



Liberté • Égalité • Fraternité

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

PRÉFECTURE DE L'ARIÈGE

**DIRECTION DÉPARTEMENTALE DES
TERRITOIRES**

SERVICE ENVIRONNEMENT RISQUES

Unité Eau

Cécile LIEGE

Arrêté préfectoral
portant modification aux prescriptions spécifiques
de l'arrêté du 29 juillet 2003 autorisant le système
d'assainissement de Pamiers

Pétitionnaire : SMDEA

La préfète de l'Ariège
Chevalier de l'Ordre National du Mérite

- Vu** le code général des collectivités territoriales ;
- Vu** le code de l'expropriation et notamment les articles R11-14-1 à R11-14-15 ;
- Vu** le code de l'environnement et notamment les articles L211-1 à L211-11 et L214-1 à L214-10 ;
- Vu** l'arrêté du 20 avril 2005 pris en application du décret du 20 avril 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;
- Vu** l'arrêté du 31 janvier 2008 relatif au registre et à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets ;
- Vu** l'arrêté du 25 janvier 2010 relatif aux méthodes et critères d'évaluation de l'état écologique, de l'état chimique et du potentiel écologique des eaux de surface pris en application des articles R 212-10, R 212-11 et R 212-18 du code de l'environnement ;
- Vu** l'arrêté du 21 juillet 2015 relatif aux systèmes d'assainissement collectif et aux installations d'assainissement non collectif, à l'exception des installations d'assainissement non collectif recevant une charge brute de pollution organique inférieure ou égale à 1,2 kg/j de DBO₅ ;
- Vu** l'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 ;
- Vu** l'arrêté du 1er décembre 2015 portant approbation du schéma directeur d'aménagement et de gestion des eaux 2016-2021 du bassin Adour-Garonne et arrêtant le programme pluriannuel de mesures correspondant ;
- Vu** l'arrêté préfectoral du 29 juillet 2003 autorisant le système d'assainissement de Pamiers ;
- Vu** l'arrêté préfectoral du 30 décembre 2011 portant prescription spécifiques au système d'assainissement de Pamiers ;

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 rapport rédigé par le service chargé de la police de l'eau en date du 14 février 2014 ;

Vu le projet d'arrêté adressé au SMDEA en date du 30 janvier 2017 ;

Vu l'avis du CODERST en date du 2 mars 2017 ;

Vu les remarques ou l'absence de remarques dans le délai de 15 jours qui lui est réglementairement impartit sur le projet du présent arrêté qui lui a été transmis ;

Considérant l'obligation d'atteinte du bon état des eaux telle que requise par la directive cadre sur l'eau et prévu par l'arrêté du 25 janvier 2010 modifié précité ;

Considérant les modifications introduites par arrêté ministériel sur la surveillance des micropolluants dans les eaux brutes et traitées ;

Considérant les modifications introduites par arrêté ministériel sur l'exploitation, l'entretien et l'autosurveillance des stations de traitement ;

Sur proposition du secrétaire général de la préfecture de l'Ariège.

A R R Ê T E

Article 1er

L'arrêté du 29 juillet 2003 est modifié comme suit :

- Chaque fois que les termes « Communauté de Communes du Pays de Pamiers » sont mentionnés dans l'arrêté, ils sont remplacés par les termes « le bénéficiaire de l'autorisation ».
- Chaque fois que les termes « arrêté du 22 décembre 1994 » sont mentionnés, ils sont remplacés par les termes « prescriptions en vigueur ».

Article 2

L'arrêté complémentaire du 30 décembre 2011 est abrogé et remplacé par les dispositions du présent arrêté.

Article 3

L'article 11 de l'arrêté du 29 juillet est complété comme suit :

Le bénéficiaire de l'autorisation est tenu de mettre 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 par son installation dans les conditions définies ci-dessous.

