

PREFET DE LA SEINE-MARITIME

**DIRECTION REGIONALE DE  
L'ENVIRONNEMENT, DE  
L'AMENAGEMENT ET DU LOGEMENT  
DE HAUTE-NORMANDIE**

**Service risques**

**Arrêté du 14 FEV. 2014**

**portant sur les prescriptions complémentaires dans le cadre de la recherche de substances dangereuses dans l'eau (RSDE) de la société EXXONMOBIL CHEMICAL FRANCE à Lillebonne.**

**Premières phase : surveillance initiale**

Le préfet de la région Haute-Normandie, préfet de la Seine-Maritime,  
commandeur de la Légion d'honneur

- Vu la directive 2008/105/CE du 16/12/2008 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 établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau (DCE) ;
- Vu le code de l'environnement et en particulier son titre 1<sup>er</sup> des parties réglementaires et législatives du Livre V ;
- Vu la nomenclature des installations classées codifiées 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 le décret n° 2004-374 du 29 avril 2004 modifié relatif aux pouvoirs des préfets, à l'organisation et à l'action des services de l'État dans les régions et les départements ;
- Vu le décret du Président de la République du 17 janvier 2013 nommant M. Pierre-Henry MACCIONI préfet de la région Haute-Normandie, préfet de la Seine-Maritime ;

Les dossiers d'installations classées font l'objet, pour leur gestion, d'un traitement informatisé. Le droit d'accès au fichier et de rectification prévu par l'article 27 de la loi n°78.17 du 6 janvier 1978 s'exerce auprès de la DREAL.

- 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 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 du 25 janvier 2010 établissant le programme de surveillance de l'état des eaux en application de l'article R.212-22 du code de l'environnement ;
- Vu l'arrêté du 25 janvier 2010 relatif aux méthodes et critères d'évaluation de l'état écologique, de l'état chimique et du potentiel écologique des eaux de surface pris en application des articles R.212-10, R.212-11 et R.212-18 du code de l'environnement ;
- Vu l'arrêté ministériel du 26 juillet 2010 approuvant le schéma national des données sur l'eau ;
- Vu l'arrêté ministériel du 27 octobre 2011 portant modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques au titre du code de l'environnement ;
- Vu l'arrêté préfectoral du 4 avril 2011 autorisant la société EXXONMOBIL CHEMICAL FRANCE à exploiter des installations de fabrication de polymères ;
- Vu l'arrêté n° 13-196 du 25 avril 2013 modifié portant délégation de signature à M. ÉRIC MAIRE, secrétaire général de la préfecture de la Seine-Maritime ;
- 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 (NQEp) » 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 les circulaires du 23 mars 2010 et du 27 avril 2011 sur les modalités d'adaptation des conditions de mise en œuvre de la circulaire du 5 janvier 2009 relative aux actions de recherche et de réduction des substances dangereuses dans les rejets aqueux des installations classées ;

- 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 le rapport établi par le comité de pilotage régional du SPPPI Basse Seine sur les rejets de substances dangereuses dans l'eau en Haute Normandie par les installations classées et les stations d'épuration urbaines – Campagnes de recherche 2003 – 2006 de novembre 2007 ;
- Vu le courrier de l'inspection du 26 juin 2013 qui propose à l'exploitant le projet d'arrêté préfectoral de mise en œuvre de la surveillance initiale ;
- Vu le courrier de l'exploitant du 8 août 2013 en réponse ;
- Vu le rapport de l'inspection des installations classées en date du 20 décembre 2013 ;
- Vu l'avis du conseil départemental de l'environnement et des risques sanitaires et technologiques en date du 14 janvier 2014 ;
- Vu la transmission du projet d'arrêté faite à l'exploitant en date du 23 janvier 2014.

