

PRÉFET DES LANDES

Direction de la réglementation et des  
Libertés publiques  
bureau des élections, de la réglementation et des  
installations classées pour la protection de  
l'environnement  
Dossier suivi par B. LABAT  
Téléphone : 05.58.06.59 15

PR/DRLP/1<sup>er</sup> B/2011/n° 58

**ARRETE PREFECTORAL COMPLEMENTAIRE**  
**Contrôle des substances dangereuses rejetées par les effluents liquides**  
**de l'établissement Société Dacquoise d'Assainissement et de Dégazage à Dax**

Le préfet des Landes

- Vu** la directive 2008/105/EC du 24 décembre 2008 établissant des normes de qualité environnementale dans le domaine de l'eau ;
- VU** la directive 2006/11/CE concernant la pollution causée par certaines substances dangereuses déversées dans le milieu aquatique de la Communauté ;
- VU** la directive 2000/60/CE du 23 octobre 2000 établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau (DCE) ;
- VU** le code de l'environnement et notamment son titre 1<sup>er</sup> des parties réglementaires et législatives du Livre V, notamment son article R.512-31 ;
- VU** la nomenclature des installations classées codifiée à l'annexe de l'article R511-9 du code de l'environnement ;
- VU** les articles R.211-11-1 à R.211-11-3 du titre 1 du livre II du code de l'environnement relatifs au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- VU** l'arrêté ministériel du 2 février 1998 modifié relatif aux prélèvements et à la consommation d'eau ainsi qu'aux émissions de toute nature des installations classées pour la protection de l'environnement soumises à autorisation ;
- VU** l'arrêté ministériel du 20 avril 2005 modifié pris en application du décret du 20 avril 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- VU** l'arrêté ministériel du 30 juin 2005 modifié relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- VU** l'arrêté ministériel du 31 janvier 2008 relatif à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets ;
- VU** la circulaire ministérielle DPPR/DE du 4 février 2002 qui organise une action nationale de recherche et de réduction des rejets de substances dangereuses dans l'eau par les installations classées ;
- VU** la circulaire ministérielle DCE 2005/12 du 28 juillet 2005 relative à la définition du « bon état » ;
- VU** la circulaire ministérielle DE/DPPR du 7 mai 2007 définissant les « normes de qualité environnementale provisoires (NQE<sub>p</sub>) » et les objectifs nationaux de réduction des émissions de certaines substances ;

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

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

**VU** l'arrêté préfectoral n° 1993/07 du 1<sup>er</sup> février 1993 autorisant la Société Dacquoise d'Assainissement et de Dégazage à exploiter, zone industrielle n° 1 à Dax, une installation de traitement d'eaux chargées en hydrocarbures ainsi qu'une installation de lavage de véhicules ;

**VU** l'arrêté préfectoral complémentaire du 3 décembre 2002 relatif à la surveillance de l'eau souterraine ;

**VU** le courrier de l'inspection des installations classées adressé à l'exploitant le 8 novembre 2010 lui communiquant le projet d'arrêté préfectoral 3RSDE, pour information et observations ;

**VU** la réponse de la Société Dacquoise d'Assainissement et de Dégazage du 20 décembre 2010 ;

**VU** le rapport de l'inspection des installations classées du 10 décembre 2010 ;

**VU** l'avis du CODERST formulé lors de sa réunion du 4 janvier 2011 ;

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

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

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

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

Sur proposition du secrétaire général de la préfecture,

## **ARRETE**

### **Article 1 : Objet**

La Société Dacquoise d'Assainissement et de Dégazage, dont le siège social est situé zone industrielle n°1 - rue de l'industrie - BP 225 - 40405 DAX, doit respecter, pour ses installations exploitées à la même adresse, les modalités du présent arrêté préfectoral complémentaire, qui vise à fixer les modalités de surveillance des rejets de substances dangereuses dans l'eau afin d'améliorer la connaissance qualitative et quantitative des rejets de ces substances.

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

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

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

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

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

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

1. Justificatifs d'accréditations sur les opérations de prélèvements (si disponible) et d'analyse de substances dans la matrice « eaux résiduaires » comprenant a minima :
  - a. Numéro d'accréditation
  - b. Extrait de l'annexe technique sur les substances concernées
2. Liste de références en matière d'opérations de prélèvements de substances dangereuses dans les rejets industriels
3. Tableau des performances et d'assurance qualité précisant les limites de quantification pour l'analyse des substances qui doivent être inférieures ou égales à celles de l'annexe 5.2 de l'annexe du présent arrêté préfectoral complémentaire.
4. Attestation du prestataire s'engageant à respecter les prescriptions figurant à l'annexe du présent arrêté préfectoral complémentaire.

