Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

PRÉFET DES BOUCHES-DU-RHÔNE

PRÉFECTURE

Marseille, le 24 AOUT 2018

DIRECTION DES DE LA CITOYENNETÉ,
DE LA LÉGALITÉ ET DE L'ENVIRONNEMENT

BUREAU DES INSTALLATIONS ET TRAVAUX
RÉGLEMENTÉS POUR LA PROTECTION DES MILIEUX

Dossier suivi par : Mme HERBAUT
Tél. : 04 84 35 42 65
N° 173-2018 PC

ARRÊTÉ COMPLÉMENTAIRE

à l'arrêté préfectoral n°2003-39 EA du 20 août 2004
autorisant le système d'assainissement de Cassis

Le Préfet
de la région Provence-Alpes-Côte d'Azur
Préfet de la zone de défense et de sécurité Sud
Préfet des Bouches-du-Rhône

Vu le Code de l'environnement, articles L.214-1 à 11, R.214-1 à 56 et R.211-11-1 à R.211-11-3 ;

Vu le Code général des collectivités territoriales et notamment les articles L.2224-6, L.2224-10 à L.2224-15, L.2224-17, R.2224-6 à R.2224-17 ;

Vu le Code de la santé publique, articles L.1331-1 à L.1331-31 et R.1331-1 à R.1331-11 ;

Vu l'arrêté du 31 janvier 2008 modifié relatif au registre et à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets ;

Vu l'arrêté du 25 janvier 2010 modifié relatif aux méthodes et critères d'évaluation de l'état écologique, de l'état chimique et du potentiel écologique des eaux de surface pris en application des articles R.212-10, R.212-11 et R.212-18 du Code de l'environnement ;

Vu l'arrêté du 21 juillet 2015 relatif aux systèmes collectifs et aux installations d'assainissement non collectif à l'exception des installations d'assainissement non collectif recevant une charge brute de pollution organique supérieure à 1,2 kg/j de DBO5 ;

Vu le Schéma Directeur d'Aménagement et de Gestion des Eaux (SDAGE) du Bassin Rhône Méditerranée approuvé le 20 novembre 2015 ;

Vu l'arrêté préfectoral n°2003-39 EA du 20 août 2004 autorisant le système d'assainissement de Cassis ;

.../...

Vu la note technique du 12 août 2016 relative à la recherche de micropolluants dans les eaux brutes et dans les eaux usées traitées de stations de traitement des eaux usées et à leur réduction ;

Vu le projet d'arrêté adressé à la Métropole Aix Marseille Provence le 2 août 2018 ;

Considérant que la Métropole Aix Marseille Provence n'a pas émis d'avis dans le délai de 15 jours qui lui est réglementairement imparti sur le projet du présent d'arrêté qui lui a été transmis ;

Considérant la nécessité de poursuivre l'action RSDE en complétant la phase de recherche des micropolluants par une phase de diagnostic à l'amont de la STEU qui permet une meilleure compréhension des sources d'émissions et une identification des actions de réduction pertinentes ;

Sur proposition de la secrétaire générale de la préfecture des Bouches du Rhône ;

ARRÊTE

L'arrêté préfectoral n°2003-39 EA du 20 août 2004 autorisant le système d'assainissement de Cassis est complété par les articles suivants :

TITRE 1 - RECHERCHE ET RÉDUCTION DES MICROPOLLUANTS DANS LES EAUX BRUTES ET DANS LES EAUX USÉES TRAITÉES DE STATIONS DE TRAITEMENT DES EAUX USÉES

La Métropole Aix Marseille Provence ainsi que l'exploitant du système d'assainissement de Cassis sont tenus, chacun en ce qui le concerne, de mettre en œuvre les prescriptions du présent arrêté. Ils sont identifiés, ci-après, comme « le bénéficiaire ».

ARTICLE 1 - DIAGNOSTIC VERS L'AMONT À RÉALISER SUR LA BASE DES RÉSULTATS DE LA CAMPAGNE DE SURVEILLANCE INITIALE LA PLUS RÉCENTE

Si les dernières campagnes de mesures RSDE réalisées dans le cadre de la première phase de recherche des micropolluants ont mis en évidence la présence de substances listée à l'annexe 1, le bénéficiaire met en œuvre un diagnostic amont.

Certaines valeurs de normes de qualité environnementale (NQE) ayant évolué depuis la note technique du 29 septembre 2010 : le bénéficiaire peut choisir de refaire les calculs afin d'identifier quels micropolluants étaient présents en quantité significative en utilisant les valeurs de NQE indiquées en annexe 1, et en utilisant les critères de significativité indiqués dans la note technique du 29 septembre 2010.

Si le bénéficiaire fait ce choix, l'analyse est à faire pour l'ensemble de la liste des micropolluants pour lesquels les valeurs de NQE ont évolué.

Si c'est le cas, le bénéficiaire réalise un diagnostic vers l'amont, en application de l'article 13 de l'arrêté du 21 juillet 2015, des micropolluants ayant été identifiés comme significativement présents dans les eaux brutes ou les eaux traitées de la station de traitement des eaux usées. Ce diagnostic vers l'amont doit débuter courant 2018 et est mené parallèlement à la nouvelle phase de recherche de micropolluants conformément à l'article 2 ci-après.

Un diagnostic vers l'amont a vocation :

- à identifier les sources potentielles de micropolluants déversés dans le réseau de collecte ;

- à proposer des actions de prévention ou de réduction à mettre en place pour réduire les micropolluants arrivant à la station ou aux déversoirs d'orage. Ces propositions d'actions doivent être argumentées et certaines doivent pouvoir être mises en œuvre l'année suivant la fin de la réalisation du diagnostic. Ces propositions d'actions sont accompagnées d'un calendrier prévisionnel de mise en œuvre et des indicateurs de réalisation.

La réalisation d'un diagnostic à l'amont de la station comporte les grandes étapes suivantes :

- réalisation d'une cartographie du réseau de la STEU avec notamment les différents types de réseau (unitaire/séparatif/mixte) puis identification et délimitation géographique :
  - des bassins versants de collecte ;
  - des grandes zones d'occupation des sols (zones agricoles, zones d'activités industrielles, zones d'activités artisanales, zones d'habitations, zones d'habitations avec activités artisanales) ;
- identification sur la cartographie réalisée des contributeurs potentiels dans chaque zone (par exemple grâce au code NAF) ;
- identification des émissions potentielles de micropolluants par type de contributeur et par bassin versant de collecte, compte-tenu de la bibliographie disponible ;
- réalisation éventuelle d'analyses complémentaires pour affiner l'analyse des contributions par micropolluant et par contributeur ;
- proposition d'actions visant la réduction des émissions de micropolluants, associées à un calendrier de mise en œuvre et à des indicateurs de réalisation ;
- identification des micropolluants pour lesquelles aucune action n'est réalisable compte-tenu soit de l'origine des émissions du micropolluant (ex : levier d'action existant mais uniquement à l'échelle nationale), soit du coût démesuré de la mesure à mettre en place.

Le diagnostic pourra être réalisé en considérant l'ensemble des micropolluants pour lesquels des analyses ont été effectuées. A minima, il sera réalisé en considérant les micropolluants qui ont été identifiés comme présents en quantité significative en entrée ou en sortie de la station.
Le bénéficiaire transmet au service de police de l'eau et à l'agence de l'eau dans un délai maximal de deux ans après le démarrage de celui-ci et dans tous les cas avant le 30 juin 2019 au plus tard le diagnostic réalisé.

La transmission des éléments a lieu en deux temps :

- les premiers résultats du diagnostic sont transmis sans attendre l'achèvement de l'élaboration des propositions d'actions visant la réduction des émissions de micropolluants ;
- le diagnostic final est ensuite transmis avec les propositions d'actions, associées à un calendrier de mise en œuvre et à des indicateurs de réalisation.

Certaines des actions proposées doivent pouvoir être mises en œuvre dans l'année qui suit la fin de la réalisation du diagnostic.

ARTICLE 2 - CAMPAGNE DE RECHERCHE DE LA PRÉSENCE DE MICROPOLLUANTS DANS LES EAUX BRUTES ET DANS LES EAUX TRAITÉES

Le bénéficiaire met en place une recherche des micropolluants présents dans les eaux brutes en amont de la station et les eaux traitées en aval de la station et rejetées au milieu naturel dans les conditions définies ci-dessous.

Le bénéficiaire doit procéder ou faire procéder :

- au niveau du point réglementaire A3 « entrée de la station », à une série de six mesures sur une année complète permettant de quantifier les concentrations moyennes 24 heures de micropolluants mentionnés en annexe 2 du présent arrêté dans les eaux brutes arrivant à la station ;

- au niveau du point réglementaire A4 « sortie de la station », à une série de six mesures sur une année complète permettant de quantifier les concentrations moyennes 24 heures de micropolluants mentionnés en annexe 2 du présent arrêté dans les eaux rejetées par la station au milieu naturel.

Les mesures dans les eaux brutes et dans les eaux traitées seront réalisées le même jour. Deux mesures d'un même micropolluant sont espacées d'au moins un mois.

Les mesures effectuées dans le cadre de la campagne de recherche doivent être réalisées de la manière la plus représentative possible du fonctionnement de la station. Aussi, elles seront échelonnées autant que faire se peut sur une année complète et sur les jours de la semaine.

En cas d'entrées ou de sorties multiples, et sans préjudice des prescriptions spécifiques relatives aux modalités d'échantillonnage et d'analyses décrites dans le présent arrêté, les modalités d'autosurveillance définies au sein du manuel d'autosurveillance seront utilisées pour la reconstruction d'un résultat global pour le point réglementaire A3 d'une part et pour le point réglementaire A4 d'autre part.

Une campagne de recherche dure un an. La première campagne devra débuter dans le courant de l'année 2018.

La campagne suivante devra débuter au premier semestre de l'année 2022 puis tous les six ans, au cours du premier semestre de l'année 2028, 2034 et suivantes.

ARTICLE 3 - IDENTIFICATION DES MICROPOLLUANTS PRÉSENTS EN QUANTITÉ SIGNIFICATIVE DANS LES EAUX BRUTES OU DANS LES EAUX TRAITÉES

Les six mesures réalisées pendant une campagne de recherche doivent permettre de déterminer si un ou plusieurs micropolluants sont présents en quantité significative dans les eaux brutes ou dans les eaux traitées de la station.

Pour les micropolluants pour lesquels au moins une concentration mesurée est supérieure à la limite de quantification, seront considérés comme significatifs, les micropolluants présentant, à l'issue de la campagne de recherche, l'une des caractéristiques suivantes :

Eaux brutes en entrée de la station :

- la moyenne pondérée des concentrations mesurées pour le micropolluant est supérieure à 50xNQE-MA (norme de qualité environnementale exprimée en valeur moyenne annuelle prévue dans l'arrêté du 27 juillet 2015 et rappelée en annexe 2) ;
- la concentration maximale mesurée est supérieure à 5xNQE-CMA (norme de qualité environnementale exprimée en concentration maximale admissible prévue dans l'arrêté du 27 juillet 2015 et rappelée en annexe 2) ;
- les flux annuels estimés sont supérieurs aux seuils de déclaration dans l'eau prévus par l'arrêté du 31 janvier 2008 modifié (seuil Gerep) ;

Eaux traitées en sortie de la station :

- la moyenne pondérée des concentrations mesurées pour le micropolluant est supérieure à 10xNQE-MA ;
- la concentration maximale mesurée est supérieure à NQE-CMA ;
- le flux moyen journalier pour le micropolluant 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 ($QMNA_5$) – ou, par défaut, d'un débit d'étiage de référence estimant le $QMNA_5$ défini en concertation avec le maître d'ouvrage - et de la NQE-MA conformément aux explications ci-avant).

- les flux annuels estimés sont supérieurs aux seuils de déclaration dans l'eau prévus par l'arrêté du 31 janvier 2008 modifié (seuil Gerep) ;
- le déclassement de la masse d'eau dans laquelle rejette la STEU, sur la base de l'état chimique et écologique de l'eau le plus récent, sauf dans le cas des HAP. Le service de police de l'eau indique au maître d'ouvrage de la STEU quels sont les micropolluants qui déclassent la masse d'eau.

Selon le milieu récepteur, le débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale sèche ($QMNA_5$) à prendre en compte pour les calculs ci-dessus est proposé par le bénéficiaire.

La dureté de l'eau du milieu récepteur à prendre en compte pour les calculs ci-dessus est également fixée par le bénéficiaire.

L'annexe 4 du présent arrêté détaille les règles de calcul permettant de déterminer si une substance ou une famille de substances est considérée comme significative dans les eaux usées brutes ou traitées.

Un rapport annexé au bilan des contrôles de fonctionnement du système d'assainissement, prévu par l'article 20 de l'arrêté du 21 juillet 2015, comprend l'ensemble des résultats des mesures indiquées ci-avant réalisées sur l'année. Ce rapport doit permettre de vérifier le respect des prescriptions analytiques prévues par l'annexe 3 du présent arrêté.

ARTICLE 4 - ANALYSE, TRANSMISSION ET REPRÉSENTATIVITÉ DES DONNÉES

L'ensemble des mesures de micropolluants prévues à l'article 2 sont réalisées conformément aux prescriptions techniques de l'annexe 3. Les limites de quantifications minimales à atteindre par les laboratoires pour chaque micropolluant sont précisées dans le tableau en annexe 2. Il y a deux colonnes indiquant les limites de quantification à considérer dans le tableau de l'annexe 2 :

- la première correspond aux limites de quantification à respecter par les laboratoires pour les analyses sur les eaux en sortie de station et pour les analyses sur les eaux en entrée de station sans séparation des fractions dissoutes et particulaires ;
- la deuxième correspond aux limites de quantification à respecter par les laboratoires pour les analyses sur les eaux en entrée de station avec séparation des fractions dissoutes et particulaires.

