Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

**PRÉFÈTE DE LA SEINE-MARITIME**

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

**Service Risques**

**Arrêté du** 31 MAI 2016

**portant prescriptions complémentaires sur la demande d'une surveillance pérenne sur les rejets de certaines substances dangereuses dans l'eau à la société COTAC France à ROUEN**

LA PRÉFÈTE DE LA RÉGION NORMANDIE, PRÉFÈTE DE LA SEINE-MARITIME,
OFFICIER DE LA LÉGION D'HONNEUR,
OFFICIER DE L'ORDRE NATIONAL DU MÉRITE,

Vu la directive 2000/60/CE établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau (DCE) ;

Vu la directive 2008/105/CE du 16/12/2008 établissant des normes de qualité environnementale dans le domaine de l'eau ;

Vu le code de l'environnement et en particulier son titre 1er des parties réglementaires et législatives du Livre V et ses articles L. 516-1, R. 512-31 et R. 516-1 et suivants ;

Vu la nomenclature des installations classées codifiées à l'annexe de l'article R. 511-9 du code de l'environnement ;

Vu les décrets n° 2013-375 du 2 mai 2013 et n° 2010-369 du 13 avril 2010 modifiant la nomenclature des installations classées ;

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 décembre 2015 nommant Mme. Nicole KLEIN préfète de la région Normandie, préfète de la Seine-Maritime ;

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 31 janvier 2008 relatif à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets ;

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 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, R212-11 et R212-18 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 n° 16-001 du 1er janvier 2016 portant délégation de signature à M. Yvan CORDIER, secrétaire général de la préfecture de Seine-Maritime ;

Vu les actes antérieurs et notamment les arrêtés préfectoraux du 10 mai 1981 et du 18 février 1994 autorisant la société HOYER à exploiter une station de lavage de citernes mobiles sise 5, boulevard du Midi à ROUEN ;

Vu l'arrêté préfectoral complémentaire du 11 octobre 2012 prescrivant la surveillance initiale de l'action de recherche de substances dangereuses dans les rejets ;

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 notes du DGPR aux services du 23 mars 2010 et 27 avril 2011,

Vu la note technique DEB/DGPR du 11 juin 2015 relative aux objectifs nationaux de réduction des émissions, rejets et pertes de substances dangereuses dans les eaux de surface et à leur déclinaison dans les SDAGE 2016-2021 ;

Vu le rapport d'étude de l'institut national de l'environnement industriel et des risques (INERIS) N°DRC-07-82 615-13836C du 15/01/08 faisant état de la synthèse des mesures de substances dangereuses dans l'eau réalisée dans certains secteurs industriels ;

Vu le rapport établi par le comité de pilotage régional du secrétariat permanent pour la prévention des pollutions industrielles (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 récépissé daté du 07 juillet 2005 relatif à la prise de possession par la société COTAC France des activités exploitées précédemment par la société HOYER, 5 boulevard du Midi à ROUEN,

Vu le rapport complété établi par la société ITGA référencé 76COT_S1 V3 et daté du 1er décembre 2015 présentant la synthèse des résultats des analyses menées dans le cadre de la surveillance initiale ;

Vu le courrier de l'inspection du 24 mars 2016 qui propose à l'exploitant le projet d'arrêté préfectoral de mise en œuvre de la surveillance pérenne ;

Vu le courrier de l'exploitant du 08 avril 2016 en réponse ;

Vu le rapport de l'inspection des installations classées en date du 18 avril 2016 ;

Vu la délibération du conseil départementale de l'environnement et des risques sanitaires et technologiques en date du 10 mai 2016 ;

Vu la transmission du projet d'arrêté faite à l'exploitant le 11 mai 2016.