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

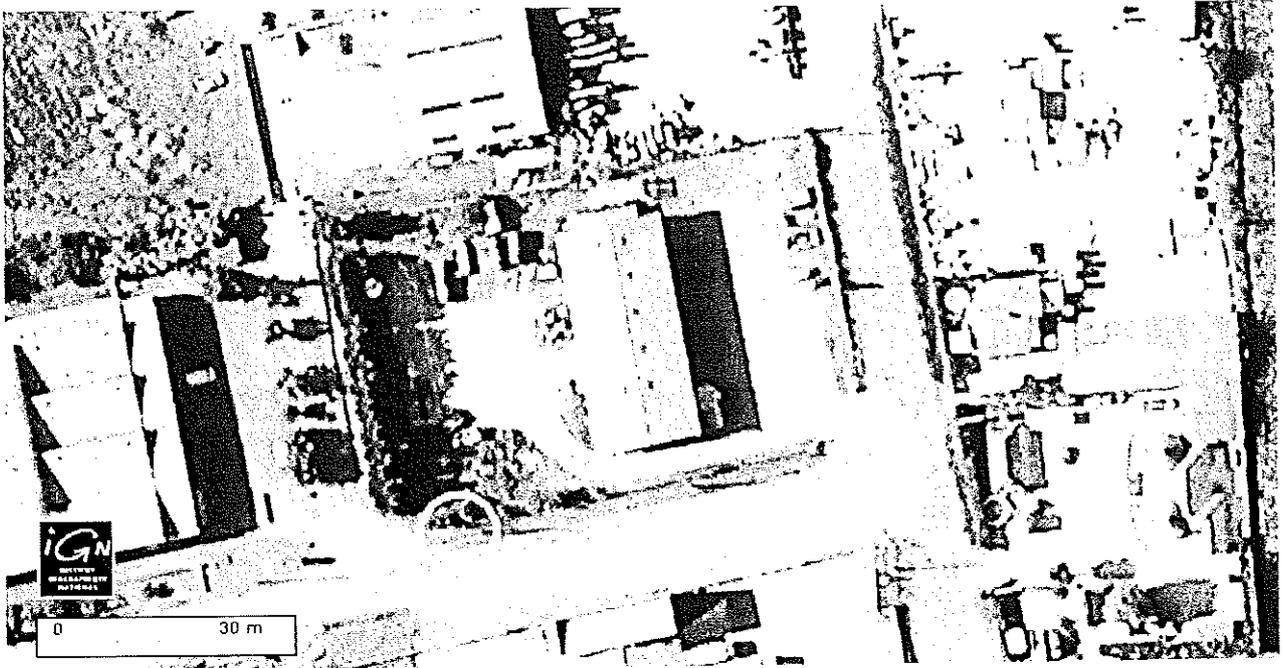
2.4 Dans le cas où l'exploitant souhaite réaliser lui-même le prélèvement des échantillons, celui-ci doit fournir à l'inspection avant le début des opérations de prélèvement et de mesures prévues à l'article 3 du présent arrêté, les procédures qu'il aura établies démontrant la fiabilité et la reproductibilité de ses pratiques de prélèvement et de mesure de débit. Ces procédures doivent intégrer les points détaillés aux paragraphes 3.2 à 3.6 du document figurant en annexe du présent arrêté préfectoral et préciser les modalités de traçabilité de ces opérations.

2.5 Les mesures de surveillance des rejets aqueux imposées à l'exploitant par l'arrêté préfectoral du 1<sup>er</sup> février 1993 susvisé sur des substances mentionnées à l'article 3 du présent arrêté peuvent se substituer à certaines mesures mentionnées à l'article 3, sous réserve que la fréquence de mesures imposée à l'article 3 soit respectée et que les modalités de prélèvement et d'analyses pour les mesures de surveillance réalisées en application de ce texte répondent aux exigences de l'annexe du présent arrêté, notamment sur les limites de quantification.

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

La Société Dacquoise d'Assainissement et de Dégazage met en œuvre, sous **6 mois** à compter de la remise en service de l'installation de traitement (accidentée début novembre 2010), le programme de surveillance des rejets liquides de son établissement, dans les conditions précisées plus bas.