#### **CONSIDERANT :**

- l'objectif de respect des normes de qualité environnementale dans le milieu en 2015 fixé par la directive 2000/60/CE ;
- les objectifs du SDAGE du bassin de la Seine et des cours d'eau côtiers normands 2010-2015 pour lutter contre les pollutions aquatiques ;
- les objectifs de réduction et de suppression de certaines substances dangereuses fixées dans la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007 ;
- 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 ;
- les effets toxiques, persistants et bioaccumulables des substances dangereuses visées par le présent arrêté sur le milieu aquatique ;
- l'établissement rejette dans la masse d'eau nommée le COMMERCE de code sandre FRHR265 déclassée de par la présence excédentaire des substances dangereuses suivantes :
  - Benzo(g,h,i)perylène,
  - Indeno(1,2,3-cd)pyrène,
- qu'il y a lieu, en conséquence, de faire application, à l'encontre de la société EXXONMOBIL CHEMICAL FRANCE, des dispositions prévues par l'article R.512-31 du code de l'environnement susvisé ;

## ARRETE

### **Article 1 : Objet**

La société EXXONMOBIL CHEMICAL FRANCE dont le siège social est situé à Tour Manhattan PARIS LA DEFENSE CEDEX (92400) doit respecter, pour ses installations implantées à l'adresse Route Départementale 173 à LILLEBONNE, les modalités du présent arrêté préfectoral complémentaire qui vise à fixer les modalités de surveillance et de déclaration des rejets de substances dangereuses dans l'eau afin d'améliorer la connaissance qualitative et quantitative des rejets de ces substances.

Les prescriptions des actes administratifs antérieurs, notamment l'arrêté préfectoral en date du 4 avril 2011 sont complétées par celles du présent arrêté.

### **Article 2 : Sanctions**

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.

En outre, l'exploitant devra se conformer strictement aux dispositions édictées par le livre II (titre III) – parties législative et réglementaire – du Code du Travail et aux textes pris pour son application dans l'intérêt de l'hygiène et de la sécurité des travailleurs. Sur sa demande, tous renseignements utiles lui seront fournis par l'inspection du travail pour l'application de ces règlements.

### **Article 3 :**

Une copie du présent arrêté devra être tenue au siège de l'exploitation, à la disposition des autorités chargées d'en contrôler l'exécution. Par ailleurs, ce même arrêté devra être affiché en permanence de façon visible à l'intérieur de l'établissement.

### **Article 4 :**

Le présent arrêté ne préjudicie en rien aux dispositions du code de l'urbanisme. Dans l'hypothèse où un permis de construire est nécessaire, son instruction doit faire l'objet d'une demande distincte.

### **Article 5 :**

L'établissement demeurera soumis à la surveillance de la police, de l'inspection des installations classées, de l'inspection du travail et des services d'incendie et de secours, ainsi qu'à l'exécution de toutes mesures ultérieures que l'administration jugerait nécessaire d'ordonner dans l'intérêt de la sécurité et de la salubrité publique.

### **Article 6 :**

En cas de contraventions dûment constatées aux dispositions qui précèdent, le titulaire du présent arrêté pourra faire l'objet des sanctions prévues à l'article L-514.1 du code de l'environnement indépendamment des condamnations à prononcer par les tribunaux compétents.

Sauf cas de force majeure, le présent arrêté cessera de produire effet si les installations ne sont pas exploitées pendant deux années consécutives.

**Article 7 :**

Au cas où la société serait amenée à céder son exploitation, le nouvel exploitant ou son représentant devra en faire la déclaration aux services préfectoraux dans le mois suivant la prise en charge de l'exploitation.

S'il est mis un terme au fonctionnement de l'activité, l'exploitant est tenu d'en faire la déclaration au moins trois mois avant la date de cessation, dans les formes prévues à l'article R.512-74 du code de l'environnement et de prendre les mesures qui s'imposent pour remettre le site dans un état tel qu'il ne s'y manifeste aucun des dangers ou inconvénients mentionnés à l'article L-511.1 du code de l'environnement.