Les résultats des mesures relatives aux micropolluants reçus durant le mois N sont transmis dans le courant du mois N+1 au service en charge de la police de l'eau et à l'agence de l'eau dans le cadre de la transmission régulière des données d'autosurveillance effectuée au format informatique relatif aux échanges de données d'autosurveillance des systèmes d'assainissement du Système d'Administration Nationale des Données et Référentiels sur l'Eau (SANDRE) et selon les règles indiquées en annexe 5.

ARTICLE 5 - DIAGNOSTIC VERS L'AMONT À RÉALISER SUITE À UNE CAMPAGNE DE RECHERCHE

Si nécessaire, le bénéficiaire est tenu d'informer le maître d'ouvrage du système de collecte qu'il doit débuter un diagnostic vers l'amont, en application de l'article 13 de l'arrêté du 21 juillet 2015, si, à l'issue d'une campagne de recherche de micropolluants, certains micropolluants ont été identifiés comme présents en quantité significative.

Le diagnostic vers l'amont doit débuter dans l'année qui suit la campagne de recherche si des micropolluants ont été identifiés comme présents en quantité significative.

Un diagnostic vers l'amont a vocation :

- à identifier les sources potentielles de micropolluants déversés dans le réseau de collecte ;

- à proposer des actions de prévention ou de réduction à mettre en place pour réduire les micropolluants arrivant à la station ou aux déversoirs d'orage. Ces propositions d'actions doivent être argumentées et certaines doivent pouvoir être mises en œuvre l'année suivant la fin de la réalisation du diagnostic. Ces propositions d'actions sont accompagnées d'un calendrier prévisionnel de mise en œuvre et des indicateurs de réalisation.

La réalisation d'un diagnostic à l'amont de la station comporte les grandes étapes suivantes :

- réalisation d'une cartographie du réseau de la STEU avec notamment les différents types de réseau (unitaire/séparatif/mixte) puis identification et délimitation géographique :
  - des bassins versants de collecte ;
  - des grandes zones d'occupation des sols (zones agricoles, zones d'activités industrielles, zones d'activités artisanales, zones d'habitations, zones d'habitations avec activités artisanales) ;
- identification sur la cartographie réalisée des contributeurs potentiels dans chaque zone (par exemple grâce au code NAF) ;
- identification des émissions potentielles de micropolluants par type de contributeur et par bassin versant de collecte, compte-tenu de la bibliographie disponible ;
- réalisation éventuelle d'analyses complémentaires pour affiner l'analyse des contributions par micropolluant et par contributeur ;
- proposition d'actions visant la réduction des émissions de micropolluants, associées à un calendrier de mise en œuvre et à des indicateurs de réalisation ;
- identification des micropolluants pour lesquelles aucune action n'est réalisable compte-tenu soit de l'origine des émissions du micropolluant (ex : levier d'action existant mais uniquement à l'échelle nationale), soit du coût démesuré de la mesure à mettre en place.

Le diagnostic pourra être réalisé en considérant l'ensemble des micropolluants pour lesquels des analyses ont été effectuées. A minima, il sera réalisé en considérant les micropolluants qui ont été identifiés comme présents en quantité significative en entrée ou en sortie de la station.

Si aucun diagnostic vers l'amont n'a encore été réalisé, le premier diagnostic vers l'amont est un diagnostic initial.
Un diagnostic complémentaire est réalisé si une nouvelle campagne de recherche montre que de nouveaux micropolluants sont présents en quantité significative.

Le diagnostic complémentaire se basera alors sur les diagnostics précédents réalisés et s'attachera à la mise à jour de la cartographie des contributeurs potentiels et de leurs émissions, à la réalisation éventuelle d'autres analyses complémentaires et à la mise à jour des actions proposées.

Si nécessaire, le bénéficiaire est tenu d'informer le maître d'ouvrage du système de collecte du type de diagnostic qu'il doit réaliser : il informe le maître d'ouvrage du système de collecte que le diagnostic réalisé doit être transmis au service de police de l'eau et à l'agence de l'eau dans un délai maximal de deux ans après le démarrage de celui-ci.

La transmission des éléments a lieu en deux temps :

- les premiers résultats du diagnostic sont transmis sans attendre l'achèvement de l'élaboration des propositions d'actions visant la réduction des émissions de micropolluants ;
- le diagnostic final est ensuite transmis avec les propositions d'actions, associées à un calendrier de mise en œuvre et à des indicateurs de réalisation.

Certaines des actions proposées doivent pouvoir être mises en œuvre dans l'année qui suit la fin de la réalisation du diagnostic.

TITRE II : DISPOSITIONS GÉNÉRALES

ARTICLE 6 - ABROGATION

Le présent arrêté abroge les dispositions prises précédemment dans le cadre de la surveillance de la présence de micropolluants dans les eaux rejetées vers les milieux aquatiques.

ARTICLE 7 - PUBLICATION ET INFORMATION DES TIERS

En vue de l'information des tiers :

- une copie du présent arrêté est déposé à la mairie de Cassis pour y être consultée.
- un extrait du présent arrêté est affiché pendant une durée minimale d'un mois dans la mairie de Cassis. Un procès verbal de l'accomplissement de cette formalité est dressé par les soins de la maire.
- le présent arrêté est publié sur le site internet de la préfecture des Bouches-du-Rhône pendant une durée minimale d'un mois.

ARTICLE 8 - PUBLICATION ET INFORMATION DES TIERS

Le présent arrêté est susceptible de recours devant le tribunal administratif de Marseille dans les conditions de l'article R.181-50 du Code de l'environnement :

- par le bénéficiaire dans un délai de deux mois à compter du jour où la décision lui a été notifiée ;
- par les tiers intéressés en raison des inconvénients ou des dangers pour les intérêts mentionnés à l'article L. 181-3 du Code de l'environnement, dans un délai de quatre mois à compter de :
  - l'affichage en mairie dans les conditions prévues au 2° de l'article R.181-44 du Code de l'environnement
  - la publication de la décision sur le site internet de la préfecture prévue au 4° du même article.

Le délai court à compter de la dernière formalité accomplie.

Le présent arrêté peut faire l'objet d'un recours gracieux ou hiérarchique dans le délai de deux mois. Ce recours administratif prolonge de deux mois les délais mentionnés précédemment.

ARTICLE 9 - EXECUTION

La secrétaire générale de la préfecture des Bouches-du-Rhône,
Le maire de la commune de Cassis,
Le directeur départemental des Territoires et de la Mer des Bouches-du-Rhône,

sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté qui sera notifié à la Métropole d'Aix Marseille Provence.

Pour le Préfet
et par délégation
La Secrétaire Générale Adjointe

Maxime AHRWEILLER

ANNEXE 1

Liste des micropolluants à considérer pour le déclenchement d'un diagnostic amont selon les résultats de la première phase de recherche RSDE

NB : les micropolluants de cette liste font partie de la liste des micropolluants qui sont inscrits dans les objectifs nationaux de réduction pour 2021 de 30% et 100% des émissions (Note technique du 11 juin 2015). Le zinc et le cuivre en ont été exclus.

Objectif de réduction	Famille	Substance	Classement	N°CAS	Code Sandre
-100% en 2021	Alkylphénols	Nonylphénols	SDP	84852-15-3	1958
	Autres	Chloroalcanes C_{10}-C_{13}	SDP	85535-84-8	1955
	Chlorobenzènes	Hexachlorobenzène	SDP	118-74-1	1199
	Chlorobenzènes	Pentachlorobenzène	SDP	608-93-5	1888
	COHV	Tétrachloroéthylène	Liste 1	127-18-4	1272
	COHV	Tétrachlorure de carbone	Liste 1	56-23-5	1276
	COHV	Trichloroéthylène	Liste 1	79-01-6	1286
	COHV	Hexachlorobutadiène	SDP	87-68-3	1652
	HAP	Benzo (a) Pyrène	SDP	50-32-8	1115
	HAP	Benzo (b) Fluoranthène	SDP	205-99-2	1116
	HAP	Benzo (k) Fluoranthène	SDP	207-08-9	1117
	HAP	Benzo (g,h,i) Pérylène	SDP	191-24-2	1118
	HAP	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	SDP	193-39-5	1204
	Métaux	Mercure et ses composés	SDP	7439-97-6	1387
	Métaux	Cadmium et ses composés	SDP	7440-43-9	1388
	Organétains	Tributylétain et composés	SDP	36643-28-4	2879
	PBDE	BDE 183	SDP	207122-16-5	2910
	PBDE	BDE 154	SDP	207122-15-4	2911
	PBDE	BDE 153	SDP	68631-49-2	2912
	PBDE	BDE 100	SDP	189084-64-8	2915
	PBDE	BDE 99	SDP	60348-60-9	2916
	PBDE	BDE 47	SDP	5436-43-1	2919
	PBDE	BDE 28	SDP	41318-75-6	2920
	PBDE	Diphényléthers bromés	SDP	7440-43-9	7705
-30% en 2021	BTEX	Benzène	SP	71-43-2	1114
	COHV	Trichlorométhane	SP	67-66-3	1135
	COHV	1,2 Dichloroéthane	SP	107-06-2	1161
	COHV	Dichlorométhane	SP	75-09-2	1168
	HAP	Anthracène	SDP	120-12-7	1458
	HAP	Naphtalène	SP	91-20-3	1517
	Métaux	Arsenic	PSEE	7440-38-2	1369
	Métaux	Plomb et ses composés	SP	7439-92-1	1382
	Métaux	Nickel et ses composés	SP	7440-02-0	1386
	Métaux	Chrome	PSEE	7440-47-3	1389
	Pesticides	Chlorpyrifos	SP	2921-88-2	1083
	Pesticides	Chlortoluron	PSEE	15545-48-9	1136
	Pesticides	2,4D	PSEE	94-75-7	1141
	Pesticides	Isoproturon	SP	34123-59-6	1208
	Pesticides	Linuron (pour les DOM)	PSEE	330-55-2	1209
	Pesticides	2,4 MCPA	PSEE	94-74-6	1212
	Pesticides	Oxadiazon	PSEE	19666-30-9	1667

Annexe 2 : <u>Liste des micropolluants à mesurer lors de la campagne de recherche en fonction de la matrice (eaux traitées ou eaux brutes)</u>

Famille	Substances	Code SANDRE	Classement	Substance à rechercher en entrée station	Substance à rechercher en sortie station	Texte de référence pour la NQE	NQE				Flux GEREP annuel (kg/an)	Texte de référence pour LQ	LQ		Analyses eaux en entrée si taux MES>250mg/L	
							NQE MA Eaux de surface intérieures (µg/l)	NQE MA autres eaux de surface (µg/l)	NQE CMA Eaux de surface intérieures (µg/l)	NQE CMA Autres eaux de surface (µg/l)			LQ Eaux en sortie & eaux en entrée sans séparation des fractions (µg/l)	LQ Eaux en entrée avec séparation des fractions (µg/l)	Substances à analyser sans séparation des fractions	Substances recommandées pour analyse avec séparation des fractions
COHV	1,2 dichloroéthane	1161	SP	x	x	AM 25/01/2010	10	10	sans objet	sans objet	10	Avis 08/11/2015	2	/	X	
Pesticides	2,4 D	1141	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	2,2					Avis 08/11/2015	0,1	0,2		X
Pesticides	2,4 MCPA	1212	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	0,5					Avis 08/11/2015	0,05	0,1		X
Pesticides	Aclonifene	1688	SP	x	x	AM 25/01/2010	0,12	0,012	0,12	0,012			0,1	0,2		X
Pesticides	Aminotriazole	1105	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	0,08						0,1	0,2		X
Pesticides	AMPA (Acide aminométhylphosphonique)	1907	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	452						0,1	0,2		X
HAP	Anthracène	1458	SDP	x	x	AM 25/01/2010	0,1	0,1	0,1	0,1	1	Avis 08/11/2015	0,01	0,01		X
Métaux	Arsenic (métal total)	1369	PSEE	x	x	AM 25/01/2010	0,83				5	Avis 08/11/2015	5	/	X	
Pesticides	Azoxystrobine	1951	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	0,95						0,1	0,2		X
PBDE	BDE 028	2920	SDP	x	x	AM 25/01/2010			0,14 **(4)**	0,014 **(4)**	1 **(6)**		0,02	0,04		X
PBDE	BDE 047	2919	SDP	x	x	AM 25/01/2010			0,14 **(4)**	0,014 **(4)**	1 **(6)**		0,02	0,04		X
PBDE	BDE 099	2916	SDP	x	x	AM 25/01/2010			0,14 **(4)**	0,014 **(4)**	1 **(6)**		0,02	0,04		X
PBDE	BDE 100	2915	SDP	x	x	AM 25/01/2010			0,14 **(4)**	0,014 **(4)**	1 **(6)**		0,02	0,04		X
PBDE	BDE 153	2912	SDP	x	x	AM 25/01/2010			0,14 **(4)**	0,014 **(4)**	1 **(6)**		0,02	0,04		X
PBDE	BDE 154	2911	SDP	x	x	AM 25/01/2010			0,14 **(4)**	0,014 **(4)**	1 **(6)**		0,02	0,04		X
PBDE	BDE 183	2910		x	x	AM 25/01/2010					1 **(6)**		0,02	0,04		X
PBDE	BDE 209 (décabromodiphényl oxyde)	1815		x	x						1 **(6)**	Avis 08/11/2015	0,05	0,1		X
Pesticides	Bentazone	1113	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	70						0,05	0,1		X
BTEX	Benzène	1114	SP	x	x	AM 25/01/2010	10	8	50	50	200 **(7)**	Avis 08/11/2015	1	/	X	
HAP	Benzo (a) Pyrène	1115	SDP	x	x	AM 25/01/2010	$1,7 \times 10^{-4}$	$1,7 \times 10^{-4}$	0,27	0,027	5 **(8)**	Avis 08/11/2015	0,01	0,01		X
HAP	Benzo (b) Fluoranthène	1116	SDP	x	x	AM 25/01/2010			0,017	0,017	5 **(8)**	Avis 08/11/2015	0,005	0,01		X
HAP	Benzo (g,h,i) Pérylène	1118	SDP	x	x	AM 25/01/2010			$8,2 \times 10^{-3}$	$8,2 \times 10^{-4}$	1	Avis 08/11/2015	0,005	0,01		X
HAP	Benzo (k) Fluoranthène	1117	SDP	x	x	AM 25/01/2010			0,017	0,017	5 **(8)**	Avis 08/11/2015	0,005	0,01		X
Pesticides	Bifenox	1119	SP	x	x	AM 25/01/2010	0,012	0,0012	0,04	0,004			0,1	0,2		X
Autres	Biphényle	1584	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	3,3					Avis 08/11/2015	0,05	0,05		X
Pesticides	Boscalid	5526	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	11,6						0,1	0,2		X
Métaux	Cadmium (métal total)	1388	SDP	x	x	AM 25/01/2010	≤ 0,08 (Classe 1) 0,08 (Classe 2) 0,09 (Classe 3) 0,15 (Classe 4) 0,25 (Classe 5) **(1) (3)**	0,2 **(3)**	≤ 0,45 (classe 1) 0,45 (classe 2) 0,6 (classe 3) 0,9 (classe 4) 1,5 (classe 5) **(3) (5)**	≤ 0,45 (classe 1) 0,45 (classe 2) 0,6 (classe 3) 0,9 (classe 4) 1,5 (classe 5) **(3) (5)**	1	Avis 08/11/2015	1	/	X	
Autres	Chloroalcanes C10-C13	1955	SDP	x	x	AM 25/01/2010	0,4	0,4	1,4	1,4	1	Avis 08/11/2015	5	10		X