Les effluents visés par le présent arrêté sont les eaux résiduaires visées à l'article 3.2 des prescriptions techniques annexées à l'arrêté préfectoral du 1<sup>er</sup> février 1993 susvisé. Le point de rejet est localisé dans la partie Sud de l'établissement, dans le cercle représenté ci-dessous :



Au plus tard 1 semaine après qu'elle ait eu lieu, l'exploitant informe par écrit l'inspection des installations classées de la date de remise en service de l'installation de traitement accidentée début novembre 2010. *Cette obligation d'information ne dispense pas des obligations préalables à la remise en service, fixées notamment par l'arrêté préfectoral d'urgence du 26 novembre 2010.*

<i>Substance</i>	<i>Classement de la substance</i>	<i>Périodicité</i>	<i>Durée de chaque prélèvement</i>	<i>Limite de quantification à atteindre par substance par les laboratoires en µg/l</i>	
Nonylphénols	1			0,1	
Hexachlorocyclohexane (alpha isomère)	1			0,02	
Anthracène	1			0,1	
Arsenic et ses composés	4			5	
Cadmium et ses composés	1			2	
Di-chloro-méthane (chlorure de méthylène)	2			5	
Chrome et ses composés	4			5	
Cuivre et ses composés	4			5	
Diuron	2			0,05	
Fluoranthène	2			0,1	
Hexachlorocyclohexane (gamma isomère - Lindane)	1			0,02	
Mercure et ses composés	1			0,5	
Naphthalène	2			0,05	
Nickel et ses composés	2			10	
Plomb et ses composés	2			5	
Tétra-chloro-éthylène	3			0,5	
Tri-chloro-éthylène	3			0,5	
Toluène	4			1	
Zinc et ses composés	4			10	
Simazine	2	<b>3 mesures initiales puis 1 mesure par mois pendant 3 mois</b> si la substance est quantifiée lors d'au moins une des trois mesures initiales (si elle ne l'est pas, la surveillance est abandonnée).		0,03	
Atrazine	2			0,03	
Benzène	2			1	
Chloroforme	2			1	
Ethyl-benzène	4			1	
Isoproturon	2			0,05	
Tri-butyl-étain cation	1			0,02	
Di-butyl-étain cation	4			0,02	
Mono-butyl-étain cation	4			0,02	
Octyl-phénols	2			0,1	
Penta-bromo-di-phényl-éther (BDE 99)	1		Les mesures initiales doivent être faites dans un intervalle n'excédant pas 3 mois.		La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ dans l'eau de 0,05 µg/l pour chaque BDE.
Penta-bromo-di-phényl-éther (BDE 100)	1				

<i>Penta-chloro-phénol</i>	2	mois.	0,1
<i>Tri-butyl-phosphate</i>	4		0,1
<i>Xylènes (somme o, m, p)</i>	4		2

- 1 : *Substances Prioritaires Dangereuses issues de l'annexe X de la Directive cadre sur l'eau 2000/60/CE (+ anthracène et endosulfan)*
- 2 : *Substances Prioritaires issues de l'annexe X de la Directive cadre sur l'eau n° 2000/60/CE*
- 3 : *Substances pertinentes issues de la liste I de la directive 2006/11/CE (anciennement Directive 76/464/CEE) et ne figurant pas à l'annexe X de la Directive cadre sur l'eau n° 2000/60/CE*
- 4 : *Substances pertinentes issues de la liste II de la directive n° 2006/11/CE (anciennement Directive 76/464/CEE).*

L'établissement n'est pas autorisé pour le lavage de citernes transportant des matières autres que les déchets traités dans son établissement ou que des hydrocarbures carburants répondant aux spécifications commerciales (gazole, fioul, super, essence).