**Article 8 :**

Conformément à l'article R. 514-3-1 du code de l'environnement, la présente décision ne peut être déférée qu'au tribunal administratif de ROUEN. Le délai de recours est de deux mois pour l'exploitant à compter du jour où la présente décision lui a été notifiée et d'un an pour 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, à compter de la publication ou de l'affichage de cette décision. Toutefois, si la mise en service de l'installation n'est pas intervenue six mois après la publication ou l'affichage de cette décision, le délai de recours continue à courir jusqu'à l'expiration d'une période de six mois après cette mise en service.

**Article 9 :**

Les droits des tiers sont et demeurent expressément réservés.

**Article 10 :**

Le secrétaire général de la préfecture de la Seine-Maritime, le sous-préfet du Havre, le maire de LILLEBONNE, le directeur régional de l'environnement, de l'aménagement et du logement de Haute-Normandie, les inspecteurs des installations classées, le directeur départemental des services d'incendie et de secours, ainsi que tous agents habilités des services précités et toutes autorités de police et de gendarmerie sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté, dont copie sera affichée pendant une durée minimum d'un mois à la porte de la mairie de LILLEBONNE.

Un avis sera inséré aux frais de la société intéressée dans deux journaux d'annonces légales du département.

Fait à Rouen, le 14 FEV. 2014

Pour le préfet, et par délégation,  
le secrétaire général



ÉRIC MAIRE

ROUEN, le : 14 FEV. 2014

LE PRÉFET,

Pour le Préfet et par délégation,  
Le Secrétaire Général

Eric MAIRE

Prescriptions annexées à l'arrêté préfectoral du  
**EXXONMOBIL CHEMICAL FRANCE à Lillebonne**  
**(LPP)**

La société EXXONMOBIL CHEMICAL FRANCE dont le siège social est situé à Tour Manhattan PARIS LA DEFENSE CEDEX (92400) doit respecter, pour ses installations implantées à l'adresse Route Départementale 173 à LILLEBONNE, les modalités du présent arrêté préfectoral complémentaire qui vise à fixer les modalités de surveillance et de déclaration des rejets de substances dangereuses dans l'eau afin d'améliorer la connaissance qualitative et quantitative des rejets de ces substances.

Les prescriptions des actes administratifs antérieurs, notamment l'arrêté préfectoral en date du 4 avril 2011 sont complétées par celles du présent arrêté.

**Article unique :**

Il est ajouté au titre 4 « Protection des ressources en eaux et des milieux aquatiques » de l'arrêté préfectoral cadre du 4 avril 2011, le chapitre 4.4 et les articles suivants s'y rattachant ainsi que l'annexe 1 « Rejets aqueux ».

**« Chapitre 4.4. Recherche de substances dangereuses dans l'eau**

**Article 4.4.1 : Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses**

**4.4.1.1** Les prélèvements et analyses réalisés en application du présent arrêté doivent respecter les dispositions de l'**annexe 1-5** du présent arrêté.

**4.4.1.2** 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.

**4.4.1.3** 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 1-5** du présent arrêté :

1. Justificatifs d'accréditations sur les opérations de prélèvements 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 (**Annexe 1-2**) qui doivent être inférieures ou égales à celles de l'**annexe 1-1** du présent arrêté préfectoral complémentaire doit être **complété et remis** à l'inspection des installations classées,

4. Attestation du prestataire (**Annexe 1-3 à compléter**) s'engageant à respecter les prescriptions figurant à l'**annexe 1-5** du présent arrêté.

L'exploitant transmet au plus tard un mois avant la réalisation de la première mesure de la surveillance initiale un courrier à l'inspection des installations classées l'informant de l'organisme qu'il aura choisi pour procéder aux prélèvements et aux analyses du programme de surveillance initiale.