Famille	Substances	Code SANDRE	Classement	Substance à rechercher en entrée station	Substance à rechercher en sortie station	Texte de référence pour la NQE	NQE				Flux GEREP annuel (kg/an)	Texte de référence pour LQ	LQ		Analyses eaux en entrée si taux MES>250mg/L	
							NQE MA Eaux de surface intérieures (µg/l)	NQE MA autres eaux de surface (µg/l)	NQE CMA Eaux de surface intérieures (µg/l)	NQE CMA Autres eaux de surface (µg/l)			LQ Eaux en sortie & eaux en entrée sans séparation des fractions (µg/l)	LQ Eaux en entrée avec séparation des fractions (µg/l)	Substances à analyser sans séparation des fractions	Substances recommandées pour analyse avec séparation des fractions
Pesticides	Chlorprophame	1474	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	4						0,1	0,2		X
Pesticides	Chlortoluron	1136	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	0,1					Avis 08/11/2015	0,05	0,05		X
Métaux	Chrome (métal total)	1389	PSEE	x	x	AM 25/01/2010	3,4				50	Avis 08/11/2015	5	/	X	
Métaux	Cobalt	1379		x	x		Néant				40	Avis 08/11/2015	3	/	X	
Métaux	Cuivre (métal total)	1392	PSEE	x	x	AM 25/01/2010	1				50	Avis 08/11/2015	5	/	X	
Pesticides	Cybutrine	1935	SP	x	x	AM 25/01/2010	0,0025	0,0025	0,016	0,016			0,025	0,05		X
Pesticides	Cyperméthrine	1140	SP	x	x	AM 25/01/2010	8×10^{-5}	8×10^{-6}	6×10^{-4}	6×10^{-5}			0,02	0,04		X
Pesticides	Cyprodinil	1359	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	0,026						0,05	0,1		X
Autres	Di(2-éthylhexyl)phtalate (DEHP)	6616	SDP	x	x	AM 25/01/2010	1,3	1,3	sans objet	sans objet	1	Avis 08/11/2015	1	2		X
Organétains	Dibutylétain cation	7074		x	x						50 **(9)**	Avis 08/11/2015	0,02	0,04		X
COHV	Dichlorométhane	1168	SP	x	x	AM 25/01/2010	20	20	sans objet	sans objet	10	Avis 08/11/2015	5	/	X	
Pesticides	Dichlorvos	1170	SP	x	x	AM 25/01/2010	6×10^{-4}	6×10^{-5}	7×10^{-4}	7×10^{-5}			0,05	0,1		X
Pesticides	Dicofol	1172	SDP	x	x	AM 25/01/2010	$1,3 \times 10^{-3}$	$3,2 \times 10^{-5}$	sans objet	sans objet			0,05	0,1		X
Pesticides	Diflufenicanil	1814	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	0,01						0,05	0,1		X
Pesticides	Diuron	1177	SP	x	x	AM 25/01/2010	0,2	0,2	1,8	1,8	1	Avis 08/11/2015	0,05	0,05		X
BTEX	Ethylbenzène	1497		x	x						200 **(7)**	Avis 08/11/2015	1	/	X	
HAP	Fluoranthène	1191	SP	x	x	AM 25/01/2010	0,0063	0,0063	0,12	0,12	1	Avis 08/11/2015	0,01	0,01		X
Pesticides	Glyphosate	1506	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	28						0,1	0,2		X
Pesticides	Heptachlore	1197	SDP	x	x	AM 25/01/2010	2×10^{-7} **(2)**	1×10^{-8} **(2)**	3×10^{-4} **(2)**	3×10^{-5} **(2)**	1	Avis 08/11/2015	0,02	0,04		X
Pesticides	Heptachlore epoxide (exo)	1748	SP	x	x	AM 25/01/2010	2×10^{-7} **(2)**	1×10^{-8} **(2)**	3×10^{-4} **(2)**	3×10^{-5} **(2)**			0,02	0,04		X
Autres	Hexabromocyclododecane (HBCDD)	7128	SP	x	x	AM 25/01/2010	0,0016	8×10^{-4}	0,5	0,05			0,05	0,1		X
Chlorobenzènes	Hexachlorobenzène	1199	SDP	x	x	AM 25/01/2010			0,05	0,05	1	Avis 08/11/2015	0,01	0,02		X
COHV ou autres	Hexachlorobutadiène	1652	SDP	x	x	AM 25/01/2010			0,6	0,6	1	Avis 08/11/2015	0,5	0,5		X
Pesticides	Imidaclopride	1877	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	0,2						0,05	0,1		X
HAP	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	1204	SDP	x	x	AM 25/01/2010			sans objet	sans objet	5 **(8)**	Avis 08/11/2015	0,005	0,01		X
Pesticides	Iprodione	1206	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	0,35						0,1	0,2		X
Pesticides	Isoproturon	1208	SP	x	x	AM 25/01/2010	0,3	0,3	1	1	1	Avis 08/11/2015	0,05	0,05		X
Métaux	Mercure (métal total)	1387	SDP	x	x	AM 25/01/2010			0,07 **(3)**	0,07 **(3)**	1	Avis 08/11/2015	0,2	/	X	
Pesticides	Métaldéhyde	1796	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	60,6						0,1	0,2		X
Pesticides	Métazachlore	1670	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	0,019						0,05	0,1		X
Organétains	Monobutylétain cation	2542		x	x						50 **(9)**	Avis 08/11/2015	0,02	0,04		X
HAP	Naphtalène	1517	SP	x	x	AM 25/01/2010	2	2	130	130	10	Avis 08/11/2015	0,05	0,05		X
Métaux	Nickel (métal total)	1386	SP	x	x	AM 25/01/2010	4 **(3)**	8,6 **(3)**	34 **(3)**	34 **(3)**	20	Avis 08/11/2015	5	/	X	
Pesticides	Nicosulfuron	1882	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	0,035						0,05	0,1		X
Alkylphénols	Nonylphénols	1958	SDP	x	x	AM 25/01/2010	0,3	0,3	2	2	1 **(10)**	Avis 08/11/2015	0,5	0,5		X

Famille	Substances	Code SANDRE	Classement	Substance à rechercher en entrée station	Substance à rechercher en sortie station	Texte de référence pour la NQE	NQE				Flux GEREP annuel (kg/an)	Texte de référence pour LQ	LQ		Analyses eaux en entrée si taux MES>250mg/L	
							NQE MA Eaux de surface intérieures (µg/l)	NQE MA autres eaux de surface (µg/l)	NQE CMA Eaux de surface intérieures (µg/l)	NQE CMA Autres eaux de surface (µg/l)			LQ Eaux en sortie & eaux en entrée sans séparation des fractions (µg/l)	LQ Eaux en entrée avec séparation des fractions (µg/l)	Substances à analyser sans séparation des fractions	Substances recommandées pour analyse avec séparation des fractions
Alkylphénols	NP1OE	6366		x	x						1 **(10)**	Avis 08/11/2015	0,1	0,2		X
Alkylphénols	NP2OE	6369		x	x						1 **(10)**	Avis 08/11/2015	0,1	0,2		X
Alkylphénols	Octylphénols	1959	SP	x	x	AM 25/01/2010	0,1	0,01	sans objet	sans objet	1 **(11)**	Avis 08/11/2015	0,1	0,2		X
Alkylphénols	OP1OE	6370		x	x						1 **(11)**	Avis 08/11/2015	0,1	0,2		X
Alkylphénols	OP2OE	6371		x	x						1 **(11)**	Avis 08/11/2015	0,1	0,2		X
Pesticides	Oxadiazon	1667	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	0,09					Avis 08/11/2015	0,03	0,05		X
PCB	PCB 028	1239	SDP	x							0,1 **(12)**	Avis 08/11/2015	0,005	0,01		X
PCB	PCB 052	1241	Liste 1	x							0,1 **(12)**	Avis 08/11/2015	0,005	0,01		X
PCB	PCB 101	1242	SDP	x							0,1 **(12)**	Avis 08/11/2015	0,005	0,01		X
PCB	PCB 118	1243	SDP	x							0,1 **(12)**	Avis 08/11/2015	0,005	0,01		X
PCB	PCB 138	1244	SDP	x							0,1 **(12)**	Avis 08/11/2015	0,005	0,01		X
PCB	PCB 153	1245	SDP	x							0,1 **(12)**	Avis 08/11/2015	0,005	0,01		X
PCB	PCB 180	1246	SDP	x							0,1 **(12)**	Avis 08/11/2015	0,005	0,01		X
Pesticides	Pendiméthaline	1234	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	0,02						0,05	0,1		X
Chlorobenzènes	Pentachlorobenzène	1888	SDP	x	x	AM 25/01/2010	0,007	7×10^{-4}	sans objet	sans objet	1	Avis 08/11/2015	0,01	0,02		X
Chlorophénols	Pentachlorophénol	1235	SP	x	x	AM 25/01/2010	0,4	0,4	1	1	1	Avis 08/11/2015	0,1	0,2		X
Autres	Phosphate de tributyle (TBP)	1847	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	82					Avis 08/11/2015	0,1	0,2		X
Métaux	Plomb (métal total)	1382	SP	x	x	AM 25/01/2010	1,2 **(3)**	1,3 **(3)**	14 **(3)**	14 **(3)**	20	Avis 08/11/2015	2	/	X	
Pesticides	Quinoxyfène	2028	SDP	x	x	AM 25/01/2010	0,15	0,015	2,7	0,54			0,1	0,2		X
Autres	Sulfonate de perfluorooctane (PFOS)	6560	SDP	x	x	AM 25/01/2010	$6,5 \times 10^{-4}$	$1,3 \times 10^{-4}$	36	7,2	0	Avis 08/11/2015	0,05	0,1		X
Pesticides	Tebuconazole	1694	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	1						0,1	0,2		X
Pesticides	Terbutryne	1269	SP	x	x	AM 25/01/2010	0,065	0,0065	0,34	0,034			0,1	0,2		X
COHV	Tétrachloroéthylène	1272	Liste 1	x	x	AM 25/01/2010	10	10	sans objet	sans objet	10	Avis 08/11/2015	0,5	/	X	
COHV	Tétrachlorure de carbone	1276	Liste 1	x	x	AM 25/01/2010	12	12	sans objet	sans objet	1	Avis 08/11/2015	0,5	/	X	
Pesticides	Thiabendazole	1713	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	1,2						0,1	0,2		X
Métaux	Titane (métal total)	1373		x	x						100	Avis 08/11/2015	10	/	X	
BTEX	Toluène	1278	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	74				200 **(7)**	Avis 08/11/2015	1	/	X	
Organétains	Tributylétain cation	2879	SDP	x	x	AM 25/01/2010	2×10^{-4}	2×10^{-4}	$1,5 \times 10^{-3}$	$1,5 \times 10^{-3}$	50 **(9)**	Avis 08/11/2015	0,02	0,02		X
COHV	Trichloroéthylène	1286	Liste 1	x	x	AM 25/01/2010	10	10	sans objet	sans objet	10	Avis 08/11/2015	0,5	/	X	
COHV	Trichlorométhane (chloroforme)	1135	SP	x	x	AM 25/01/2010	2,5	2,5	sans objet	sans objet	10	Avis 08/11/2015	1	/	X	
Organétains	Triphénylétain cation	6372		x	x						50 **(9)**	Avis 08/11/2015	0,02	0,04		X
BTEX	Xylènes (Somme o,m,p)	1780	PSEE	x	x	AM 27/07/2015	1				200 **(7)**	Avis 08/11/2015	2	/	X	
Métaux	Zinc (métal total)	1383	PSEE	x	x	AM 25/01/2010	7,8				100	Avis 08/11/2015	5	/	X	

(1) les valeurs retenues pour les NQE-MA du cadmium et de ses composés varient en fonction de la dureté de l'eau telle que définie suivant les cinq classes suivantes :

- classe 1 : < 40 mg CaCO3 /l ;

- classe 2 : 40 à < 50 mg CaCO3/l ;
- classe 3 : 50 à < 100 mg CaCO3/l ;
- classe 4 : 100 à < 200 mg CaCO3/l ;
- classe 5 : ≥ 200 mg CaCO3/l.

(2) les valeurs de NQE indiquées sont valables pour la somme de l'heptachlore et de l'époxyde d'heptachlore.

(3) Au sein de la directive DCE, les valeurs de NQE se rapportent aux concentrations biodisponibles pour les métaux cadmium, plomb, mercure et nickel. Cependant, dans le cadre de l'action RSDE, il convient de prendre en considération la concentration totale mesurée dans les rejets.