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

L'exploitant transmet à l'inspection des installations classées, dans un délai maximal de **15 mois** à compter de la remise en service de l'installation de traitement (accidentée début novembre 2010), un rapport de synthèse de la surveillance initiale. Ce rapport de synthèse devra comprendre :

##### **4.1 Dans tous les cas**

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

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

- Des propositions dûment argumentées. L'exploitant pourra notamment demander la suppression de la surveillance des substances présentes dans le rejet des eaux industrielles qui répondront à au moins l'une des trois conditions suivantes (la troisième condition n'étant remplie que si les deux critères 3.1 et 3.2 qui la composent sont tous les deux respectés) :
  1. Il est clairement établi que ce sont les eaux amont qui sont responsables de la présence de la substance dans les rejets de l'établissement ;
  2. Toutes les concentrations mesurées pour la substance sont strictement inférieures à la limite de quantification LQ définie pour cette substance à l'annexe 5.2 du document figurant en annexe du présent arrêté préfectoral complémentaire;
  3. 3.1 Toutes les concentrations mesurées pour la substance sont inférieures à 10\*NQE (norme de qualité environnementale ou, en l'attente de leur adoption en droit français, 10\*NQEp, norme de qualité environnementale provisoire fixée dans la circulaire DE/DPPR du 7 mai 2007) ;

**ET 3.2** Tous les flux journaliers calculés pour la substance sont inférieurs à 10% du flux journalier théorique admissible par le milieu récepteur (le flux journalier admissible étant calculé à partir du produit du débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale sèche QMNA5 et de la NQE ou NQEp conformément aux explications de l'alinéa précédent).

- L'exploitant transmettra à l'inspection des installations classées un tableau tel que celui de l'article 3 des substances dont le suivi est conservé et un tableau des substances dont il propose l'abandon du suivi.

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

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

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

Sous **21 mois** à compter de la remise en service de l'installation de traitement (accidentée début novembre 2010), l'exploitant poursuit le programme de surveillance au point de rejet des effluents industriels de son établissement, dans les conditions initialement fixées aux articles 2 et 3, excepté la périodicité des mesures qui devient trimestrielle.

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

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

L'exploitant fournit au Préfet, au plus tard **36 mois** à compter de la remise en service de l'installation de traitement (accidentée début novembre 2010), une étude technico-économique, faisant référence à l'état de l'art en la matière, accompagnée d'un échéancier de réalisation pouvant s'échelonner jusqu'en **2021**, répondant aux objectifs suivants pour l'ensemble des substances figurant dans la surveillance prescrite à l'article 5 ci-dessus :

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

Pour chacune des substances pour lesquelles l'exploitant propose des possibilités de réduction ou de suppression, celui-ci devra faire apparaître dans l'étude mentionnée au premier alinéa, l'estimation chiffrée

pour chaque substance concernée, du rejet évité par rapport au rejet annuel moyen de l'installation avant réduction (en valeur absolue en kg/an et en valeur relative en %).

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

L'exploitant doit fournir, dans un délai de **54 mois** (4 ans et 6 mois) après la remise en service de l'installation de traitement (accidentée début novembre 2010), un rapport de synthèse de la surveillance pérenne devant comprendre :

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

- Les éléments énoncés à l'article 4.1.

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

- Les éléments énoncés à l'article 4.2.

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

- Les éléments énoncés à l'article 4.3.

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

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

Les résultats des mesures du mois N réalisées en application des articles 3 et 5 du présent arrêté sont saisis sur le site de télé déclaration du ministère chargé de l'environnement prévu à cet effet et sont transmis mensuellement à l'inspection des installations classées par voie électronique avant la fin du mois N+1.

Dans l'attente de la possibilité d'utilisation généralisée à l'échelle nationale de l'outil de télé déclaration du ministère ou si l'exploitant n'utilise pas la transmission électronique via le site de télé déclaration mentionné à l'alinéa précédent, il est tenu de transmettre trimestriellement par écrit à l'inspection des installations classées un rapport de synthèse relatif aux résultats des mesures et analyses imposées aux articles 3 et 5 ainsi que les éléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances figurant en annexe 5.4 du document figurant en annexe du présent arrêté.

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

Les substances faisant l'objet de la surveillance pérenne décrite à l'article 5 du présent arrêté doivent faire l'objet d'une déclaration annuelle conformément aux dispositions de l'arrêté ministériel du 31 janvier 2008 *relatif au registre et à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets*. Ces déclarations peuvent être établies à partir des mesures de surveillance prévues à l'article 5 du présent arrêté pour les émissions de substances dangereuses dans l'eau ou par toute autre méthode plus précise validée par les services de l'inspection, notamment dans le cas d'émissions dans le sol pour les boues produites par l'installation faisant l'objet d'un plan d'épandage.