1 - Le bénéficiaire de l'autorisation doit procéder ou faire procéder :

- au niveau du point **A3** « entrée de la station » selon la codification sandre, à une série de **six mesures** sur une année complète, permettant de quantifier les concentrations moyennes 24 heures de micropolluants mentionnés en annexe 1 du présent arrêté dans les eaux brutes arrivant à la station ;
- au niveau du point **A4** « sortie de la station » selon la codification sandre, à une série de **six mesures** sur une année complète, permettant de quantifier les concentrations moyennes 24 heures de micropolluants mentionnés en annexe 1 du présent arrêté dans les eaux rejetées par la station au milieu naturel.

- En amont du point de rejet dans l'Ariège des eaux traitées, à une série de **six mesures** sur une année complète, permettant de déterminer la dureté de l'eau de l'Ariège, exprimée en mg/l de carbonate de calcium (CaCo3).

L'annexe 2, rappelle les codifications sandre. 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. 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. Elles sont effectuées de la manière la plus représentative possible du fonctionnement de la STEU. Aussi elles sont échelonnées autant que faire se peut sur une année complète et sur les jours de la semaine.

Deux des six mesures devront à minima être réalisées pendant une période de pic d'activité.

Calendrier : La première mesure est à réaliser **avant le 30 juin 2018**. la campagne suivante devra débuter dans le courant de l'année 2022 et dans tous les cas avant le 30 juin. Les campagnes suivantes auront lieu en 2028, 2034 puis tous les 6 ans.

2 - Identification des micropolluants présents en quantité significative dans les eaux brutes ou dans les eaux traitées

Les **six mesures** réalisées doivent permettre de déterminer si un ou plusieurs micropolluants sont présents en quantité significatives dans les eaux brutes ou 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 50*NQE-MA (norme de qualité environnementale exprimée en valeur moyenne annuelle prévue dans l'arrêté du 27 juillet 2015 et rappelée en annexe 1) ;
- la concentration maximale mesurée est supérieure à 5*NQE-CMA (norme de qualité environnementale exprimée en concentration maximale admissible prévue dans l'arrêté du 27 juillet 2015 et rappelée en annexe 1) ;
- 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 10*NQE- 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 (QMNA₅) 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 se 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.

Le débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale sèche (QMNA₅) à prendre en compte pour les calculs ci-dessus est de 12,6 m³/s. La dureté de l'eau du milieu récepteur à prendre en compte pour les calculs ci-dessus est de 40,5 mg/l de carbonate de calcium (CaCO₃). Elle sera ajustée en fonction des résultats des mesures de dureté de l'eau prescrites à l'article 3-1 du présent arrêté.

L'annexe 3 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 4 du présent arrêté.

3 - Analyse, transmission et représentativité des données

L'ensemble des mesures de micropolluants prévues à l'article 7-2-E-1 sont réalisées conformément aux prescriptions techniques de l'annexe 4. Les limites de quantifications minimales à atteindre par les laboratoires pour chaque molécule sont précisées dans le tableau en annexe 1. Il y a deux colonnes indiquant les limites de quantification à considérer dans le tableau de l'annexe 1 :

- la 1^{ère} 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 2^{ème} 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 chargé 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.

4 - Diagnostic vers l'amont à réaliser suite à la campagne de recherche

Le bénéficiaire de l'autorisation est tenu de procéder **avant le 30 juin 2019** à un diagnostic vers l'amont ou un complément de diagnostic, en application de l'article 13 de l'arrêté du 21 juillet, si, lors de la campagne de recherche de micropolluants réalisée en 2018, certains micropolluants étaient présents en quantité significative.

Le diagnostic vers l'amont a pour 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'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 lesquels 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'est encore 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 proposés.

Le diagnostic ainsi réalisé doit être transmis par courrier électronique au service police de l'eau et à l'agence de l'eau dans un délai maximal de deux ans après 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.

Article 4 - Droits des tiers

Les droits des tiers sont et demeurent expressément réservés.

Article 5 - Autres réglementations

La présente autorisation ne dispense en aucun cas le permissionnaire de faire les déclarations ou d'obtenir les autorisations requises par d'autres réglementations.