**CONSIDERANT :**

les objectifs de respect des normes de qualité environnementale dans le milieu fixés par la directive 2000/60/CE ;
les objectifs de réduction et de suppression de certaines substances dangereuses fixés dans la note technique DEB/DGPR du 11 juin 2015 ;

la nécessité d'évaluer qualitativement et quantitativement par une surveillance périodique les rejets de substances dangereuses dans l'eau, issus du fonctionnement de l'établissement au titre des installations classées pour la protection de l'environnement, puis de déclarer les niveaux d'émission de ces substances 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 ;

que l'établissement est raccordé à la station d'épuration de la ville du PETIT-QUEVILLY dont l'exutoire se rejette dans la masse d'eau nommée Seine Estuaire Amont de code sandre FRHT01 déclassée de par la présence excédentaire des substances dangereuses ;

qu'il y a lieu, en conséquence, de faire application, à l'encontre de la société COTAC France des dispositions prévues à l'article R. 512-31 du code de l'environnement susvisé,

*Sur proposition du secrétaire général de la préfecture,*

# ARRÊTE

**Article 1er – Objet**

La société COTAC France, ci-après dénommée « l'exploitant », dont le siège social est situé à 5, boulevard du Midi – 76107 ROUEN Cedex 1 est tenue de respecter, pour ses installations situées sur le territoire de la commune de ROUEN, les prescriptions du présent arrêté préfectoral complémentaire, qui visent à fixer les modalités de surveillance et de déclaration des rejets de substances dangereuses dans l'eau qui ont été identifiées lors de la surveillance initiale.

Les prescriptions des actes administratifs antérieurs, notamment les arrêtés préfectoraux en date du 10 mai 1981 et 18 février 1994, sont complétées par celles du présent arrêté.

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

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

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

Dans le cas où l'exploitant souhaite réaliser lui-même le prélèvement des échantillons, il doit fournir à l'inspection avant le début des opérations de prélèvements et de mesures prévues au chapitre 12.2 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 du présent arrêté préfectoral complémentaire et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

**Article 3 – Mise en œuvre de la surveillance pérenne**

L'exploitant met en œuvre sous 3 mois à compter de la notification du présent arrêté, le programme de surveillance au(x) point(s) de rejet des effluents industriels de l'établissement, dans les conditions suivantes :

| Nom du rejet | Substance | Périodicité | Durée de chaque prélèvement | Limite de quantification à atteindre par substance par les laboratoires en µg/l *(source : annexe 5.2 de la circulaire du 5 janvier 2009)* |
|---|---|---|---|---|
| Eaux de rejets BASSIN N°6 | Nonylphénols | 1 mesure par trimestre | 24 heures représentatives du fonctionnement de l'installation *(la durée peut être adaptée sur justification de l'exploitant selon son activité)* | 0,1 |

Cette surveillance pérenne est à réaliser pendant une durée minimale de 2 ans et demi. A l'issue de cette période et au vu de l'évolution des flux rejetés pour chaque substance, une actualisation de la surveillance peut être engagée à la demande de l'exploitant.

**Article 4 – Remontée des informations sur l'état d'avancement de la surveillance des rejets**

**4.1 - Déclaration des données relatives à la surveillance des rejets aqueux**

Les résultats des mesures du mois M réalisées au titre de la surveillance pérenne des substances dangereuses dans les rejets et en application de l'article 3 du présent arrêté devront être saisis et transmis au plus tard avant la fin du mois M+1 à l'inspection des installations classées sur le site de télédéclaration du ministère en charge de l'environnement prévu à cet effet (gestion informatisée des données d'autosurveillance fréquente - GIDAF) suivant les modalités définies en accord avec l'inspection des installations classées.

**4.2- Déclaration annuelle des émissions polluantes**

Les substances faisant l'objet de la surveillance pérenne visées à l'article 3 du présent arrêté doivent faire l'objet d'une déclaration annuelle conformément aux dispositions de l'arrêté ministériel du 31 janvier 2008 relatif au registre et à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets quel que soit le flux annuel rejeté. Ces déclarations peuvent être établies à partir des mesures de surveillance prévues à l'article 2 du présent arrêté ou par toute autre méthode plus précise qui devra être préalablement validée par les services de l'inspection.

**Article 5 -**

Une copie du présent arrêté est tenue au siège de l'exploitation, à la disposition des autorités chargées d'en contrôler l'exécution et est affichée en permanence de façon visible à l'intérieur du site.

**Article 6 -**

L'établissement est soumis à la surveillance de l'inspection des installations classées 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 7 -**

En cas de contraventions dûment constatées aux dispositions qui précèdent, le titulaire du présent arrêté peut faire l'objet, indépendamment de sanctions pénales, de sanctions administratives prévues par la législation sur les installations classées.

Sauf cas de force majeure, le présent arrêté cesse de produire effet si l'établissement n'est pas exploité pendant deux années consécutives.