### **Article 9 :**

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

### **Article 10 : DELAIS ET VOIES DE RECOURS**

Conformément au décret n° 2010-1701 du 30 décembre 2010 portant application de l'article L 514-6 du code de l'environnement et relatif aux délais de recours en matière d'installations classées et d'installations, ouvrages travaux et activités visés à l'article L 214-1 du code de l'environnement :

- un délai de deux mois est laissé à l'exploitant à compter de la date à laquelle la décision lui a été notifiée, pour déférer cette décision auprès du tribunal administratif de PAU,
- un délai d'un an est laissé aux tiers à compter de la publication ou de l'affichage de cette décision, pour la déférer auprès du tribunal administratif de PAU.

### **Article 11 :**

Une copie du présent arrêté sera déposée à la mairie de DAX.

### **Article 12 :**

Le maire de DAX est chargé de faire afficher en mairie, pendant une durée minimum d'un mois, un extrait du présent arrêté énumérant les prescriptions auxquelles l'installation est soumise. Ce même extrait sera affiché en permanence de façon visible dans les locaux de l'établissement.

Un avis sera inséré par mes soins et aux frais de Monsieur Pierre BRENIER Président de la société dacquoise d'assainissement et de dégazage – zone industrielle – 1 rue de l'industrie BP 225 40105 DAX CEDEX - dans deux journaux locaux diffusés dans le département des Landes.

### **ARTICLE 13 :**

Le secrétaire général de la préfectures des Landes, le maire de DAX, l'inspecteur des installations classées, sont chargés chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté dont copie sera adressée à Monsieur Pierre BRENIER Président de la société dacquoise d'assainissement et de dégazage à DAX, ainsi qu'au :

- directeur départemental des territoires et de la mer,
- directrice départementale des affaires sanitaires et sociales,
- chef du service départemental de l'architecture,
- directeur régional de l'environnement de l'aménagement et du logement,
- directeur du service départemental d'incendie et de secours,

Mont-de-Marsan, le - 4 FEB. 2011  
 Pour le préfet,  
 Le secrétaire général,

Eric de WISPELAERE

## ANNEXE de l'arrêté préfectoral complémentaire n°

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

#### 1 - PRESCRIPTIONS GENERALES

Dans l'attente d'une prise en compte plus complète de la mesure des substances dangereuses dans les eaux résiduaires par l'arrêté ministériel du 29 novembre 2006 portant modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques au titre du code de l'environnement, le laboratoire d'analyse choisi devra impérativement remplir les deux conditions suivantes :

- Être accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la matrice « Eaux Résiduaires », pour chaque substance à analyser. Afin de justifier de cette accréditation, le laboratoire devra fournir à l'exploitant l'ensemble des documents listés à l'annexe 5.5 avant le début des opérations de prélèvement et de mesures afin de justifier qu'il remplit bien les dispositions de la présente annexe. Les documents de l'annexe 5.5 sont téléchargeables sur le site <http://rsde.ineris.fr>.
- Respecter les limites de quantification listées à l'annexe 5.2 pour chacune des substances.

Le prestataire ou l'exploitant pourra faire appel à de la sous-traitance ou réaliser lui-même les opérations de prélèvements. Dans tous les cas il devra veiller au respect des prescriptions relatives aux opérations de prélèvements telles que décrites ci-après, en concertation étroite avec le laboratoire réalisant les analyses.

La sous-traitance analytique est autorisée. Toutefois, en cas de sous-traitance, le laboratoire désigné pour ces analyses devra respecter les mêmes critères de compétences que le prestataire c'est à dire remplir les deux conditions visées au paragraphe 2 ci-dessus.

Le prestataire restera, en tout état de cause, le seul responsable de l'exécution des prestations et s'engagera à faire respecter par ses sous-traitants toutes les obligations de l'annexe technique.

Lorsque les opérations de prélèvement sont diligentées par le prestataire d'analyse, il est seul responsable de la bonne exécution de l'ensemble de la chaîne.

Lorsque les opérations de prélèvements sont réalisées par l'exploitant lui-même ou son sous-traitant, l'exploitant est le seul responsable de l'exécution des prestations de prélèvements et de ce fait, responsable solidaire de la qualité des résultats d'analyse.

Le respect du présent cahier des charges et des exigences demandées pourront être contrôlés par un organisme mandaté par les services de l'État.