**4.4.1.4** 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 4-4-2 du présent arrêté, les procédures qu'il aura établies démontrant la fiabilité et la reproductibilité de ses pratiques de prélèvement et de mesure de débit. Ces procédures doivent intégrer les points détaillés aux paragraphes 3.2 à 3.6 du document figurant en **annexe 1-5** du présent arrêté préfectoral et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

**4.4.1.5** Les mesures de surveillance des rejets aqueux imposées à l'industriel par l'arrêté préfectoral du 4 avril 2011 sur des substances mentionnées à l'annexe 1-1 du présent arrêté peuvent se substituer à certaines mesures mentionnées dans le présent arrêté (annexe 1), sous réserve que :

- la fréquence des mesures imposée à l'article 3 soit respectée
- les modalités de prélèvement et d'analyses pour les mesures de surveillance réalisées en application de l'arrêté préfectoral du 4 avril 2011 répondent aux exigences de l'annexe 1-5 du présent arrêté préfectoral complémentaire, notamment sur les limites de quantification.

#### **Article 4.4.2 : Mise en œuvre de la surveillance initiale**

L'exploitant met en œuvre **sous 6 mois** à compter de la notification du présent arrêté, le programme de surveillance au point de rejet défini à l'article 4.3.4 de l'arrêté cadre du 4 avril 2011 des effluents industriels **et** des eaux pluviales susceptibles d'être polluées par les activités industrielles de l'établissement dans les conditions suivantes :

- x Les substances à rechercher au cours des 6 mesures sont indiquées dans l'**annexe 1-1** du présent arrêté
- x La périodicité à respecter est de 1 mesure par mois pendant 6 mois.
- x Les prélèvements devront être effectués sur une durée de 24h représentatives du fonctionnement de l'installation.

L'exploitant a la possibilité d'adopter un rythme de mesures autre à condition que sa demande soit transmise à l'inspection des installations classées par courrier et dûment argumentées par des considérations liées au fonctionnement de l'installation (rejet non continu mais par bâchée)

La recherche des substances **en italique** listées dans le tableau de l'annexe 1-1, pourra être abandonnée après non détection au cours des **3 premières mesures**, réalisées dans les conditions techniques de l'**annexe 1-5** du présent arrêté préfectoral. Cette demande d'abandon devra être transmise au service instructeur par courrier et devra faire l'objet d'une validation de celui-ci avant de pouvoir considérer l'abandon de la surveillance comme effectif. Seuls les arguments pertinents et étayés par des preuves vérifiables (résultats de mesures complémentaires ou descriptifs de composition de produits utilisés) pourront conduire à l'abandon des substances en italique de la liste des substances à surveiller.

#### Article 4.4.3 : Rapport de synthèse de la surveillance initiale

L'exploitant doit fournir dans un délai maximal de 15 mois à compter de la notification du présent arrêté préfectoral un rapport de synthèse de la surveillance initiale devant comprendre :