**Article 8 -**

Au cas où la société est amenée à céder son exploitation, le nouvel exploitant ou son représentant fait 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. 512-46-25 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 9 -**

Le présent arrêté peut être déféré auprès du tribunal administratif de ROUEN :

1° dans un délai d'un an à compter de la publication ou de l'affichage de la présente décision, 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 du code de l'environnement ;

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

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 10 -**

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 disposition de toute personne intéressée, sera affiché en mairie de ROUEN pendant une durée minimum d'un mois.

Le maire de ROUEN fera connaître par procès-verbal, adressé à la préfecture de la Seine-Maritime, l'accomplissement de cette formalité.
Le même extrait sera affiché en permanence, de façon visible, sur le site de l'exploitant à la diligence de la société COTAC.

Un avis au public sera inséré par les soins de la préfecture et aux frais de la société COTAC dans deux journaux diffusés dans tout le département :

1. Paris-Normandie, Édition de Rouen,
2. LIBERTE DIMANCHE.

**Article 11 -**

Le secrétaire général de la préfecture de la Seine-Maritime, le directeur régional de l'environnement, de l'aménagement et du logement et l'inspection des installations classées pour la protection de l'environnement sont chargés chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté dont copie est adressée au maire de ROUEN et à la société COTAC France.

*Fait à ROUEN, le* 31 MAI 2016

Pour la préfète, et par délégation,
le secrétaire général

Yvan CORDIER

Vu pour être annexé à mon arrêté en date du :
31 MAI 2016

Rouen, le 31 MAI 2016
le préfet
Pour la Préfète et par délégation,
le Secrétaire Général
Yvan CORDIER

# Annexe 1

# 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 être accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la matrice " **Eaux Résiduaires**", pour chaque substance à analyser. Afin de justifier de cette accréditation, le laboratoire devra fournir à l'exploitant l'ensemble des documents listés ci-dessous avant le début des opérations de prélèvement et de mesures afin de justifier qu'il remplit bien les dispositions de la présente annexe:

1. justificatifs d'accréditation sur les opérations de prélèvements et d'analyse de substances dans la matrice "eaux résiduaires" comprenant à 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 (**sous-annexe A à compléter et à transmettre à l'inspection**) précisant les limites de quantification pour l'analyse de chacune des substances visées. Ces limites de quantification doivent être inférieures ou égales à celles indiquées à l'article 3 du présent arrêté.
4. Attestation du prestataire (**sous-annexe B à compléter et à transmettre à l'inspection**) s'engageant à respecter les prescriptions figurant à l'annexe 1 du présent arrêté.

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 prelèvement 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[1]. 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 precriptions 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 prélevement 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.**

---

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

- 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). <u>Le préleveur devra lors de la restitution préciser la méthodologie de prélèvement mise en oeuvre</u>.

- 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[1].

- 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

***<u>Blanc du système de prélèvement</u>*** **:**

***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 ≥ 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[2] de nonylphénols (NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates[2] 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[3].

- Certains paramètres de suivi habituel de l'établissement, à savoir la **DCO** (Demande Chimique en Oxygène) ou **COT** (Carbone Organique Total) en fonction de l'arrêté préfectoral en vigueur, et les **MES** (Matières en Suspension) seront analysés systématiquement dans chaque effluent selon les normes en vigueur (cf. notes [4], [5],[6] et [7]) afin de vérifier la représentativité de l'activité de l'établissement le jour de la mesure.

- Les performances analytiques à atteindre pour les eaux résiduaires sont indiquées en **ANNEXE 5.2.**de la circulaire du 5 janvier 2009 et sont également reprises à l'**article 3** 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'article 3 (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.

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

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

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

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

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

7 NF T 90-105-2 : Qualité de l'eau : Dosage des matières en suspension Méthode par centrifugation

- 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 de **l'article 3** : 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 diphényléthers polybromés (**PBDE**) n'est pas demandée dans l'eau, et sera à réaliser selon la norme ISO 22032 **uniquement sur les MES** dès que leur concentration est ≥ 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.