Article 6 - Publication et information des tiers

Un avis au public faisant connaître les termes du présent arrêté est publié aux frais du demandeur, en caractères apparents, dans deux journaux locaux et régionaux diffusés dans le département de l'Ariège.

Une copie de cet arrêté sera transmise à la mairie de la commune de Pamiers pour affichage pendant une durée minimale d'un mois.

Le présent arrêté est à disposition du public sur le site Internet des services de l'État en Ariège pendant une durée d'au moins d'un an.

Le présent arrêté sera publié au recueil des actes administratifs de la préfecture de l'Ariège.

Article 7 - Voies et délais susceptibles de recours

Le présent arrêté est susceptible de recours devant le tribunal administratif de Toulouse 68, rue Raymond IV- B.P. 7007 - 31068 Toulouse Cedex 07.

- par le pétitionnaire dans un délai de deux mois à compter de la date à laquelle la décision lui a été notifiée,

- par les tiers dans un délai de quatre mois à compter de la publication au recueil des actes administratifs ou de l'affichage dans la mairie de Pamiers.

Article 8 - Exécution

Le secrétaire général de la préfecture de l'Ariège,

Le directeur départemental des territoires de l'Ariège,

Le colonel, commandant le groupement de gendarmerie de l'Ariège,

Le maître d'ouvrage représenté par son président,

sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté qui sera notifié à monsieur le président du syndicat mixte départemental de l'eau et de l'assainissement de l'Ariège.

Fait à Foix, le 13 avril 2017

La préfète
signé
Marie LAJUS

Famille	Substances	Code SAVOIRE	Classification	Substance à rechercher en entrée station	Substance à rechercher en sortie station	NOE					LO			Analyses aux en entrée et/ou en sortie		
						Texte de référence pour la NOE	NOE MA Eau de surface (Indicateur (µg/l))	NOE MA Autres eaux de surface (µg/l)	NOE CMA Eau de surface (Indicateur (µg/l))	NOE CMA Autres eaux de surface (µg/l)	Flux GÉNER Annuel (kg/an)	Taux de référence pour LO	Eau en entrée à soulever en entrée (µg/l)	Eau en entrée avec séparation des fractions (µg/l)	Eau en entrée avec séparation des fractions (µg/l)	Substances à analyser sans séparation des fractions
Alciphénols	NP1OE	6366		x	x						1 (10)	Avis 08/11/2015	0,1	0,2	x	x
	NP2OE	6369		x	x					1 (10)	Avis 08/11/2015	0,1	0,2		x	
Alciphénols	Ochiphénols	1959		x	x						1 (11)	Avis 08/11/2015	0,1	0,2	x	x
	OP1OE	6370		x	x						1 (11)	Avis 08/11/2015	0,1	0,2	x	x
Alciphénols	OP2OE	6371		x	x						1 (11)	Avis 08/11/2015	0,1	0,2	x	x
	Qualifazon	1867	PSBE	x	x						0,09	AM 27/07/2015	0,03	0,05	x	x
PCB	PCB 028	1236		x	x						0,1 (12)	Avis 08/11/2015	0,005	0,01	x	x
	PCB 052	1241		x	x						0,1 (12)	Avis 08/11/2015	0,005	0,01	x	x
PCB	PCB 101	1242		x	x						0,1 (12)	Avis 08/11/2015	0,005	0,01	x	x
	PCB 118	1243		x	x						0,1 (12)	Avis 08/11/2015	0,005	0,01	x	x
PCB	PCB 136	1244		x	x						0,1 (12)	Avis 08/11/2015	0,005	0,01	x	x
	PCB 153	1245		x	x						0,1 (12)	Avis 08/11/2015	0,005	0,01	x	x
PCB	PCB 180	1246		x	x						0,1 (12)	Avis 08/11/2015	0,005	0,01	x	x
	Pesticides	1224	PSBE	x	x						0,02	AM 27/07/2015	0,02	0,1	x	x
Chlorobenzènes	Pentachlorobenzène	1808		x	x						0,007	AM 25/01/2010	7 x 10 ⁻⁴	0,02	x	x
	Pentachlorophénol	1235		x	x						0,4	AM 25/01/2010	0,4	0,2	x	x
Alcures	Propylène glycol (TPP)	1847	PSBE	x	x						82	AM 27/07/2015		0,1	x	x
	Pb (métaux)	1382		x	x						1,2 (3)	AM 25/01/2010	1,2 (3)	0,2		
Pesticides	Quinoléine	2028		x	x						0,15	AM 25/01/2010	0,15	0,2	x	x
	Sulfonates	6500		x	x						6,5 x 10 ⁻⁴	AM 25/01/2010	6,5 x 10 ⁻⁴	0,1		
Pesticides	Tribuconazole	1894	PSBE	x	x						1	AM 27/07/2015		0,1	x	x
	Tebuconazole	1268		x	x						0,065	AM 25/01/2010	0,065	0,2	x	x
COHV	Tétrachloroéthylène	1272		x	x						10	AM 25/01/2010	10	0,2	x	x
	Tétrachlorure de carbone	1276		x	x						12	AM 25/01/2010	12	0,2	x	x
Métaux	Triéthylamine	1373	PSBE	x	x						1,2	AM 27/07/2015		0,2		
	Toluène	1278	PSBE	x	x						74	AM 27/07/2015		0,2	x	x
COHV	Tribuylène carbon	2879		x	x						2 x 10 ⁻⁴	AM 25/01/2010	2 x 10 ⁻⁴	0,2		
	Trichloroéthylène	1286		x	x						10	AM 25/01/2010	10	0,2	x	x
COHV	Trichlorométhane (chloroforme)	1135	SP	x	x						2,5	AM 25/01/2010	2,5	0,2	x	x
	Triphénylméthyle carbon	6372		x	x						50 (9)	AM 08/11/2015	0,02	0,04		
Métaux	Xylènes (Somme)	1780	PSBE	x	x						200 (7)	AM 08/11/2015	2	0,2	x	x
	Zinc (métaux)	1383	PSBE	x	x						100	AM 08/11/2015	5	0,2	x	x