(4) les valeurs de NQE indiquées sont valables pour la somme des concentrations des Diphényléthers bromés portant les numéros 28, 47, 99, 100, 153 et 154 (somme des codes SANDRE 2911, 2912, 2915, 2916, 2919 et 2920).

(5) Pour le cadmium et ses composés : les valeurs retenues pour les NQE-CMA varient en fonction de la dureté de l'eau telle que définie suivant les cinq classes suivantes :

- classe 1 : < 40 mg CaCO3 /l ;
- classe 2 : 40 à < 50 mg CaCO3/l ;
- classe 3 : 50 à < 100 mg CaCO3/l ;
- classe 4 : 100 à < 200 mg CaCO3/l ;
- classe 5 : ≥ 200 mg CaCO3/l.

(6) La valeur de flux GEREP indiquée de 1 kg/an est valable pour la somme des masses des diphényléthers bromés suivants : penta-BDE, octa-BDE et déca-BDE, soit la somme de BDE 47, BDE 99, BDE 100, BDE 154, BDE 153, BDE 183 et BDE 209 (somme des codes SANDRE 1815, 2910, 2911, 2912, 2915, 2916, 2919 et 2920) ;

(7) La valeur de flux GEREP indiquée de 200 kg/an est valable pour la somme des masses de benzène, de toluène, d'éthylbenzène et de xylènes (somme des codes SANDRE 1114, 1278, 1497, 1780).

(8) La valeur de flux GEREP indiquée de 5 kg/an est valable pour la somme des masses de Benzo (k) fluoranthène, d'Indeno (1,2,3-cd) pyrène, de Benzo (a) pyrène et de Benzo (b) fluoranthène (somme des codes SANDRE 1115, 1116, 1117 et 1204).

(9) La valeur de flux GEREP indiquée de 50 kg/an est valable pour la somme des masses de Dibutylétain cation, de Monobutylétain cation, de Triphénylétain cation et de Tributylétain cation (somme des codes SANDRE 25
42, 2879, 6372 et 7074).

(10) La valeur de flux GEREP indiquée de 1 kg/an est valable pour la somme des masses de Nonyphénols, du NP1OE et du NP2OE (somme des codes SANDRE 1958, 6366 et 6369).

(11) La valeur de flux GEREP indiquée de 1 kg/an est valable pour la somme des masses de Octylphénols et des éthoxylates d'octylphénols OP1OE et OP2OE (somme des codes SANDRE 1959, 6370 et 6371).

(12) La valeur de flux GEREP indiquée de 0,1 kg/an est valable pour la somme des masses de PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153, 180 (somme des codes SANDRE 1239, 1241, 1242, 1243,1244

ANNEXE 3 : <u>Prescriptions techniques applicables aux opérations d'échantillonnage et d'analyses dans les eaux brutes en entrée de STEU et dans les eaux traitées en sortie de STEU</u>

Cette annexe a pour but de préciser les prescriptions techniques qui doivent être respectées pour la réalisation des opérations d'échantillonnage et d'analyses de micropolluants dans l'eau.

1. Echantillonnage

1.1 Dispositions générales

Pour des raisons de qualité de la mesure, il n'est pas possible d'utiliser les dispositifs d'échantillonnage mis en place dans le cadre de l'autosurveillance des paramètres globaux (DBO5, DCO, MES, etc.) prévue par l'arrêté du 21 juillet 2015 pour le suivi des micropolluants visés par la présente note technique.

Ceci est dû à la possibilité de contamination des échantillons ou d'adsorption de certains micropolluants sur les éléments de ces équipements. L'échantillonnage devra être réalisé avec du matériel spécifique conforme aux prescriptions ci-après.

L'échantillonnage des micropolluants recherchés devra être réalisé par un organisme titulaire de l'accréditation selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour l'échantillonnage automatique avec asservissement au débit sur la matrice « eaux résiduaires » en vue d'analyses physico-chimiques selon la norme FDT-90-523-2 (ou son évolution). Le maître d'ouvrage de la station de traitement des eaux usées doit s'assurer de l'accréditation de l'organisme d'échantillonnage, notamment par la demande, avant le début de la sélection des organismes d'échantillonnage, des informations suivantes : numéro d'accréditation, extrait de l'annexe technique sur les opérations d'échantillonnage en eaux résiduaires.

Toutefois, si les opérations d'échantillonnage sont réalisées par le maître d'ouvrage et si celui-ci n'est pas accrédité, il doit certifier sur l'honneur qu'il respecte les exigences ci-dessous et les tenir à disposition auprès des organismes de contrôles et des agences de l'eau :

- Le maître d'ouvrage doit établir et disposer de procédures écrites détaillant l'organisation d'une campagne d'échantillonnage, le suivi métrologique des systèmes d'échantillonnage, les méthodes d'échantillonnage, les moyens mis en œuvre pour s'assurer de l'absence de contamination du matériel utilisé, le conditionnement et l'acheminement des échantillons jusqu'au laboratoire d'analyses. Toutes les procédures relatives à l'échantillonnage doivent être accessibles à l'organisme de prélèvement sur le terrain.
- Le maître d'ouvrage doit établir un plan d'assurance qualité (PAQ). Ce document précise notamment les moyens qu'il mettra en œuvre pour assurer la réalisation des opérations d'échantillonnage dans les meilleures conditions. Il liste notamment les documents de référence à respecter et proposera un synoptique nominatif des intervenants habilités en précisant leur rôle et leur responsabilité dans le processus de l'opération. Le PAQ détaille également les réponses aux exigences des présentes prescriptions techniques qui ne seraient pas prises en compte par le système d'assurance qualité.
- La traçabilité documentaire des opérations de terrain (échantillonnage) doit être assurée à toutes les étapes de la préparation de la campagne jusqu'à la restitution des données. Les opérations de terrain proprement dites doivent être tracées au travers d'une fiche terrain.

Ces éléments sont à transmettre aux services de police de l'eau en amont du début de la campagne de recherche.
Ces exigences sont considérées comme respectées pour un organisme accrédité.

1.2 Opérations d'échantillonnage

Les opérations 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 T90-524 « Contrôle Qualité - Contrôle qualité pour l'échantillonnage et la conservation des eaux » ;
- 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 » ;
- le Guide technique opérationnel AQUAREF (2011) « Pratiques d'échantillonnage et de conditionnement en vue de la recherche de micropolluants émergents et prioritaires en assainissement collectif et industriel » accessible sur le site AQUAREF (http://www.aquaref.fr).

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

1.3 Opérateurs d'échantillonnage

Les opérations d'échantillonnage peuvent être réalisées sur le site par :

- le prestataire d'analyse accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour l'échantillonnage automatique avec asservissement au débit sur la matrice « eaux résiduaires » en vue d'analyse physico-chimique selon la norme FDT-90-523-2 (ou son évolution) ;
- l'organisme d'échantillonnage, accrédité selon le même référentiel, sélectionné par le prestataire d'analyse et/ou le maître d'ouvrage ;
- le maître d'ouvrage lui-même.

Dans le cas où c'est le maître d'ouvrage qui réalise l'échantillonnage, il est impératif en absence d'accréditation qu'il dispose de procédures démontrant la fiabilité et la reproductibilité de ses pratiques d'échantillonnage et de mesures de débit.

1.4 Conditions générales de l'échantillonnage

Le volume prélevé devra être représentatif des conditions de fonctionnement habituelles de l'installation de traitement des eaux usées et conforme avec les quantités nécessaires pour réaliser les analyses.

La fourniture des éléments cités ci-dessous est de la responsabilité du laboratoire en charge des analyses. Un dialogue étroit entre l'opérateur d'échantillonnage et le laboratoire est mis en place préalablement à la campagne d'échantillonnage.

Les éléments qui doivent être fournis par le laboratoire à l'organisme d'échantillonnage sont :

- Flaconnage : nature, volume ;
- Etiquettes stables et ineffaçables (identification claire des flacons) ;
- Réactifs de conditionnement si besoin ;
- Matériel de contrôle qualité (flaconnage supplémentaire, eau exempte de micropolluants à analyser, etc.) si besoin ;

- Matériel de réfrigération (enceintes et blocs eutectiques) ayant la capacité de maintenir une température de transport de (5 ± 3)°C.

Ces éléments doivent être envoyés suffisamment à l'avance afin que l'opérateur d'échantillonnage puisse respecter les durées de mise au froid des blocs eutectiques. A ces éléments, le laboratoire d'analyse doit fournir des consignes spécifiques sur le remplissage (ras-bord, etc.), le rinçage des flacons, le conditionnement (ajout de conservateur avec leur quantité), l'utilisation des réactifs et l'identification des flacons et des enceintes.

En absence de consignes par le laboratoire concernant le remplissage du flacon, le préleveur doit le remplir à ras-bord.

Les échantillons seront répartis dans les différents flacons fournis par le laboratoire selon les prescriptions des méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux micropolluants à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3. A défaut d'information dans les normes pour les micropolluants organiques, le laboratoire retiendra les flacons en verre brun équipés de bouchons inertes (capsule téflon®). Le laboratoire conserve la possibilité d'utiliser un matériel de flaconnage différent s'il dispose de données d'essais permettant de justifier ce choix.

L'échantillonnage doit être adressé afin d'être réceptionné par le laboratoire d'analyse au plus tard 24 heures après la fin de l'opération d'échantillonnage.

1.5 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 FD T90-523-2 et/ou le guide technique opérationnel AQUAREF (2011) 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, etc.) 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, etc.) ou par une vérification effectuée sur un banc de mesure au sein d'un laboratoire accrédité.

Un contrôle métrologique doit avoir été effectué avant le démarrage de la campagne de mesures, ou à l'occasion de la première mesure.

1.6 Echantillonnage continu sur 24 heures à température contrôlée

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

Les échantillonneurs qui devront être utilisés seront des échantillonneurs réfrigérés monoflacons fixes ou portatifs, constituant un seul échantillon moyen sur toute la période considérée. La température du groupe froid de l'échantillonneur devra être à 5±3°C.

Pour les eaux brutes en entrée de STEU : dans le cas où il s'avérerait impossible d'effectuer un échantillonnage proportionnel au débit de l'effluent, le préleveur pratiquera un échantillonnage asservi au temps. Dans ce cas, le débit et son évolution seront estimés par le préleveur en fonction des renseignements collectés sur place.

Dans tous les cas, le préleveur devra lors de la restitution préciser la méthodologie d'échantillonnage mise en œuvre.

L'échantillonneur devra être constitué d'une ligne d'aspiration en Téflon® de diamètre intérieur supérieur à 9 mm, d'un flacon collecteur d'un volume de l'ordre de 20 litres en verre. Dans le cas d'un échantillonneur à pompe péristaltique, le tuyau d'écrasement sera en silicone. Le remplacement du tuyau d'écrasement en silicone sera effectué dans le cas où celui-ci serait abrasé. Pour les échantillonneurs à pompe à vide, il est recommandé d'utiliser un bol d'aspiration en verre.

Avant la mise en place d'un tuyau neuf, il est indispensable de le laver abondamment à l'eau exempte de micropolluants (déminéralisée) pendant plusieurs heures.

Avant toute opération d'échantillonnage, des opérations de nettoyage devront être effectuées sur l'échantillonneur et le cas échéant sur le système d'homogénéisation. La procédure à mettre en œuvre est la suivante (§ 12.1.6 guide technique opérationnel) :

Nettoyage du matériel en absence de moyens de protection type hotte, etc.	**Nettoyage du matériel avec moyens de protection**
Nettoyage grossier à l'eau chaude du robinet	Nettoyage grossier à l'eau chaude du robinet
Nettoyage avec du détergent alcalin (type labwash) Nettoyage à l'eau déminéralisée acidifiée (acide acétique à 80 %, dilué au quart)	Nettoyage avec du détergent alcalin (type labwash) Nettoyage à l'eau déminéralisée acidifiée, la nature de l'acide est du ressort du laboratoire (acide acétique, acide nitrique ou autre)
Rinçage à l'eau déminéralisée	Rinçage à l'eau déminéralisée
Rinçage au solvant de qualité pour analyse de résidus uniquement pour les éléments en verre et en téflon (acétone ultrapur, par exemple)	Rinçage au solvant de qualité pour analyse de résidus uniquement pour les éléments en verre et en téflon (acétone ultrapur, par exemple) ou calcination à 500°C pendant plusieurs heures pour les éléments en verre

Un contrôle métrologique du système d'échantillonnage doit être réalisé périodiquement par l'organisme en charge des prélèvements sur les points suivants (recommandations du guide FD T 90-523-2) :

- justesse et répétabilité du volume unitaire prélevé (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.

A l'issue de l'opération d'échantillonnage, le volume final collecté doit être vérifié et correspondre au volume théorique de la programmation (nombre d'impulsion x volume unitaire).

Tout matériel entrant en contact avec l'échantillon devra faire l'objet de contrôles qualité afin de s'assurer de l'absence de contamination et/ou de perte d'analytes. La méthodologie pour réaliser un

blanc de système d'échantillonnage pour les opérations d'échantillonnage est fournie dans le FD T90-524.

Le positionnement de la prise d'effluent devra respecter les points suivants :

- être dans une zone turbulente ;
- se situer à mi-hauteur de la colonne d'eau ;
- se situer à une distance suffisante des parois pour éviter une contamination des échantillons par les dépôts ou les biofilms qui s'y développent ;
- être dans une zone où il y a toujours de l'eau présente ;
- éviter de prélever dans un poste de relèvement compte tenu de la décantation. Si c'est le cas, positionner l'extrémité du tuyau sous le niveau minimum et hors du dépôt de fond.

1.7 Echantillon

La représentativité de l'échantillon est difficile à obtenir dans le cas du fractionnement de l'échantillon collecté en raison du processus d'échantillonnage (décantation des particules, colloïdes durant l'étape d'échantillonnage).

Pour les eaux brutes en entrée de STEU, un système d'homogénéisation mécanique doit être utilisé et être conforme aux recommandations émises dans le Guide technique opérationnel AQUAREF (2011) (§ 12.2). Le système d'homogénéisation ne devra pas modifier l'échantillon, pour cela il est recommandé d'utiliser une pale générant un flux axial et ne créant pas de phénomène de vortex afin d'éviter la perte de composés volatils (COHV, BTEX notamment). La distribution se fera, loin de toute source de contamination, flacon par flacon, ce qui correspond à un remplissage total du flacon en une seule fois. Les flacons destinés à l'analyse des composés volatils seront à remplir en premier.

