	Hexabromodiphényléther BDE 154	2911		
	Hexabromodiphényléther BDE 153	2912		
	Heptabromodiphényléther BDE 183	2910		
	Décabromodiphényléther (BDE 209)	1815		
<b>BTEX</b>	Benzène	1114		
	Ethylbenzène	1497		
	Isopropylbenzène	1633		
	Toluène	1278		
	Xylènes (Somme o,m,p)	1780		
<b>Chlorobenzènes</b>	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		
<b>Chlorophénols</b>	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		
<b>COHV</b>	Hexachloropentadiène	2612		
	1,2 dichloroéthane	1161		
	Chlorure de méthylène	1168		
	Chloroforme	1135		
	Tétrachlorure de carbone	1276		
	Chloroprène	2611		
	3-chloroprène (chlorure d'allyle)	2065		
	1,1 dichloroéthane	1160		
	1,1 dichloroéthylène	1162		
	1,2 dichloroéthylène	1163		
	Hexachloroéthane	1656		
	1,1,2,2 tétrachloroéthane	1271		
	Tétrachloroéthylène	1272		
	1,1,1 trichloroéthane	1284		
	1,1,2 trichloroéthane	1285		
	Trichloroéthylène	1286		
	Chlorure de vinyle	1753		
	<b>Chlorotoluènes</b>	2-chlorotoluène	1602	
3-chlorotoluène		1601		
4-chlorotoluène		1600		
<b>HAP</b>	Fluoranthène	1191		
	Naphtalène	1517		
	Acénaphthène	1453		
<b>Métaux</b>	Plomb et ses composés	1382		
	Nickel et ses composés	1386		

Famille	Substances	Code SANDRE	Substance Accréditée <sup>1</sup> oui / non sur matrice eaux résiduaires	LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire)
	Arsenic et ses composés	1369		
	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>	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		
<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 : « Chloroalcane C10-C13, diphenylétherbromés, alkylphénols et hexachloropentadiène ».

## ATTESTATION DU PRESTATAIRE

Je soussigné(e)

(Nom, qualité) .....

Coordonnées de l'entreprise : .....

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

- ❖ reconnais avoir reçu et avoir pris connaissance des prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses pour la mise en œuvre de la deuxième phase de l'action nationale de recherche et de réduction des rejets de substances dangereuses pour le milieu aquatique et des documents auxquels il fait référence.
- ❖ m'engage à restituer les résultats dans un délai de XXX mois après réalisation de chaque prélèvement<sup>9</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>9</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.



**Annexe 3 :**  
**Exemple de tableau récapitulatif des mesures**  
**(copie écran tableau excel)**