- Un tableau récapitulatif des mesures sous une forme synthétique selon le modèle de l'**annexe 1-4**. Ce tableau comprend, pour chaque substance, sa concentration et son flux journalier (flux journalier = concentration mesurée x débit journalier mesuré), pour chacune des mesures réalisées.
- x Le tableau comprend également pour les 6 échantillons
  - x les concentrations (minimale, maximale et moyenne) mesurées avec la concentration moyenne égale à la moyenne arithmétique pondérée par les débits des mesures effectuées. La prise en compte des incertitudes sur l'ensemble des mesures devra apparaître dans le tableau.  
De plus, si une concentration, mesurée au cours d'une des 6 analyses, est inférieure à la limite de quantification de travail du laboratoire, la valeur à prendre en compte dans le calcul de la moyenne devra être **égale à la moitié de la limite de quantification indiquée par le laboratoire**. Cette limite de quantification (LQ laboratoire) ne pouvant pas par ailleurs être supérieure à la limite de quantification indiquée à l'**annexe 1-1** du présent arrêté.
  - x les débits (minimal, maximal et moyen) mesurés avec l'étendue de l'incertitude sur l'ensemble des mesures
  - x les flux journaliers (minimal, maximal et moyen) avec la valeur de l'incertitude, calculés à partir des 6 campagnes de mesures. Le flux journalier moyen étant égal à la moyenne arithmétique des flux journaliers calculés pour chaque mesure.
  - x les limites de quantification pour chaque mesure;
- L'ensemble des rapports d'analyses réalisées en application du présent arrêté (avec la mention des incertitudes);
- L'état récapitulatif de la conformité des données issu de l'analyse faite par l'Inéris. Cet état doit être téléchargé à partir de l'espace personnalisé qui a été attribué à chaque exploitant sur le site RSDE de l'Inéris. Doivent en particulier apparaître dans ce rapport les dates de transmission des données et la qualification attribuée par l'Inéris sur la conformité de ces données au regard des prescriptions techniques mentionnées à l'annexe 1-5;
- Des éléments permettant de justifier de la représentativité des mesures par rapport aux conditions de fonctionnement habituelles de l'installation (production, pas de maintenance exceptionnelle, débit du rejet comparé au débit de l'autosurveillance, etc....)
- Les coordonnées géographiques en Lambert II étendu du ou des différents points de rejets de l'établissement ou à défaut un plan de localisation précis du ou des points de rejets ;
- L'ensemble des éléments permettant d'attester de la traçabilité de ces opérations de prélèvement et de mesure de débit et permettant de vérifier le respect des dispositions de l'article 2 du présent arrêté (transmettre les annexes 2 et 3 dûment complétées);
- 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 et basées sur les critères définis à l'article 5 du présent arrêté, de classement des substances visées par la surveillance initiale suivant les catégories suivantes :
  - x substances à abandonner (pas de surveillance pérenne)
  - x substances à surveiller dans le cadre de la surveillance pérenne
  - x substances à surveiller dans le cadre de la surveillance pérenne et pour lesquelles un plan d'action visant à réduire ou supprimer leurs rejets est nécessaire
- Le cas échéant, les résultats de mesures de la qualité des eaux d'alimentation en précisant leur origine et leur utilisation.

#### **Article 4.4.4 : Conditions à satisfaire pour l'abandon de la surveillance d'une substance en phase pérenne**

La surveillance des substances présentes dans le rejet des eaux résiduaires de l'établissement visées à l'article 3 du présent arrêté pourra être abandonnée si au moins l'une des conditions suivantes est vérifiée :

Condition 1 : La concentration moyenne, obtenue en effectuant la moyenne arithmétique pondérée par les débits des mesures effectuées, est strictement inférieure à la limite de quantification LQ définie à l'**annexe 1-1** du présent arrêté.

Condition 2 : Le flux moyen journalier est strictement inférieur à la valeur figurant dans la colonne A du tableau de l' **annexe 1-1** du présent arrêté.

Dans le cas où il a été clairement démontré qu'une partie du flux de la substance provenait d'une contamination des eaux amont alors c'est le flux journalier net (flux journalier net = flux moyen journalier moins le flux importé par les eaux amonts) qui devra être strictement inférieur à la valeur figurant dans la colonne A du tableau de l'**annexe 1-1** du présent arrêté. Cet argument ne sera valable uniquement si le milieu prélevé est strictement le même que le milieu récepteur (cette disposition n'est **pas valable** pour une eau prélevée en nappe et rejetée en rivière).

Cependant, le critère 2 visé ci-dessus ne pourra s'appliquer si la substance rejetée est à l'origine d'un impact local. Les arguments permettant de conclure à un impact local du rejet sont les suivants :

x Toutes les concentrations mesurées pour la substance sont supérieures à  $10 \times \text{NQE}$  ;  
(NQE étant la Norme de Qualité Environnementale réglementaire fixées par l'arrêté ministériel du 25 janvier 2010 modifié)

x Le flux journalier moyen émis est supérieur 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).

x La contamination du milieu récepteur par la substance rejetée a été clairement identifiée et avérée (substance déclassant la masse d'eau ou substance affichée comme paramètre responsable de non atteinte du bon état des eaux dans les documents de planification et de gestion des eaux SDAGE, SAGE ou PAOT ou concentration de la substance dans le milieu très proche de la NQE voire dépassant la NQE).