Pour les eaux traitées en sortie de STEU, l'utilisation d'un système d'homogénéisation mécanique est également recommandée. A défaut de l'étape d'homogénéisation, la distribution de l'échantillon dans les différents flacons destinés à l'analyse devra être réalisée de façon fractionnée, c'est-à-dire que la distribution de l'échantillon collecté dans chaque flacon destiné au laboratoire sera réalisée en 3 passages permettant de compléter à chaque fois de 1/3 chaque flacon.

Le plus grand soin doit être accordé à l'emballage et la protection des échantillons en flaconnage verre afin d'éviter toute casse dans le cas d'envoi par transporteur. L'usage de plastique à bulles, d'une alternance flacon verre-flacon plastique ou de mousse sont vivement recommandés. De plus, ces protections sont à placer dans l'espace vide compris entre le haut des flacons et le couvercle de chaque glacière pour limiter la casse en cas de retournement des glacières. La fermeture des glacières peut être confortée avec un papier adhésif.

Le transport des échantillons vers le laboratoire devra être effectué dans une enceinte maintenue à une température égale à 5 °C ± 3 °C, préalable réfrigérée, et être accompli dans les 24 heures qui suivent la fin de l'échantillonnage, afin de garantir l'intégrité des échantillons.

La température de l'enceinte sera contrôlée à l'arrivée au laboratoire et indiquée dans le rapportage relatif aux analyses.

1.8 Blancs d'échantillonnage

Le blanc de système d'échantillonnage est destiné à vérifier l'absence de contamination liée aux matériaux (flacons, tuyaux, système d'agitation) utilisés ou de contamination croisée entre échantillonnages successifs. Il appartient à l'organisme d'échantillonnage de mettre en œuvre les dispositions permettant de démontrer l'absence de contamination. La transmission des résultats vaut

validation et le maître d'ouvrage de la station d'épuration sera donc réputé émetteur de tous les micropolluants retrouvés dans son rejet, aux teneurs correspondantes. Il lui appartiendra donc de contrôler toute absence de contamination avant transmission des résultats. Les résultats des analyses correspondant au blanc de système d'échantillonnage prélèvement seront à transmettre et devront être contrôlés par les agences de l'eau.

Le blanc du système d'échantillonnage devra être fait obligatoirement sur une durée de 3 heures minimum selon la méthodologie décrite dans le guide FD T 90-524 (annexe A).

Les critères d'acceptation et de prise en compte du blanc doivent respecter les dispositions définies dans le § 6.2 du guide FD T90-524.

D'autres blancs peuvent être mis en œuvre afin d'identifier une source de pollution (blanc ambiance, blanc terrain). Des dispositions sont définies dans le guide FD T 90-524.

2. Analyses

2.1 Dispositions générales

Les analyses des paramètres de suivi habituels de la STEU et des micropolluants recherchés devront être réalisées par un ou plusieurs laboratoires titulaires de l'agrément prévu à l'arrêté du 27 octobre 2011 portant modalités d'agrément des laboratoires dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques au titre du code de l'environnement, dès lors que cet agrément existe.

Si l'agrément n'existe pas, le laboratoire d'analyses choisi doit impérativement pouvoir remplir les conditions suivantes :

- Le laboratoire est titulaire de l'accréditation. Il peut faire appel à un ou des laboratoires prestataires qui devront également être accrédités selon ce référentiel ;
- Les limites de quantification telles que définies en annexe II pour la matrice eau résiduaire sont respectées pour la liste des substances présentées en annexe II ;
- L'accréditation est respectée pour la liste des substances présentées en annexe II (uniquement pour les eaux en sortie de STEU et les eaux en entrée de STEU pour la phase aqueuse ou pour les eaux sans séparation de phase).

Le maître d'ouvrage de la station de traitement des eaux usées demande au laboratoire de réaliser une déclaration sur l'honneur dans le cadre de la réponse à l'appel d'offre dans laquelle le laboratoire indique quelles analyses vont être réalisées sous agrément et quelles analyses sont réalisées sous accréditation, en précisant dans chacun des cas les limites de quantification considérées. Le laboratoire devra joindre à la réponse à l'appel d'offre les documents attestant de l'agrément (formulaire Labeau) et de l'accréditation (annexe technique, numéro d'accréditation) le cas échéant.

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

Lorsque les opérations d'échantillonnage sont diligentées par le prestataire d'échantillonnage, ce dernier est seul responsable de la bonne exécution de l'ensemble des opérations d'échantillonnage et de ce fait, responsable solidaire de la qualité des résultats d'analyse avec le prestataire d'analyse.

Lorsque les opérations d'échantillonnage sont réalisées par le maître d'ouvrage lui-même, celui-ci est le seul responsable de l'exécution des prestations d'échantillonnage et de ce fait, responsable solidaire de la qualité des résultats d'analyse avec le prestataire d'analyse.

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

2.2 Prise en charge des échantillons

La prise en charge des échantillons par le laboratoire d'analyses, incluant les premières étapes analytiques permettant de limiter l'évolution de l'échantillon (filtration, stabilisation, extraction, etc.), doit intervenir le lendemain après la fin de l'opération d'échantillonnage et en tout état de cause 48 heures au plus tard après la fin de l'échantillonnage.

La température de l'enceinte sera contrôlée à l'arrivée au laboratoire et indiquée dans le rapportage relatif aux analyses.

Toutes les analyses doivent rendre compte de la totalité de l'échantillon (effluent brut, MES comprises).

Pour les eaux ayant une concentration en matières en suspension inférieure à 250 mg/L, l'analyse pourra être mise en œuvre sur l'eau brute.

Pour les eaux ayant une concentration en matières en suspension supérieure ou égale à 250 mg/L, une analyse séparée de la phase aqueuse et de la phase particulaire devra être mise en œuvre sauf exceptions stipulées dans l'annexe III (composés volatils, métaux, paramètres indiciaires, etc.).

Code fraction analysée	Terminologie	Commentaires
3	Phase aqueuse de l'eau	filtrée, centrifugée
156	Phase particulaire de l'eau	Phase composée de l'ensemble des MES dans l'eau, récupérée généralement après centrifugation ou filtration
23	Eau Brute	- Fraction qui n'a subi aucun prétraitement pour les eaux de sortie de STEU - Résultat agrégé pour les eaux d'entrée de STEU

Si, à des fins d'analyses, il est nécessaire de séparer les fractions (analyse des micropolluants organiques), le résultat devra être exprimé en considérant chacune des fractions ainsi que l'ensemble des fractions. La restitution devra être effectuée de la façon suivante en indiquant :

- le résultat agrégé des 2 phases (en µg/L) ;
- le résultat obtenu pour la phase aqueuse (en µg/L) ;
- le résultat obtenu pour la phase particulaire (en µg/kg).

Les performances analytiques à atteindre pour les eaux résiduaires sont indiquées dans l'annexe III.

2.3 Paramètres de suivi habituel de la STEU

Les paramètres de suivi habituel de la STEU (entrée et sortie) seront analysés systématiquement (sans séparation des fractions dissoutes et particulaires) selon les normes en vigueur afin de vérifier la représentativité de l'effluent le jour de la mesure.
Les paramètres de suivi habituels de la STEU à analyser sont :

- la DCO (demande chimique en oxygène) ou le COT (carbone organique total) ou la ST DCO, en fonction de l'arrêté préfectoral en vigueur ;
- la DBO5 (demande biochimique en oxygène en cinq jours) ;

- les MES (matières en suspension).

Dans le cas des paramètres de suivi habituel de la STEU, l'agrément des laboratoires est exigé et les méthodes listées ci-dessous seront mises en œuvre :

Paramètre à analyser	Code SANDRE	Norme de référence
Matières en suspension totales (MES)	1305	NF EN 872[1]
DBO_5	1313	NF EN 1899-1[2]
DCO	1314	NF T 90-101
ST-DCO	6396	ISO 15705[3]
Carbone organique (COT)	1841, support 23 (eau brute non filtrée)	NF EN 1484

Ceci est justifié par le fait que ces paramètres ne correspondent pas à des micropolluants définis de manière univoque, mais à des indicateurs globaux dont la valeur est définie par le protocole de mesure lui-même. La continuité des résultats de mesure et leur interprétation dans le temps nécessite donc l'utilisation de méthodes strictement identiques quelle que soit la STEU considérée et le moment de la mesure.

2.4 Les métaux

Dans le cas des métaux hors mercure, l'analyse demandée est une détermination de la concentration en métal total contenu dans l'eau brute (aucune séparation), obtenue après digestion de l'échantillon selon la norme suivante : 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 ».

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

2.5 Les micropolluants organiques

Pour les micropolluants organiques, des précautions particulières s'appliquent pour les paramètres suivants :

- Nonylphénols : Les nombreuses incohérences observées (problème de CAS et de code SANDRE) sur l'analyse des nonylphénols ont conduit à la production d'un Mémo AQUAREF Alkylphénols. Ce document synthétique reprend l'ensemble des difficultés et les solutions apportées pour l'analyse de ces substances.
- Organoétains cation : une grande vigilance doit être portée sur ce point afin d'assurer que le résultat soit rendu en $\mu g_{organoétaincation}$ /L.
- Chloroalcanes à chaines courtes : les analyses dans la matrice eau devront être réalisées en appliquant la norme NF EN ISO 12010 et dans la fraction particulaire selon le projet de norme Pr NF EN ISO 18635.

2.6 Les blancs analytiques

[1] En cas de colmatage, c'est-à-dire pour une durée de filtration supérieure à 30 minutes, la norme NF T 90-105-2 est utilisable.
[2] Dans le cas de teneurs basses, inférieures à 3 mg/l, la norme NF EN 1899-2 est utilisable.
[3] Il convient que le prestataire d'analyse s'assure que la mesure a été faite avec un réactif dont la plage d'utilisation correspond exactement à la valeur mesurée. Cette vérification doit être rapportée avec le résultat de mesure.

Des blancs de méthode sont indispensables pour l'ensemble des composés. Eu égard à leur caractère ubiquiste, un blanc de méthode doit être réalisé pour chaque série analytique pour les familles ou substances suivantes :

- Alkylphénols
- Organoétains
- HAP
- PBDE, PCB
- DEHP
- Chloroalcanes à chaines courtes
- Sulfonate de perfluorooctane (PFOS)
- Métaux : cuivre, zinc

Le laboratoire devra préciser sa politique quant à la correction des résultats pour le blanc de méthode.

3. Restitution des données : cas de l'analyse des fractions séparées

Il est rappelé que la LQ eau résiduaire imposée dans la circulaire (ci-après $LQ_{\text{eau brute agrégée}}$) englobe la LQ fraction phase aqueuse (ci-après $LQ_{\text{phase aqueuse}}$) et la LQ fraction phase particulaire (ci-après $LQ_{\text{phase particulaire}}$) avec $LQ_{\text{eau brute agrégée}} = LQ_{\text{phase aqueuse}} + LQ_{\text{phase particulaire (équivalent)}}$

La détermination de la LQ sur la phase particulaire de l'eau doit répondre aux mêmes exigences que sur les fractions liquides. La $LQ_{\text{phase particulaire}}$ devra est déterminée, sur une matrice représentative, lors de la validation initiale de la méthode en se basant sur la concentration du seuil de coupure de 250 mg/L (ex : 250 mg de MES si un litre de prise d'échantillon, 100 mg de MES si prise d'échantillon de 400ml). Il faudra veiller lors de la campagne de mesure à ce que la prise d'essai de l'échantillon d'eau d'entrée corresponde à celle utilisée lors du plan d'expérience de validation.

Les deux phases aqueuses et particulaires sont extraites et analysées séparément avec les méthodes adaptées. Dans ce cas, la concentration agrégée (ci-après $C_{\text{agrégée}}$) est recalculée selon le protocole décrit ci-après.

Nota : Il est indispensable de bien distinguer la différence entre une valeur issue d'un résultat calculé (agrégation des résultats des concentrations obtenues pour la phase aqueuse et la phase particulaire) et un résultat non quantifié (c'est à dire valeur inférieure à la $LQ_{\text{eau brute agrégée}}$). Les codes remarques doivent être utilisés pour marquer cette différence lors de la restitution des résultats (code remarque 10 pour un résultat non quantifié et code remarque 1 pour un résultat calculé).

Protocole de calcul de la concentration agrégée ($C_{\text{agrégée}}$) :
Soient C_d la teneur mesurée dans la phase aqueuse en µg/L et C_p la teneur mesurée dans la phase particulaire en µg/kg.