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

#### 2 - OPERATIONS DE PRELEVEMENT

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

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

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

## 2.1 - OPERATEURS DU PRELEVEMENT

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

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

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

## 2.2 - CONDITIONS GENERALES DU PRELEVEMENT

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

## 2.3 - MESURE DE DEBIT EN CONTINU

- ↳ La mesure de débit s'effectuera en continu sur une période horaire de 24 heures, suivant les normes en vigueur figurant dans le FDT-90-523-2 et les prescriptions techniques des constructeurs des systèmes de mesure.
- ↳ Afin de s'assurer de la qualité de fonctionnement de ces systèmes de mesure, des contrôles métrologiques périodiques devront être effectués par des organismes accrédités, se traduisant par :
  - > Pour les systèmes en écoulement à surface libre :
    - ⊗ un contrôle de la conformité de l'organe de mesure (seuil, canal jaugeur, venturi, déversoir,..) vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs,
    - ⊗ un contrôle de fonctionnement du débitmètre en place par une mesure comparative réalisée à l'aide d'un autre débitmètre.
  - > Pour les systèmes en écoulement en charge :
    - ⊗ un contrôle de la conformité de l'installation vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs,
    - ⊗ un contrôle de fonctionnement du débitmètre par mesure comparative exercée sur site (autre débitmètre, jaugeage, ...) ou par une vérification effectuée sur un banc de mesure au sein d'un laboratoire accrédité.
- ↳ Le contrôle métrologique aura lieu avant le démarrage de la première campagne de mesures, ou à l'occasion de la première mesure, avant d'être renouvelé à un rythme annuel.

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

## 2.4 - PRELEVEMENT CONTINU SUR 24 HEURES A TEMPERATURE CONTROLEE

Ce type de prélèvement nécessite du matériel spécifique permettant de constituer un échantillon pondéré en fonction du débit.

- ↳ Les matériels permettant la réalisation d'un prélèvement automatisé en fonction du débit ou du volume écoulé, sont :
  - Soit des échantillonneurs monoflacons fixes ou portatifs, constituant un seul échantillon moyen sur toute la période considérée.
  - Soit des échantillonneurs multiflacons fixes ou portatifs, constituant plusieurs échantillons (en général 4, 6, 12 ou 24) pendant la période considérée. Si ce type d'échantillonneurs est mis en œuvre, les échantillons devront être homogénéisés pour constituer l'échantillon moyen avant transfert dans les flacons destinés à l'analyse.
- ↳ Les échantillonneurs utilisés devront réfrigérer les échantillons pendant toute la période considérée.
- ↳ Dans le cas où il s'avérerait impossible d'effectuer un prélèvement proportionnel au débit de l'effluent, le préleveur pratiquera un prélèvement asservi au temps, ou des prélèvements ponctuels si la nature des rejets le justifie (par exemple rejets homogènes en batchs). Dans ce cas, le débit et son évolution seront estimés par le préleveur en fonction des renseignements collectés sur place (compteurs d'eau, bilan hydrique, etc). Le préleveur devra lors de la restitution préciser la méthodologie de prélèvement mise en œuvre.
- ↳ Un contrôle métrologique de l'appareil de prélèvement doit être réalisé périodiquement sur les points suivants (recommandations du guide FD T 90-523-2) :
  - Justesse et répétabilité du volume prélevé (volume minimal : 50 ml, écart toléré entre volume théorique et réel 5%)
  - Vitesse de circulation de l'effluent dans les tuyaux supérieure ou égale à 0,5 m/s
- ↳ Un contrôle des matériaux et des organes de l'échantillonneur seront à réaliser (voir blanc de système de prélèvement)
- ↳ Le positionnement de la prise d'effluent devra respecter les points suivants :
  - Dans une zone turbulente ;
  - À mi-hauteur de la colonne d'eau ;
  - À une distance suffisante des parois pour éviter une contamination des échantillons par les dépôts ou les biofilms qui s'y développent.

## 2.5 - ECHANTILLON

- ↳ La représentativité de l'échantillon est difficile à obtenir dans le cas du fractionnement de certaines eaux résiduaires en raison de leur forte hétérogénéité, de leur forte teneur en MES ou en matières flottantes. Un système d'homogénéisation pourra être utilisé dans ces cas. Il ne devra pas modifier l'échantillon.
- ↳ Le conditionnement des échantillons devra être réalisé dans des contenants conformes aux méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux substances à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-31.
- ↳ Le transport des échantillons vers le laboratoire devra être effectué dans une enceinte maintenue à une température égale à  $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ , et être accompli dans les 24 heures qui suivent la fin du prélèvement, afin de garantir l'intégrité des échantillons.
- ↳ La température de l'enceinte ou des échantillons sera contrôlée à l'arrivée au laboratoire et indiquée dans le rapportage relatif aux analyses.