De plus, une substance n'ayant pas été prélevée ou analysée conformément aux conditions fixées par l'annexe 1-5 du présent arrêté et dont la mesure a été qualifiée d' « incorrecte-réductible » par l'administration, ne pourra être abandonnée. Elle fera l'objet de mesures complémentaires dans le cadre de la surveillance pérenne.

Enfin, il est rappelé que, conformément aux dispositions de la DCE, la suppression des substances dangereuses prioritaires est prévue à l'horizon 2021. Ainsi, même pour toutes les substances détectées au cours de la campagne de mesures de la phase initiale et répondant aux critères d'abandon fixés ci-dessus, l'exploitant étudiera et prendra toutes les dispositions envisageables pour que ses émissions puissent être supprimées à cette échéance.

#### **Article 4.4.5 : Remontée des informations sur l'état d'avancement de la surveillance des rejets**

##### **4.4.5.1. Déclaration des données relatives à la surveillance des rejets aqueux**

Les résultats des mesures du mois N réalisées au titre de la surveillance initiale des rejets aqueux et en application de l'article 3 du présent arrêté devront être saisis et transmis **mensuellement** avant la fin du mois N+1 à l'inspection des installations classées par voie électronique et à l'INERIS par le biais du site <http://rsde.ineris.fr> avec en plus les éléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances figurant en annexe 1 du présent arrêté.

##### **4.4.5.2. Déclaration annuelle des émissions polluantes**

Les substances faisant l'objet de d'un maintien de la surveillance dans le cadre de la phase pérenne devront 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.

#### **Article 4.4.6 : Utilisation d'herbicides**

Il est interdit d'utiliser des herbicides à base d'alachlore, d'atrazine, diuron, d'isoproturon, de simazine ou de trifluraline pour traiter les espaces verts.

#### **Article 4.4.7 : Émissions de chloroalcanes C10 – C13**

L'exploitant n'utilise pas de chloroalcanes C10 – C13.

L'exploitant est dans l'obligation d'informer l'inspection des installations classées de toute modification de cet état de fait. Il devra alors, sous réserve d'être autorisé, réaliser une déclaration annuelle des émissions polluantes correspondantes (par le biais d'un bilan matière notamment). »

Vu pour être annexé à mon arrêté  
en date du : ..14 FEV. 2014...

ROUEN, le : 14 FEV. 2014

Annexe n°2:

LE PRÉFET,

annexes communes aux projets d'arrêtés préfectoraux complémentaires.

Pour le Préfet et par délégation,  
Le Secrétaire Général

Eric MAIRE

- ANNEXE 2 : Tableau des performances et assurance qualité
- ANNEXE 3 : Attestation du Prestataire
- ANNEXE 4.1 Format de restitution des informations demandées par prélèvement, par paramètre et par fraction analysée
- ANNEXE 4.2 :Contenu des informations demandées par prélèvement, par paramètre et par fraction analysée (restitution au format Sandre)
- ANNEXE 5 :Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses

## ANNEXE 2

### TABLEAU DES PERFORMANCES ET ASSURANCE QUALITÉ A RENSEIGNER PAR LE LABORATOIRE ET À RESTITUER A L'EXPLOITANT

(Annexe 5.5 de la circulaire du 5 janvier 2009)