$C_{p\ (\text{équivalent})}$ (µg/L) = 10^{-6} x MES (mg/L) x C_p (µg/kg)]

La $LQ_{\text{phase particulaire}}$ est en µg/kg et on a :
$LQ_{\text{phase particulaire (équivalent)}}$ (µg/L) = 10^{-6} x MES (mg/L) x $LQ_{\text{phase particulaire}}$ (µg/kg)

Le tableau ci-dessous présente les différents cas pour le rendu des résultats :

Si			**Alors**	**Résultat affiché**	
C_d	$C_{p\ (\text{équivalent})}$	Incertitude résultats MES	$C_{\text{agrégée}}$	Résultat	Code remarque

$< LQ_{phase\ aqueuse}$	$< LQ_{phase\ particulaire\ (équivalent)}$		$< LQ_{eau\ brute\ agrégée}$	$LQ_{eau\ brute\ agrégée}$	10
$\geq LQ_{phase\ aqueuse}$	$< LQ_{phase\ particulaire\ (équivalent)}$		C_d	C_d	1
$< LQ_{phase\ aqueuse}$	$\geq LQ_{phase\ particulaire\ (équivalent)}$	$> LQ_{phase\ aqueuse}$	$C_{p\ (équivalent)}$	$C_{p\ (équivalent)}$	1
$< LQ_{phase\ aqueuse}$	$\geq LQ_{phase\ particulaire\ (équivalent)}$	$\leq LQ_{phase\ aqueuse}$	$C_{p\ (équivalent)} + LQ_{phase\ aqueuse}$	$C_{p\ (équivalent)} + LQ_{phase\ aqueuse}$	1
$\geq LQ_{phase\ aqueuse}$	$\geq LQ_{phase\ particulaire\ (équivalent)}$		$C_d + C_{p\ (équivalent)}$	$C_d + C_{p\ (équivalent)}$	1

Dans la situation où un résultat est quantifié sur la phase particulaire ($\geq LQ_{phase\ particulaire\ (équivalent)}$) et non quantifié sur la phase aqueuse ($< LQ_{phase\ aqueuse}$), l'incertitude de l'analyse sur le résultat obtenu sur la phase particulaire (MES) est prise en compte. Alors, deux cas de figures se présentent :

- si l'incertitude sur la phase particulaire est supérieure à la LQ de la phase aqueuse, alors le résultat affiché correspond à celui mesuré sur la phase particulaire ($C_{p\ (équivalent)}$).
- si l'incertitude de la phase particulaire est inférieure à la LQ de la phase aqueuse, alors le résultat affiché correspond à la valeur mesurée sur la phase particulaire agrémenté de la LQ sur la phase aqueuse.

Annexe 4 – Règles de calcul pour déterminer si un micropolluant ou une famille de micropolluants est significatif dans les eaux brutes ou les eaux traitées

Les calculs présentés ci-après sont ceux à réaliser pour déterminer si un micropolluant (ou une famille de micropolluants) est significativement présent(e) dans les eaux brutes ou les eaux traitées de la STEU.

Les différentes NQE et les flux GEREP annuels à retenir pour la réalisation des calculs sont indiqués en annexe III. Ce document est à jour à la date de publication de la présente note technique.

Dans la suite du texte, les abréviations suivantes sont utilisées :

C_i : Concentration mesurée
C_{max} : Concentration maximale mesurée dans l'année
CR_i : Concentration Retenue pour les calculs
CMP : Concentration Moyenne Pondérée par les volumes journaliers
FMJ : flux moyen journalier
FMA : flux moyen annuel
V_i : volume journalier d'eau traitée rejeté au milieu le jour du prélèvement
V_A : volume annuel d'eau traitée rejeté au milieu[1]
i : $i^{ème}$ prélèvement
NQE-MA : norme de qualité environnementale exprimée en valeur moyenne annuelle
NQE-CMA : norme de qualité environnementale exprimée en concentration maximale admissible

Une substance est quantifiée lorsque $C_i \geq LQ_{laboratoire}$

Flux journalier théorique admissible par le milieu = Débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale ($QMNA_5$) x NQE

1. Cas général : le micropolluant dispose d'une NQE et/ou d'un flux GEREP

Dans cette partie on considèrera :

- si $C_i < LQ_{laboratoire}$ alors $CR_i = LQ_{laboratoire}/2$
- si $C_i \geq LQ_{laboratoire}$ alors $CR_i = C_i$

Calcul de la concentration moyenne pondérée par les volumes journaliers :
$CMP = \sum CR_i V_i / \sum V_i$

[1] Lorsque les analyses sont réalisées sur deux années civiles consécutives, calcul du volume annuel par cumul des volumes journaliers rejetés entre la date de réalisation du dernier prélèvement et les 364 journées précédentes.

Calcul du flux moyen annuel :

- Si le micropolluant est quantifié au moins une fois (au moins une Ci ≥ $LQ_{laboratoire}$) :
  FMA = CMP x V_A
- Si le micropolluant n'est jamais quantifié :
  FMA = 0.

Calcul du flux moyen journalier :

- Si le micropolluant est quantifié au moins une fois :
  FMJ = FMA/365
- Si le micropolluant n'est jamais quantifié :
  FMJ = 0.

Un micropolluant est significatif dans les eaux brutes si :

- ✓ Le micropolluant est quantifié au moins une fois ***ET***
- ✓ CMP ≥ 50 x NQE-MA ***OU***
- ✓ C_{max} ≥ 5 x NQE-CMA ***OU***
- ✓ FMA ≥ Flux GEREP annuel

Un micropolluant est significatif dans les eaux traitées si :

- ✓ Le micropolluant est quantifié au moins une fois ***ET***
- ✓ CMP ≥ 10 x NQE-MA ***OU***
- ✓ C_{max} ≥ NQE-CMA ***OU***
- ✓ FMJ ≥ 0,1 x Flux journalier théorique admissible par le milieu ***OU***
- ✓ FMA ≥ Flux GEREP annuel ***OU***
- ✓ A l'exception des HAP, la masse d'eau dans laquelle les eaux traitées sont rejetées est déclassée pour la substance considérée.

Certains micropolluants ne disposent pas de NQE ou de flux GEREP. Dans ce cas, seules les autres conditions sont examinées.
De plus, du fait des difficultés d'analyse de la matrice eau, les LQ associées à certains micropolluants sont parfois relativement élevées. La règle générale issue de la directive 2009/90/CE[2], selon laquelle une LQ est à environ 1/3 de la NQE n'est pas toujours applicable. De fait, certains micropolluants seront nécessairement significatifs dès qu'ils seront quantifiés.

2. Cas des familles de micropolluants : la NQE ou le flux GEREP est défini pour la somme des micropolluants de la famille

2.1. Cas où la NQE est définie pour une famille

Il s'agit des familles suivantes :

- Diphényléthers bromés : somme de BDE 28, BDE 47, BDE 99, BDE 100, BDE 153, BDE 154,
- Heptachlore et heptachlore epoxide

Ces familles disposent d'une NQE portant sur la somme des concentrations des micropolluants comme précisé en annexe 8 de l'arrêté du 27 juillet 2015[3].

[2] DIRECTIVE 2009/90/CE DE LA COMMISSION du 31 juillet 2009 établissant, conformément à la directive 2000/60/CE du Parlement européen et du Conseil, des spécifications techniques pour l'analyse chimique et la surveillance de l'état des eaux – JOUE L 201 du 01/08/2009

[3] Arrêté du 27 juillet 2015 modifiant 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

2.2. Cas où le flux GEREP est défini pour une famille

Il s'agit des familles suivantes :

- HAP : somme de Benzo (k) fluoranthène, Indeno(1,2,3-cd)pyrène, Benzo(a)pyrène, Benzo (b) fluoranthène,
- BTEX : somme de benzène, toluène, éthylbenzène et de xylènes,
- Composés organostanniques (en tant que Sn total) : somme de Dibutylétain cation, Monobutylétain cation, Triphénylétain cation, Tributylétain cation,
- Nonylphénols et éthoxylates de nonylphénol (NP/ NPE),
- Octylphénols et éthoxylates d'octylphénol,
- Diphényléthers bromés : pour le flux annuel, somme de penta-BDE (BDE 28, 47, 99, 100, 153, 154), octa-BDE (BDE 183) et déca-BDE (BDE 209).

2.3. Calculs à appliquer pour ces familles de micropolluants

Pour chaque micropolluant appartenant à une famille, les règles à appliquer sont les suivantes :

- si $C_{i\ Micropolluant} < LQ_{laboratoire} \rightarrow CR_{i\ Micropolluant} = 0$
- si $C_{i\ Micropolluant} \geq LQ_{laboratoire} \rightarrow CR_{i\ Micropolluant} = C_{i\ Micropolluant}$

$CRi_{Famille} = \sum CR_{iMicropolluant}$
$CMP_{Famille} = \sum CR_{iFamille} V_i / \sum V_i$
$FMA_{Famille} = CMP_{Famille} \times V_A$
$FMJ_{Famille} = FMA_{Famille} / 365$

Les facteurs de conversion en étain total sont indiqués dans le tableau suivant pour les différents organoétains dont l'analyse est à effectuer.

Substances	Code SANDRE	LQ à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l	Facteur de conversion de la substance considérée en Sn total	Seuil de flux arrêté du 31 janvier 2008 kg Sn /an
Tributylétain cation	2879	0,02	0,41	50 (en tant que Sn total)
Dibutylétain cation	7074	0,02	0,51	
Monobutylétain cation	2542	0,02	0,68	
Triphénylétain cation	6372	0,02	0,34	

2.4. Une famille est significative dans les eaux brutes si :

- ✓ Au moins un micropolluant de la famille est quantifié une fois ***ET***
- ✓ $CMP_{Famille} \geq 50 \times$ NQE-MA ***OU***
- ✓ $C_{maxFamille} \geq 5 \times$ NQE-CMA ***OU***
- ✓ $FMA_{Famille} \geq$ Flux GEREP

2.5. Une famille est significative dans les eaux traitées si :

- ✓ Au moins un micropolluant de la famille est quantifié une fois ***ET***
- ✓ $CMP_{Famille} \geq 10$ x NQE-MA ***OU***
- ✓ $C_{maxFamille} \geq$ NQE-CMA ***OU***
- ✓ $FMJ_{Famille} \geq 0{,}1$ x Flux journalier théorique admissible par le milieu ***OU***
- ✓ $FMA_{Famille} \geq$ Flux GEREP ***OU***
- ✓ A l'exception des HAP, la masse d'eau dans laquelle les eaux traitées sont rejetées est déclassée pour la famille de micropolluants considérée.

ANNEXE VII : <u>Prescriptions techniques applicables aux opérations d'échantillonnage et d'analyses dans les eaux brutes en entrée de STEU et dans les eaux traitées en sortie de STEU</u>

Cette annexe a pour but de préciser les prescriptions techniques qui doivent être respectées pour la réalisation des opérations d'échantillonnage et d'analyses de micropolluants dans l'eau.

1. Echantillonnage

1.1 Dispositions générales

Pour des raisons de qualité de la mesure, il n'est pas possible d'utiliser les dispositifs d'échantillonnage mis en place dans le cadre de l'autosurveillance des paramètres globaux (DBO5, DCO, MES, etc.) prévue par l'arrêté du 21 juillet 2015 pour le suivi des micropolluants visés par la présente note technique.

Ceci est dû à la possibilité de contamination des échantillons ou d'adsorption de certains micropolluants sur les éléments de ces équipements. L'échantillonnage devra être réalisé avec du matériel spécifique conforme aux prescriptions ci-après.

L'échantillonnage des micropolluants recherchés devra être réalisé par un organisme titulaire de l'accréditation selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour l'échantillonnage automatique avec asservissement au débit sur la matrice « eaux résiduaires » en vue d'analyses physico-chimiques selon la norme FDT-90-523-2 (ou son évolution). Le maître d'ouvrage de la station de traitement des eaux usées doit s'assurer de l'accréditation de l'organisme d'échantillonnage, notamment par la demande, avant le début de la sélection des organismes d'échantillonnage, des informations suivantes : numéro d'accréditation, extrait de l'annexe technique sur les opérations d'échantillonnage en eaux résiduaires.

Toutefois, si les opérations d'échantillonnage sont réalisées par le maître d'ouvrage et si celui-ci n'est pas accrédité, il doit certifier sur l'honneur qu'il respecte les exigences ci-dessous et les tenir à disposition auprès des organismes de contrôles et des agences de l'eau :

- Le maître d'ouvrage doit établir et disposer de procédures écrites détaillant l'organisation d'une campagne d'échantillonnage, le suivi métrologique des systèmes d'échantillonnage, les méthodes d'échantillonnage, les moyens mis en œuvre pour s'assurer de l'absence de contamination du matériel utilisé, le conditionnement et l'acheminement des échantillons jusqu'au laboratoire d'analyses. Toutes les procédures relatives à l'échantillonnage doivent être accessibles à l'organisme de prélèvement sur le terrain.
- Le maître d'ouvrage doit établir un plan d'assurance qualité (PAQ). Ce document précise notamment les moyens qu'il mettra en œuvre pour assurer la réalisation des opérations d'échantillonnage dans les meilleures conditions. Il liste notamment les documents de référence à respecter et proposera un synoptique nominatif des intervenants habilités en précisant leur rôle et leur responsabilité dans le processus de l'opération. Le PAQ détaille

également les réponses aux exigences des présentes prescriptions techniques qui ne seraient pas prises en compte par le système d'assurance qualité.

- La traçabilité documentaire des opérations de terrain (échantillonnage) doit être assurée à toutes les étapes de la préparation de la campagne jusqu'à la restitution des données. Les opérations de terrain proprement dites doivent être tracées au travers d'une fiche terrain.

Ces éléments sont à transmettre aux services de police de l'eau en amont du début de la campagne de recherche.
Ces exigences sont considérées comme respectées pour un organisme accrédité.

1.2 Opérations d'échantillonnage

Les opérations 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 T90-524 « Contrôle Qualité - Contrôle qualité pour l'échantillonnage et la conservation des eaux » ;
- 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 » ;
- le Guide technique opérationnel AQUAREF (2011) « Pratiques d'échantillonnage et de conditionnement en vue de la recherche de micropolluants émergents et prioritaires en assainissement collectif et industriel » accessible sur le site AQUAREF (http://www.aquaref.fr).

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

1.3 Opérateurs d'échantillonnage

Les opérations d'échantillonnage peuvent être réalisées sur le site par :

- le prestataire d'analyse accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour l'échantillonnage automatique avec asservissement au débit sur la matrice « eaux résiduaires » en vue d'analyse physico-chimique selon la norme FDT-90-523-2 (ou son évolution) ;
- l'organisme d'échantillonnage, accrédité selon le même référentiel, sélectionné par le prestataire d'analyse et/ou le maître d'ouvrage ;
- le maître d'ouvrage lui-même.

Dans le cas où c'est le maître d'ouvrage qui réalise l'échantillonnage, il est impératif en absence d'accréditation qu'il dispose de procédures démontrant la fiabilité et la reproductibilité de ses pratiques d'échantillonnage et de mesures de débit.

1.4 Conditions générales de l'échantillonnage

Le volume prélevé devra être représentatif des conditions de fonctionnement habituelles de l'installation de traitement des eaux usées et conforme avec les quantités nécessaires pour réaliser les analyses.