# Sous-annexe A

## 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[1] oui / non sur matrice eaux résiduaires | LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire) |
|---|---|---|---|---|
| *Alkylphénols* | | | | |
| | Octylphénols | 6600 | | |
| | OP1OE | 6370 | | |
| | OP2OE | 6371 | | |
| *Anilines* | 2 chloroaniline | 1593 | | |
| | 3 chloroaniline | 1592 | | |
| | 4 chloroaniline | 1591 | | |
| | 4-chloro-2 nitroaniline | 1594 | | |
| | 3,4 dichloroaniline | 1586 | | |
| *Autres* | | | | |
| | Biphényle | 1584 | | |
| | Epichlorhydrine | 1494 | | |
| | Tributylphosphate | 1847 | | |
| | Acide chloroacétique | 1465 | | |
| | Tétrabromodiphényléther BDE 47 | 2919 | | |
| *BDE* | | | | |
| | Hexabromodiphényléther BDE 154 | 2911 | | |
| | Hexabromodiphényléther BDE 153 | 2912 | | |
| | Heptabromodiphényléther BDE 183 | 2910 | | |
| | Décabromodiphényléther (BDE 209) | 1815 | | |
| *BTEX* | Benzène | 1114 | | |
| | Ethylbenzène | 1497 | | |
| | Isopropylbenzène | 1633 | | |
| | Toluène | 1278 | | |
| | Xylènes (Somme o,m,p) | 1780 | | |
| *Chlorobenzènes* | | | | |
| | 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 | | |
| | 1-chloro-2-nitrobenzène | 1469 | | |
| | 1-chloro-3-nitrobenzène | 1468 | | |

| Famille | Substances | Code SANDRE | Substance Accréditée[1] oui / non sur matrice eaux résiduaires | LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire) |
|---|---|---|---|---|
| | 1-chloro-4-nitrobenzène | 1470 | | |
| *Chlorophénols* | 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 | | |
| *COHV* | Hexachloropentadiène | 2612 | | |
| | 1,2 dichloroéthane | 1161 | | |
| | Chlorure de méthylène | 1168 | | |
| | [illegible] | [illegible] | | |
| | Chloroforme | 1135 | | |
| | [illegible] | [illegible] | | |
| | 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 | | |
| | [illegible] | [illegible] | | |
| | 1,1,1 trichloroéthane | 1284 | | |
| | 1,1,2 trichloroéthane | 1285 | | |
| | [illegible] | [illegible] | | |
| | Chlorure de vinyle | 1753 | | |
| *Chlorotoluènes* | 2-chlorotoluène | 1602 | | |
| | 3-chlorotoluène | 1601 | | |
| | 4-chlorotoluène | 1600 | | |
| *HAP* | [illegible] | [illegible] | | |
| | Fluoranthène | 1191 | | |
| | Naphtalène | 1517 | | |
| | Acénaphtène | 1453 | | |
| | [illegible] | [illegible] | | |
| *Métaux* | Plomb et ses composés | 1382 | | |
| | [illegible] | [illegible] | | |
| | 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 | | |
| *Nitro aromatiques* | 2-nitrotoluène | 2613 | | |
| | Nitrobenzène | 2614 | | |
| *Organoétains* | [illegible] | [illegible] | | |
| | Dibutylétain cation | 7074 | | |
| | Monobutylétain cation | 2542 | | |
| | Triphénylétain cation | 6372 | | |

| Famille | Substances | Code SANDRE | Substance Accréditée[1] oui / non sur matrice eaux résiduaires | LQ en µg/l (obtenue sur une matrice eau résiduaire) |
|---|---|---|---|---|
| *PCB* | PCB 28 | 1239 | | |
| | PCB 52 | 1241 | | |
| | PCB 101 | 1242 | | |
| | PCB 118 | 1243 | | |
| | PCB 138 | 1244 | | |
| | PCB 153 | 1245 | | |
| | PCB 180 | 1246 | | |
| *Pesticides* | Trifluraline | 1289 | | |
| | Alachlore | 1101 | | |
| | Atrazine | 1107 | | |
| | Chlorfenvinphos | 1464 | | |
| | Chlorpyrifos | 1083 | | |
| | Diuron | 1177 | | |
| | [redacted] | | | |
| | Isoproturon | 1208 | | |
| | Simazine | 1263 | | |
| *Paramètres de suivi* | Demande Chimique en Oxygène ou Carbone Organique Total | 1314<br>1841 | | |
| | Matières en Suspension | 1305 | | |

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

# Sous-annexe B

## 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 [8]
- 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 »

[8] 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.