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)
<b>Alkylphénols</b>	Nonylphénols	6598		
	NP1OE	6366		
	NP2OE	6369		
	Octylphénols	6600		
	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>	Chloroalcanes C <sub>10</sub> -C <sub>12</sub>	1955		
	Biphényle	1584		
	Epichlorhydrine	1494		
	Tributylphosphate	1847		
	Acide chloroacétique	1465		
	Tétrabromodiphényléther 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		
	<b>BTEX</b>	Benzène	1114	
Ethylbenzène		1497		
Isopropylbenzène		1633		
Toluène		1278		
Xylènes (Somme o,m,p)		1780		
<b>Chlorobenzènes</b>	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 résiduaires	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		
	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		
	<b>Chlorotoluènes</b>	2-chlorotoluène	1602	
3-chlorotoluène		1601		
4-chlorotoluène		1600		
<b>HAP</b>	Anthracène	1458		
	Fluoranthène	1191		
	Naphtalène	1517		
	Acénaphtène	1453		
	Benzo (a) Pyrene	1115		
	Benzo (k) Fluoranthène	1117		
	Benzo (b) Fluoranthène	1116		
	Benzo (g,h,i) Perylene	1118		
	Indène (1,2,3-cd) Pyrene	1204		
<b>Métaux</b>	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		
	Zinc et ses composés	1383		
	Cuivre et ses composés	1392		
	Chrome et ses composés	1389		
<b>Nitro aromatiques</b>	2-nitrotoluène	2613		
	Nitrobenzène	2614		
<b>Organoétains</b>	tributylétain cation	2679		
	Dibutylétain cation	7074		

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)
<b>PCB</b>	Monobutylétain cation	2542		
	Triphénylétain cation	6372		
	PCB 28	1239		
	PCB 52	1241		
	PCB 101	1242		
	PCB 118	1243		
	PCB 138	1244		
	PCB 153	1245		
	PCB 180	1246		
<b>Pesticides</b>	Trifluraline	1289		
	Alachlore	1101		
	Atrazine	1107		
	Chlorfenvinphos	1464		
	Chlorpyrifos	1083		
	Diuron	1177		
	Alpha Endosulfan	1178		
	beta Endosulfan	1179		
	alpha Hexachlorocyclohexane	1200		
	gamma isomère Lindane	1205		
	Isoproturon	1208		
	Simazine	1263		
<b>Paramètres de suivi</b>	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, diphénylétherbromés, alkylphénols et hexachloropentadiène ».

## ANNEXE 3

### 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.



#### 4.2- CONTÉNU DES INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE (RESTITUTION AU FORMAT SANDRE)

POUR CHAQUE PRELEVEMENT : INFORMATIONS DEMANDEES		
Critère SANDRE	Valeurs possibles	Exemples de restitution
<b>IDENTIFICATION DE L'ORGANISME DE PRÉLEVEMENT</b>	Imposé	Code Sandre du prestataire de prélèvement Code exploitant
<b>IDENTIFICATION DE L'ÉCHANTILLON</b>	Texte	Champ libre permettant d'identifier l'échantillon.  Référence donnée par le laboratoire
<b>TYPE DE PRÉLEVEMENT</b>	Liste déroulante	- Asservi au débit  - Proportionnel au temps  - Prélèvement ponctuel
<b>PÉRIODE DE PRÉLEVEMENT DATE DÉBUT</b>	Date	Date de début  Format JJ/MM/AAAA
<b>DURÉE DE PRÉLEVEMENT</b>	Nombre	Durée en Nombre d'heures
<b>RÉFÉRENTIEL DE PRÉLEVEMENT</b>	Texte	Champ destiné à recevoir la référence à la norme de prélèvement
<b>DATE DERNIER CONTRÔLE MÉTROLOGIQUE DU DÉBITMÈTRE</b>	Date	Renseigne la date du dernier contrôle métrologique valide du débitmètre
<b>NOMBRE D'ÉCHANTILLON</b>	Nombre entier	Nombre de prélèvements pour constituer l'échantillon moyen (valeur par défaut 1)
<b>BLANC SYSTEME PRÉLEVEMENT</b>		Oui, Non
<b>BLANC ATMOSPHÈRE</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>TEMPÉRATURE DE L'ENCEINTE (ARRIVÉE 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
<b>CODE SANDRE PARAMETRE</b>		Imposé	
<b>DATE DE DÉBUT D'ANALYSE PAR LE LABORATOIRE</b>		Date	Date de début d'analyse par le laboratoire Format JJ/MM/AAAA
<b>NOM PARAMETRE</b>		Imposé	Nom sandre
<b>REFERENTIEL</b>		Imposé	Analyse réalisée sous accréditation Analyse réalisée hors accréditation
<b>NUMERO DOSSIER ACCREDITATION</b>			Numéro d'accréditation De type N° X-XXXX
<b>FRACTION ANALYSEE</b>		Imposé	3 : Phase aqueuse de l'eau 23 : Eau brute 41 : MES brutes
<b>METHODE DE PREPARATION</b>		L / L SPE SBSE SPE disk. L / S (MES) ASE (MES) SOXHLET (MES) Minéralisation Eau régale Minéralisation Acide nitrique Minéralisation autre	
<b>TECHNIQUE DE DETECTION</b>		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	
<b>METHODE D'ANALYSE</b> (norme ou à défaut le type de méthode)		texte	
<b>LIMITE DE QUANTIFICATION</b>	<b>Valeur</b>	Libre (numérique)	Libre (numérique)
	<b>Unité</b>	Imposé	EAU BRUTE : µg/l ; PHASE AQUEUSE : µg/l , MES (PHASE PARTICULAIRE) : µg/kg