La fourniture des éléments cités ci-dessous est de la responsabilité du laboratoire en charge des analyses. Un dialogue étroit entre l'opérateur d'échantillonnage et le laboratoire est mis en place préalablement à la campagne d'échantillonnage.

Les éléments qui doivent être fournis par le laboratoire à l'organisme d'échantillonnage sont :

- Flaconnage : nature, volume ;
- Etiquettes stables et ineffaçables (identification claire des flacons) ;
- Réactifs de conditionnement si besoin ;
- Matériel de contrôle qualité (flaconnage supplémentaire, eau exempte de micropolluants à analyser, etc.) si besoin ;
- Matériel de réfrigération (enceintes et blocs eutectiques) ayant la capacité de maintenir une température de transport de (5 ± 3)°C.

Ces éléments doivent être envoyés suffisamment à l'avance afin que l'opérateur d'échantillonnage puisse respecter les durées de mise au froid des blocs eutectiques. A ces éléments, le laboratoire d'analyse doit fournir des consignes spécifiques sur le remplissage (ras-bord, etc.), le rinçage des flacons, le conditionnement (ajout de conservateur avec leur quantité), l'utilisation des réactifs et l'identification des flacons et des enceintes.

En absence de consignes par le laboratoire concernant le remplissage du flacon, le préleveur doit le remplir à ras-bord.

Les échantillons seront répartis dans les différents flacons fournis par le laboratoire selon les prescriptions des méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux micropolluants à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3. A défaut d'information dans les normes pour les micropolluants organiques, le laboratoire retiendra les flacons en verre brun équipés de bouchons inertes (capsule téflon®). Le laboratoire conserve la possibilité d'utiliser un matériel de flaconnage différent s'il dispose de données d'essais permettant de justifier ce choix.

L'échantillonnage doit être adressé afin d'être réceptionné par le laboratoire d'analyse au plus tard 24 heures après la fin de l'opération d'échantillonnage.

1.5 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 FD T90-523-2 et/ou le guide technique opérationnel AQUAREF (2011) 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, etc.) 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, etc.) ou par une vérification effectuée sur un banc de mesure au sein d'un laboratoire accrédité.

Un contrôle métrologique doit avoir été effectué avant le démarrage de la campagne de mesures, ou à l'occasion de la première mesure.

1.6 Echantillonnage continu sur 24 heures à température contrôlée

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

Les échantillonneurs qui devront être utilisés seront des échantillonneurs réfrigérés monoflacons fixes ou portatifs, constituant un seul échantillon moyen sur toute la période considérée. La température du groupe froid de l'échantillonneur devra être à 5±3°C.

Pour les eaux brutes en entrée de STEU : dans le cas où il s'avérerait impossible d'effectuer un échantillonnage proportionnel au débit de l'effluent, le préleveur pratiquera un échantillonnage asservi au temps. Dans ce cas, le débit et son évolution seront estimés par le préleveur en fonction des renseignements collectés sur place.

Dans tous les cas, le préleveur devra lors de la restitution préciser la méthodologie d'échantillonnage mise en œuvre.

L'échantillonneur devra être constitué d'une ligne d'aspiration en Téflon® de diamètre intérieur supérieur à 9 mm, d'un flacon collecteur d'un volume de l'ordre de 20 litres en verre. Dans le cas d'un échantillonneur à pompe péristaltique, le tuyau d'écrasement sera en silicone. Le remplacement du tuyau d'écrasement en silicone sera effectué dans le cas où celui-ci serait abrasé. Pour les échantillonneurs à pompe à vide, il est recommandé d'utiliser un bol d'aspiration en verre.

Avant la mise en place d'un tuyau neuf, il est indispensable de le laver abondamment à l'eau exempte de micropolluants (déminéralisée) pendant plusieurs heures.

Avant toute opération d'échantillonnage, des opérations de nettoyage devront être effectuées sur l'échantillonneur et le cas échéant sur le système d'homogénéisation. La procédure à mettre en œuvre est la suivante (§ 12.1.6 guide technique opérationnel) :

Nettoyage du matériel en absence de moyens de protection type hotte, etc.	**Nettoyage du matériel avec moyens de protection**
Nettoyage grossier à l'eau chaude du robinet	Nettoyage grossier à l'eau chaude du robinet
Nettoyage avec du détergent alcalin (type labwash) Nettoyage à l'eau déminéralisée acidifiée (acide acétique à 80 %, dilué au quart)	Nettoyage avec du détergent alcalin (type labwash) Nettoyage à l'eau déminéralisée acidifiée, la nature de l'acide est du ressort du laboratoire (acide acétique, acide nitrique ou autre)
Rinçage à l'eau déminéralisée	Rinçage à l'eau déminéralisée
Rinçage au solvant de qualité pour analyse de résidus uniquement pour les éléments en verre et en téflon (acétone ultrapur, par exemple)	Rinçage au solvant de qualité pour analyse de résidus uniquement pour les éléments en verre et en téflon (acétone ultrapur, par exemple) ou calcination à 500°C pendant plusieurs heures pour les éléments en verre

Un contrôle métrologique du système d'échantillonnage doit être réalisé périodiquement par l'organisme en charge des prélèvements sur les points suivants (recommandations du guide FD T 90-523-2) :

- justesse et répétabilité du volume unitaire prélevé (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.

A l'issue de l'opération d'échantillonnage, le volume final collecté doit être vérifié et correspondre au volume théorique de la programmation (nombre d'impulsion x volume unitaire).

Tout matériel entrant en contact avec l'échantillon devra faire l'objet de contrôles qualité afin de s'assurer de l'absence de contamination et/ou de perte d'analytes. La méthodologie pour réaliser un blanc de système d'échantillonnage pour les opérations d'échantillonnage est fournie dans le FD T90-524.

Le positionnement de la prise d'effluent devra respecter les points suivants :
- être dans une zone turbulente ;
- se situer à mi-hauteur de la colonne d'eau ;
- se situer à une distance suffisante des parois pour éviter une contamination des échantillons par les dépôts ou les biofilms qui s'y développent ;
- être dans une zone où il y a toujours de l'eau présente ;
- éviter de prélever dans un poste de relèvement compte tenu de la décantation. Si c'est le cas, positionner l'extrémité du tuyau sous le niveau minimum et hors du dépôt de fond.

1.7 Echantillon

La représentativité de l'échantillon est difficile à obtenir dans le cas du fractionnement de l'échantillon collecté en raison du processus d'échantillonnage (décantation des particules, colloïdes durant l'étape d'échantillonnage).

Pour les eaux brutes en entrée de STEU, un système d'homogénéisation mécanique doit être utilisé et être conforme aux recommandations émises dans le Guide technique opérationnel AQUAREF (2011) (§ 12.2). Le système d'homogénéisation ne devra pas modifier l'échantillon, pour cela il est recommandé d'utiliser une pale générant un flux axial et ne créant pas de phénomène de vortex afin d'éviter la perte de composés volatils (COHV, BTEX notamment). La distribution se fera, loin de toute source de contamination, flacon par flacon, ce qui correspond à un remplissage total du flacon en une seule fois. Les flacons destinés à l'analyse des composés volatils seront à remplir en premier.

Pour les eaux traitées en sortie de STEU, l'utilisation d'un système d'homogénéisation mécanique est également recommandée. A défaut de l'étape d'homogénéisation, la distribution de l'échantillon dans les différents flacons destinés à l'analyse devra être réalisée de façon fractionnée, c'est-à-dire que la distribution de l'échantillon collecté dans chaque flacon destiné au laboratoire sera réalisée en 3 passages permettant de compléter à chaque fois de 1/3 chaque flacon.

Le plus grand soin doit être accordé à l'emballage et la protection des échantillons en flaconnage verre afin d'éviter toute casse dans le cas d'envoi par transporteur. L'usage de plastique à bulles, d'une alternance flacon verre-flacon plastique ou de mousse sont vivement recommandés. De plus, ces protections sont à placer dans l'espace vide compris entre le haut des flacons et le couvercle de chaque glacière pour limiter la casse en cas de retournement des glacières. La fermeture des glacières peut être confortée avec un papier adhésif.

Le transport des échantillons vers le laboratoire devra être effectué dans une enceinte maintenue à une température égale à 5 °C ± 3 °C, préalable réfrigérée, et être accompli dans les 24 heures qui suivent la fin de l'échantillonnage, afin de garantir l'intégrité des échantillons.

La température de l'enceinte sera contrôlée à l'arrivée au laboratoire et indiquée dans le rapportage relatif aux analyses.

1.8 Blancs d'échantillonnage

Le blanc de système d'échantillonnage est destiné à vérifier l'absence de contamination liée aux matériaux (flacons, tuyaux, système d'agitation) utilisés ou de contamination croisée entre échantillonnages successifs. Il appartient à l'organisme d'échantillonnage de mettre en œuvre les dispositions permettant de démontrer l'absence de contamination. La transmission des résultats vaut validation et le maître d'ouvrage de la station d'épuration sera donc réputé émetteur de tous les micropolluants retrouvés dans son rejet, aux teneurs correspondantes. Il lui appartiendra donc de contrôler toute absence de contamination avant transmission des résultats. Les résultats des analyses correspondant au blanc de système d'échantillonnage prélèvement seront à transmettre et devront être contrôlés par les agences de l'eau.

Le blanc du système d'échantillonnage devra être fait obligatoirement sur une durée de 3 heures minimum selon la méthodologie décrite dans le guide FD T 90-524 (annexe A).

Les critères d'acceptation et de prise en compte du blanc doivent respecter les dispositions définies dans le § 6.2 du guide FD T90-524.

D'autres blancs peuvent être mis en œuvre afin d'identifier une source de pollution (blanc ambiance, blanc terrain). Des dispositions sont définies dans le guide FD T 90-524.

2. Analyses

2.1 Dispositions générales

Les analyses des paramètres de suivi habituels de la STEU et des micropolluants recherchés devront être réalisées par un ou plusieurs laboratoires titulaires de l'agrément prévu à l'arrêté du 27 octobre 2011 portant modalités d'agrément des laboratoires dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques au titre du code de l'environnement, dès lors que cet agrément existe.

Si l'agrément n'existe pas, le laboratoire d'analyses choisi doit impérativement pouvoir remplir les conditions suivantes :

- Le laboratoire est titulaire de l'accréditation. Il peut faire appel à un ou des laboratoires prestataires qui devront également être accrédités selon ce référentiel ;
- Les limites de quantification telles que définies en annexe II pour la matrice eau résiduaire sont respectées pour la liste des substances présentées en annexe II ;
- L'accréditation est respectée pour la liste des substances présentées en annexe II (uniquement pour les eaux en sortie de STEU et les eaux en entrée de STEU pour la phase aqueuse ou pour les eaux sans séparation de phase).

Le maître d'ouvrage de la station de traitement des eaux usées demande au laboratoire de réaliser une déclaration sur l'honneur dans le cadre de la réponse à l'appel d'offre dans laquelle le laboratoire indique quelles analyses vont être réalisées sous agrément et quelles analyses sont réalisées sous accréditation, en précisant dans chacun des cas les limites de quantification considérées. Le laboratoire devra joindre à la réponse à l'appel d'offre les documents attestant de l'agrément (formulaire Labeau) et de l'accréditation (annexe technique, numéro d'accréditation) le cas échéant.

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

Lorsque les opérations d'échantillonnage sont diligentées par le prestataire d'échantillonnage, ce dernier est seul responsable de la bonne exécution de l'ensemble des opérations d'échantillonnage et de ce fait, responsable solidaire de la qualité des résultats d'analyse avec le prestataire d'analyse.

Lorsque les opérations d'échantillonnage sont réalisées par le maître d'ouvrage lui-même, celui-ci est le seul responsable de l'exécution des prestations d'échantillonnage et de ce fait, responsable solidaire de la qualité des résultats d'analyse avec le prestataire d'analyse.

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

2.2 Prise en charge des échantillons

La prise en charge des échantillons par le laboratoire d'analyses, incluant les premières étapes analytiques permettant de limiter l'évolution de l'échantillon (filtration, stabilisation, extraction, etc.), doit intervenir le lendemain après la fin de l'opération d'échantillonnage et en tout état de cause 48 heures au plus tard après la fin de l'échantillonnage.

La température de l'enceinte sera contrôlée à l'arrivée au laboratoire et indiquée dans le rapportage relatif aux analyses.

Toutes les analyses doivent rendre compte de la totalité de l'échantillon (effluent brut, MES comprises).

Pour les eaux ayant une concentration en matières en suspension inférieure à 250 mg/L, l'analyse pourra être mise en œuvre sur l'eau brute.

Pour les eaux ayant une concentration en matières en suspension supérieure ou égale à 250 mg/L, une analyse séparée de la phase aqueuse et de la phase particulaire devra être mise en œuvre sauf exceptions stipulées dans l'annexe III (composés volatils, métaux, paramètres indiciaires, etc.).

Code fraction analysée	Terminologie	Commentaires
3	Phase aqueuse de l'eau	filtrée, centrifugée
156	Phase particulaire de l'eau	Phase composée de l'ensemble des MES dans l'eau, récupérée généralement après centrifugation ou filtration
23	Eau Brute	- Fraction qui n'a subi aucun prétraitement pour les eaux de sortie de STEU - Résultat agrégé pour les eaux d'entrée de STEU

Si, à des fins d'analyses, il est nécessaire de séparer les fractions (analyse des micropolluants organiques), le résultat devra être exprimé en considérant chacune des fractions ainsi que l'ensemble des fractions. La restitution devra être effectuée de la façon suivante en indiquant :

- le résultat agrégé des 2 phases (en µg/L) ;
- le résultat obtenu pour la phase aqueuse (en µg/L) ;
- le résultat obtenu pour la phase particulaire (en µg/kg).

Les performances analytiques à atteindre pour les eaux résiduaires sont indiquées dans l'annexe III.