## 2.6 - BLANCS DE PRELEVEMENT

### Blanc du système de prélèvement :

*Le blanc de système de prélèvement est destiné à vérifier l'absence de contamination liée aux matériaux (flacons, tuyaux) utilisés ou de contamination croisée entre prélèvements successifs. Il appartient au préleveur de mettre en œuvre les dispositions permettant de démontrer l'absence de contamination. La transmission des résultats vaut validation et l'exploitant sera donc réputé émetteur de toutes les substances retrouvées dans son rejet, aux teneurs correspondantes. Il lui appartiendra donc de contrôler cette absence de contamination avant transmission des résultats.*

- ↳ Si un blanc du système de prélèvement est réalisé, il est recommandé de suivre les prescriptions suivantes :
  - il devra être fait obligatoirement sur une durée de 3 heures minimum. Il pourra être réalisé en laboratoire en faisant circuler de l'eau exempte de micropolluants dans le système de prélèvement.
- ↳ Les critères d'acceptation et de prise en compte du blanc seront les suivants :
  - si valeur du blanc  $< LQ$  : ne pas soustraire les résultats du blanc du système de prélèvement des résultats de l'effluent
  - si valeur du blanc  $\geq LQ$  et inférieure à l'incertitude de mesure attachée au résultat : ne pas soustraire les résultats du blanc du système de prélèvement des résultats de l'effluent
  - si valeur du blanc  $>$  l'incertitude de mesure attachée au résultat : la présence d'une contamination est avérée, le laboratoire devra refaire le prélèvement et l'analyse du rejet considéré.

### Blanc d'atmosphère

↳ La réalisation d'un blanc d'atmosphère permet au laboratoire d'analyse de s'assurer de la fiabilité des résultats obtenus concernant les composés volatils ou susceptibles d'être dispersés dans l'air et pourra fournir des données explicatives à l'exploitant.

↳ Le blanc d'atmosphère peut être réalisé à la demande de l'exploitant en cas de suspicion de présence de substances volatiles (BTEX, COV, Chlorobenzène, mercure...) sur le site de prélèvement.

↳ S'il est réalisé, il doit l'être obligatoirement et systématiquement :

- le jour du prélèvement des effluents aqueux,
- sur une durée de 24 heures ou en tout état de cause, sur une durée de prélèvement du blanc d'atmosphère identique à la durée du prélèvement de l'effluent aqueux. La méthodologie retenue est de laisser un flacon d'eau exempte de COV et de métaux exposé à l'air ambiant à l'endroit où est réalisé le prélèvement 24h asservi au débit,
- Les valeurs du blanc d'atmosphère seront mentionnées dans le rapport d'analyse et en aucun cas soustraites des autres.

## 3 - ANALYSES

↳ Toutes les procédures analytiques doivent être démarrées si possible dans les 24h et en tout état de cause 48 heures au plus tard après la fin du prélèvement.

↳ Toutes les analyses doivent rendre compte de la totalité de l'échantillon (effluent brut, MES comprises) en respectant les dispositions relatives au traitement des MES reprises ci-dessous, hormis pour les 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 18857-23<sup>3</sup>.
- ↪ Certains paramètres de suivi habituel de l'établissement, à savoir la DCO (Demande Chimique en Oxygène) ou COT (Carbone Organique Total) en fonction de l'arrêté préfectoral en vigueur, et les MES (Matières en Suspension) seront analysés systématiquement dans chaque effluent selon les normes en vigueur (cf. notes <sup>4</sup>, <sup>5</sup>, <sup>6</sup> et <sup>7</sup>) afin de vérifier la représentativité de l'activité de l'établissement le jour de la mesure.
- ↪ Les performances analytiques à atteindre pour les eaux résiduaires sont indiquées en ANNEXE 5.2. Elles sont issues de l'exploitation des limites de quantification transmises par les prestataires d'analyses dans le cadre de l'action RSDE depuis 2005.