POUR CHAQUE PARAMETRE ET POUR CHAQUE FRACTION ANALYSEE : INFORMATIONS DEMANDEES			
	<b>Incertitude avec facteur d'élargissement (k=2)</b>	Libre (numérique)	sauf MES, DCO ou COT ( <i>unité en mg/l</i> ) Pour une incertitude de 15%, la valeur échangée sera 15
<b>RESULTAT</b>	<b>Valeur</b>	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
	<b>Unité</b>	Imposé	<b>EAU BRUTE : <math>\mu\text{g/l}</math> ; PHASE AQUEUSE : <math>\mu\text{g/l}</math> , MES (PHASE PARTICULAIRE) : <math>\mu\text{g/kg}</math></b>
	<b>Incertitude avec facteur d'élargissement (k=2)</b>	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

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

#### 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

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'article 2 du présent arrêté avant le début des opérations de prélèvement et de mesures afin de justifier qu'il remplit bien les dispositions de la présente annexe.
- Respecter les limites de quantification listées à l'**annexe 1** du présent arrêté 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 (fourniture des mêmes attestations)

**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 PRELEVEMENT

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

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

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

### 3.2 CONDITIONS GÉNÉRALES DU PRELEVEMENT

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

### 3.3 MESURE DE DÉBIT EN CONTINU

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

<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 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 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>1</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 <sup>3</sup> 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 diphenyléthers polybromés.
- ↪ Dans le cas des **métaux**, l'analyse demandée est une détermination de la concentration en **métal total** contenu dans l'effluent (aucune filtration), obtenue après digestion de l'échantillon selon les normes en vigueur :
  - Norme ISO 15587-1 "Qualité de l'eau Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau Partie 1 : digestion à l'**eau régale**" ou
  - Norme ISO 15587-2 "Qualité de l'eau Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau Partie 2 : digestion à l'**acide nitrique**".

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

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

<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

- ↳ Les performances analytiques à atteindre pour les eaux résiduaires sont indiquées en **ANNEXE 5.2.** de la circulaire du 5 janvier 2009 et sont également reprises à l'**annexe 1** du présent arrêté. Elles sont issues de l'exploitation des limites de quantification transmises par les prestataires d'analyses dans le cadre de l'action RSDE depuis 2005.

### **Prise en compte des MES**

- ↳ Le laboratoire doit préciser et décrire de façon détaillée les méthodes mises en œuvre en cas de concentration en MES > 50 mg/L.
- ↳ Pour les paramètres visés à l'annexe 1 (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 1** : 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  $\geq 50 \text{ mg/l}$ . La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ équivalente dans l'eau de  $0,05 \text{ µg/l}$  pour chaque BDE.