2.3 Paramètres de suivi habituel de la STEU

Les paramètres de suivi habituel de la STEU (entrée et sortie) seront analysés systématiquement (sans séparation des fractions dissoutes et particulaires) selon les normes en vigueur afin de vérifier la représentativité de l'effluent le jour de la mesure.
Les paramètres de suivi habituels de la STEU à analyser sont :

- la DCO (demande chimique en oxygène) ou le COT (carbone organique total) ou la ST DCO, en fonction de l'arrêté préfectoral en vigueur ;
- la DBO5 (demande biochimique en oxygène en cinq jours) ;
- les MES (matières en suspension).

Dans le cas des paramètres de suivi habituel de la STEU, l'agrément des laboratoires est exigé et les méthodes listées ci-dessous seront mises en œuvre :

Paramètre à analyser	Code SANDRE	Norme de référence
Matières en suspension totales (MES)	1305	NF EN 872[4]
DBO_5	1313	NF EN 1899-1[5]
DCO	1314	NF T 90-101
ST-DCO	6396	ISO 15705[6]
Carbone organique (COT)	1841, support 23 (eau brute non filtrée)	NF EN 1484

Ceci est justifié par le fait que ces paramètres ne correspondent pas à des micropolluants définis de manière univoque, mais à des indicateurs globaux dont la valeur est définie par le protocole de mesure lui-même. La continuité des résultats de mesure et leur interprétation dans le temps nécessite donc l'utilisation de méthodes strictement identiques quelle que soit la STEU considérée et le moment de la mesure.

2.4 Les métaux

Dans le cas des métaux hors mercure, l'analyse demandée est une détermination de la concentration en métal total contenu dans l'eau brute (aucune séparation), obtenue après digestion de l'échantillon selon la norme suivante : 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 ».

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

2.5 Les micropolluants organiques

Pour les micropolluants organiques, des précautions particulières s'appliquent pour les paramètres suivants :

- Nonylphénols : Les nombreuses incohérences observées (problème de CAS et de code SANDRE) sur l'analyse des nonylphénols ont conduit à la production d'un Mémo

[4] En cas de colmatage, c'est-à-dire pour une durée de filtration supérieure à 30 minutes, la norme NF T 90-105-2 est utilisable.
[5] Dans le cas de teneurs basses, inférieures à 3 mg/l, la norme NF EN 1899-2 est utilisable.
[6] Il convient que le prestataire d'analyse s'assure que la mesure a été faite avec un réactif dont la plage d'utilisation correspond exactement à la valeur mesurée. Cette vérification doit être rapportée avec le résultat de mesure.

AQUAREF Alkylphénols. Ce document synthétique reprend l'ensemble des difficultés et les solutions apportées pour l'analyse de ces substances.

- Organoétains cation : une grande vigilance doit être portée sur ce point afin d'assurer que le résultat soit rendu en $\mu g_{organoétaincation}$ /L.
- Chloroalcanes à chaines courtes : les analyses dans la matrice eau devront être réalisées en appliquant la norme NF EN ISO 12010 et dans la fraction particulaire selon le projet de norme Pr NF EN ISO 18635.

2.6 Les blancs analytiques

Des blancs de méthode sont indispensables pour l'ensemble des composés. Eu égard à leur caractère ubiquiste, un blanc de méthode doit être réalisé pour chaque série analytique pour les familles ou substances suivantes :

- Alkylphénols
- Organoétains
- HAP
- PBDE, PCB
- DEHP
- Chloroalcanes à chaines courtes
- Sulfonate de perfluorooctane (PFOS)
- Métaux : cuivre, zinc

Le laboratoire devra préciser sa politique quant à la correction des résultats pour le blanc de méthode.

3. Restitution des données : cas de l'analyse des fractions séparées

Il est rappelé que la LQ eau résiduaire imposée dans la circulaire (ci-après $LQ_{eau\ brute\ agrégée}$) englobe la LQ fraction phase aqueuse (ci-après $LQ_{phase\ aqueuse}$) et la LQ fraction phase particulaire (ci-après $LQ_{phase\ particulaire}$) avec $LQ_{eau\ brute\ agrégée} = LQ_{phase\ aqueuse} + LQ_{phase\ particulaire\ (équivalent)}$

La détermination de la LQ sur la phase particulaire de l'eau doit répondre aux mêmes exigences que sur les fractions liquides. La $LQ_{phase\ particulaire}$ devra est déterminée, sur une matrice représentative, lors de la validation initiale de la méthode en se basant sur la concentration du seuil de coupure de 250 mg/L (ex : 250 mg de MES si un litre de prise d'échantillon, 100 mg de MES si prise d'échantillon de 400ml). Il faudra veiller lors de la campagne de mesure à ce que la prise d'essai de l'échantillon d'eau d'entrée corresponde à celle utilisée lors du plan d'expérience de validation.

Les deux phases aqueuses et particulaires sont extraites et analysées séparément avec les méthodes adaptées. Dans ce cas, la concentration agrégée (ci-après $C_{agrégée}$) est recalculée selon le protocole décrit ci-après.

Nota : Il est indispensable de bien distinguer la différence entre une valeur issue d'un résultat calculé (agrégation des résultats des concentrations obtenues pour la phase aqueuse et la phase particulaire) et un résultat non quantifié (c'est à dire valeur inférieure à la $LQ_{eau\ brute\ agrégée}$). Les codes remarques doivent être utilisés pour marquer cette différence lors de la restitution des résultats (code remarque 10 pour un résultat non quantifié et code remarque 1 pour un résultat calculé).

Protocole de calcul de la concentration agrégée ($C_{agrégée}$) :
Soient C_d la teneur mesurée dans la phase aqueuse en µg/L et C_p la teneur mesurée dans la phase particulaire en µg/kg.

$C_{p\ (équivalent)}$ (µg/L) = 10^{-6} x MES (mg/L) x C_p (µg/kg)]

La $LQ_{phase\ particulaire}$ est en µg/kg et on a :
$LQ_{phase\ particulaire\ (équivalent)}$ (µg/L) = 10^{-6} x MES (mg/L) x $LQ_{phase\ particulaire}$ (µg/kg)

Le tableau ci-dessous présente les différents cas pour le rendu des résultats :

Si			**Alors**	**Résultat affiché**	
C_d	$C_{p\ (équivalent)}$	Incertitude résultats MES	$C_{agrégée}$	Résultat	Code remarque
$< LQ_{phase\ aqueuse}$	$< LQ_{phase\ particulaire\ (équivalent)}$		$< LQ_{eau\ brute\ agrégée}$	$LQ_{eau\ brute\ agrégée}$	10
$\geq LQ_{phase\ aqueuse}$	$< LQ_{phase\ particulaire\ (équivalent)}$		C_d	C_d	1
$< LQ_{phase\ aqueuse}$	$\geq LQ_{phase\ particulaire\ (équivalent)}$	$> LQ_{phase\ aqueuse}$	$C_{p\ (équivalent)}$	$C_{p\ (équivalent)}$	1
$< LQ_{phase\ aqueuse}$	$\geq LQ_{phase\ particulaire\ (équivalent)}$	$\leq LQ_{phase\ aqueuse}$	$C_{p\ (équivalent)} + LQ_{phase\ aqueuse}$	$C_{p\ (équivalent)} + LQ_{phase\ aqueuse}$	1
$\geq LQ_{phase\ aqueuse}$	$\geq LQ_{phase\ particulaire\ (équivalent)}$		$C_d + C_{p\ (équivalent)}$	$C_d + C_{p\ (équivalent)}$	1

Dans la situation où un résultat est quantifié sur la phase particulaire ($\geq LQ_{phase\ particulaire\ (équivalent)}$) et non quantifié sur la phase aqueuse ($< LQ_{phase\ aqueuse}$), l'incertitude de l'analyse sur le résultat obtenu sur la phase particulaire (MES) est prise en compte. Alors, deux cas de figures se présentent :

- si l'incertitude sur la phase particulaire est supérieure à la LQ de la phase aqueuse, alors le résultat affiché correspond à celui mesuré sur la phase particulaire ($C_{p\ (équivalent)}$).
- si l'incertitude de la phase particulaire est inférieure à la LQ de la phase aqueuse, alors le résultat affiché correspond à la valeur mesurée sur la phase particulaire agrémenté de la LQ sur la phase aqueuse.

ANNEXE 5 : <u>Règles de transmission des données d'analyse</u>

CARACTERISTIQUES DES BALISES (ELEMENTS)				CARACTERISTIQUES DES DONNEES		
Nom des éléments	Type de l'élément	Caractère Obligatoire / Facultatif de l'élément	Nombre (minimal, maximal) d'occurrence de l'élément	Format	Longueur maximale (nombre de caractères)	Commentaires / Valeur(s)
<PointMesure>	-	O	(1,N)	-	-	
<NumeroPoint Mesure>	sa_pmo	O	(1,1)	Caractère limité	10	Code point de mesure
<LbPointMesure>	sa_pmo	O	(1,1)	Caractère limité	25	Libellé du point de mesure
<LocGlobalePointMesure>	sa_pmo	O	(1,1)	Caractère limité	4	Localisation globale du point de mesure (cf nomenclature de code Sandre 47)
<Prlvt>	-	F	(0,N)	-	-	Structure de l'élément XML relatif à une analyse physico-chimique ou microbiologique
<Prlvt>	-	F	(0,N)	-	-	Prélèvement
<Preleveur>		F	(0,1)	-	-	Préleveur
<CdIntervenant schemeAgencyID= "[SIRET ou SANDRE]">	sa_int	O	(1,1)	Caractère limité	17	Code de l'intervenant
<DatePrlvt>	sa_pmo	O	(1,1)	Date	-	date du prélèvement
<HeurePrel>		O	(0,1)	Heure	-	L'heure du prélèvement est l'heure à laquelle doit débuter ou a débuté une opération de prélèvement
<DuréePrel>		O	(0,1)	Texte	8	Durée du prélèvement, le format à appliquer étant hh:mm:ss (exemple : 99:00:00 pour 99 heures)
<ConformitePre		O	(0,1)	Code	1	Conformité du

l>						prélèvement : **Valeur/libellé :** 0 : NON 1 : OUI
<AccredPrel>		O	(0,1)	Code	1	Accréditation du prélèvement **Valeur/libellé :** 1 : prélèvement accrédité 2 : prélèvement non accrédité
<Support>	-	O	(1,1)	-	-	Support prélevé
<CdSupport>	sa_par	O	(1,1)	Caractère illimité	3	Code du support Valeurs fréquemment rencontrées Code/Libellé « 3 » : EAU
<Analyse>	sa_pmo	F	(0,N)	-	-	Structure de l'élément XML relatif à une analyse physico-chimique ou microbiologique
<Analyse>	-	F	(0,N)	-	-	
<DateReceptio-nEchant>		O	(1,1)	Date	-	Date, au jour près, à laquelle l'échan-tillon est pris en charge par le labo-ratoire chargé d'y effectuer des ana-lyses (format YYYY-MM-JJ)
<HeureRecep-tionEchant>		O	(0,1)	Heure	-	Heure à laquelle l'échantillon est pris en charge par le laboratoire pour y effectuer des ana-lyses (format hh:mm:ss)
<DateAnalyse>	sa_pmo	O	(1,1)	Date	-	Date de l'analyse (format YYYY-MM-JJ)
<HeureAnalyse>	sa_pmo	F	(0,1)	Heure	-	Heure de l'analyse (format hh:mm:ss)
<RsAnalyse>	sa_pmo	O	(1,1)	Caractère limité	15	Résultat de l'analyse

<CdRemAnalyse>	sa_pmo	O	(1,1)	Caractère limité	2	Code remarque de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 155)
<InSituAnalyse>	sa_pmo	O	(1,1)	Caractère limité	1	Analyse in situ / en laboratoire (cf nomenclature de code Sandre 156) Code / Libellé: « 1 »: in situ « 2 »: en laboratoire
<StatutRsAnalyse>	sa_pmo	O	(1,1)	Caractère limité	1	Statut du résultat de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 461)
<QualRsAnalyse>	sa_pmo	O	(1,1)	Caractère limité	1	Qualification de l'acquisition du résultat de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 414)
<FractionAnalysee>	sa_par	O	(1,1)	-	-	Fraction analysée du support
<CdFractionAnalysee>	sa_par	O	(1,1)	Caractère limité	3	Code Sandre de la fraction analysée
<MethodeAna>	sa_par	O	(0,1)	-	-	Méthode d'analyse utilisée
<CdMethode>	sa_par	O	(1,1)	Caractère limité	5	Code Sandre de la méthode
<Parametre>	sa_par	O	(1,1)	-	-	Paramètre analysé
<CdParametre>	sa_par	O	(1,1)	Caractère limité	5	Code Sandre du paramètre
<UniteMesure>	sa_pmo	O	(1,1)	-	-	Unité de mesure
<CdUniteMesure>	sa_pmo	O	(1,1)	Caractère limité	5	Code Sandre de l'unité de référence
<Laboratoire>	sa_pmo	O	(0,1)	-	-	Laboratoire
<CdIntervenant schemeAgencyID= "[SIRET ou SANDRE]">	sa_int	O	(1,1)	Caractère limité	17	Code de l'intervenant
<Producteur>	sa_pmo	F	(0,1)	-	-	Producteur de l'analyse

<CdIntervenant schemeAgencyID= "[SIRET ou SANDRE]">	sa_int	O	(1,1)	Caractère limité	17	Code de l'intervenant
<FinaliteAnalyse>	sa_pmo	O	(1,1)	Caractère limité	2	Finalité de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 344)
<LQAna>	sa_pmo	O	(0,1)	Numérique	-	Limite de quantification
<AccreAna>	sa_pmo	O	(0,1)	Caractère limité	1	Accréditation de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 299)
<AgreAna>		O	(0,1)	Caractère limité	1	Agrément de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre)
<ComAna>	sa_pmo	F	(0,1)	Caractère illimité	-	Commentaires sur l'analyse
<IncertAna>		O	(0,1)	Numérique		Pourcentage d'incertitude analytique (exemple : si l'incertitude est de 15%, la valeur échangée est « 15 »). Maximum deux chiffres décimaux, le séparateur décimal étant un point.