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

- ↪ Le laboratoire doit préciser et décrire de façon détaillée les méthodes mises en œuvre en cas de concentration en MES > 50 mg/L.
- ↪ Pour les paramètres visés à l'annexe 5.1 (à l'exception de la DCO, du COT et des MES), il est demandé :

- Si  $50 < \text{MES} < 250 \text{ mg/l}$  : réaliser 3 extractions liquide/liquide successives au minimum sur l'échantillon brut sans séparation.
- Si  $\text{MES} \geq 250 \text{ mg/l}$  : analyser séparément la phase aqueuse et la phase particulaire après filtration ou centrifugation de l'échantillon brut, sauf pour les composés volatils pour lesquels le traitement de l'échantillon brut par filtration est à proscrire. Les composés volatils concernés sont :

*3,4 dichloroaniline, Epichlorhydrine, Tributylphosphate, Acide chloroacétique, Benzène, Ethylbenzène, Isopropylbenzène, Toluène, Xylènes (Somme o,m,p), 1,2,3 trichlorobenzène, 1,2,4 trichlorobenzène, 1,3,5 trichlorobenzène, Chlorobenzène, 1,2 dichlorobenzène, 1,3 dichlorobenzène, 1,4 dichlorobenzène, 1 chloro 2 nitrobenzène, 1 chloro 3 nitrobenzène, 1 chloro 4 nitrobenzène, 2 chlorotoluène, 3 chlorotoluène, 4 chlorotoluène, Nitrobenzène, 2 nitrotoluène, 1,2 dichloroéthane, Chlorure de méthylène, Chloroforme, Tétrachlorure de carbone, chloroprène, 3 chloropropène, 1,1 dichloroéthane, 1,1 dichloroéthylène, 1,2 dichloroéthylène, hexachloroéthane, 1,1,2,2 tétrachloroéthane, Tétrachloroéthylène, 1,1,1 trichloroéthane, 1,1,2 trichloroéthane, Trichloroéthylène, Chlorure de vinyle, 2 chloroaniline, 3 chloroaniline, 4 chloroaniline et 4 chloro 2 nitroaniline.*

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

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

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

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

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

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

- La restitution pour chaque effluent chargé (MES  $\geq$  250 mg/l) sera la suivante pour l'ensemble des substances de l'ANNEXE 5.1 : valeur en Cg/l obtenue dans la phase aqueuse, valeur en Cg/kg obtenue dans la phase particulaire et valeur totale calculée en Cg/l.

L'analyse des diphenyléthers polybromés (PBDE) n'est pas demandée dans l'eau, et sera à réaliser selon la norme ISO 22032 uniquement sur les MES dès que leur concentration est  $\geq$  à 50 mg/l. La quantité de MES à prélever pour l'analyse devra permettre d'atteindre une LQ équivalente dans l'eau de 0,05 Vg/l pour chaque BDE.

## 5 - TRANSMISSION DES RESULTATS

L'application informatique GIDAF (Gestion Informatisée des Données d'autosurveillance fréquente) permettra à terme la saisie directe des informations demandées par l'annexe 5.3 et leur télétransmission à l'inspection et à l'INERIS, chargé du suivi de la qualité des prestations des laboratoires et du traitement des données issues de cette seconde campagne d'analyse des substances dangereuses. L'extension nationale de cette application informatique actuellement testée par certaines DRIRE est prévue pour le courant de l'année 2009.

Dans l'attente de l'utilisation généralisée de cet outil, c'est par le biais du site <http://rsde.ineris.fr> que l'annexe 5.4 (qui reprend les éléments demandés dans l'annexe 5.3) doit être transmise à l'INERIS par l'exploitant.

Les résultats d'analyses ainsi que les éléments relatifs au contexte de la mesure analytique des substances décrit à l'annexe 5.4 devront être adressés mensuellement par l'exploitant à l'inspection par courrier.

## 6 - LISTE DES ANNEXES

<i>Repère</i>	<i>Désignation</i>	<i>Nombre de pages</i>
ANNEXE 5.1	SUBSTANCES A SURVEILLER	3
ANNEXE 5.2	LIMITES DE QUANTIFICATION A ATTEINDRE PAR SUBSTANCE	3
ANNEXE 5.3	INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE RESTITUTION AU FORMAT SANDRE	3
ANNEXE 5.4	TRAME DE RESTITUTION DES INFORMATIONS DEMANDEES PAR PRELEVEMENT, PAR PARAMETRE ET PAR FRACTION ANALYSEE FIGURANT A L'ANNEXE 5.3	1
ANNEXE 5.5	LISTE DES PIECES A FOURNIR PAR LE LABORATOIRE PRESTATAIRE DE L'EXPLOITANT	5