(1) les valeurs retenues pour les NOE-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'époxycide 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 GERE 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 183 et BDE 209 (somme des codes SANDRE 1815, 2910, 2911, 2912, 2915, 2916, 2919 et 2920) ;

(7) La valeur de flux GERE 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 GERE 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 GERE 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 GERE 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 GERE 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 GERE 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, 1245, 1246).

**Annexe 2 : Définition des points « entrée de station (A3) » et « sortie de station (A4) » –
codification SANDRE**

1. Entrée de station (A3)

Selon une vue macroscopique de la station, un point réglementaire « A3 » désigne toutes les entrées d'eaux usées en provenance du système de collecte qui parviennent à la station pour y être épurées. Les données relatives à un point réglementaire « A3 » peuvent provenir de l'agrégation de données acquises sur des points logiques de type « S1 » et/ou sur des points physiques. Une station DOIT comporter un point réglementaire « A3 ».

2. Sortie de station (A4)

Selon une vue macroscopique de la station, un point réglementaire « A4 » désigne toutes les sorties d'eaux usées traitées qui sont rejetés dans le milieu naturel.

Les données relatives à un point réglementaire « A4 » peuvent provenir de l'agrégation de données acquises sur des points logiques de type « S2 » et /ou sur des points physiques.

Une station DOIT comporter un point réglementaire « A4 ».

Annexe 3 – 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 milieu⁶

i : $i^{\text{ème}}$ 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 $C_i \geq LQ_{\text{laboratoire}}$

Flux journalier théorique admissible par le milieu \equiv Débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale (QMNA₅) x NQE

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

Dans cette partie on considérera :

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

Calcul de la concentration moyenne pondérée par les volumes journaliers :

$$CMP = \frac{\sum CR_i V_i}{\sum V_i}$$

Calcul du flux moyen annuel :

- Si le micropolluant est quantifié au moins une fois (au moins une $C_i \geq LQ_{\text{laboratoire}}$) :
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*
- ✓ $CMP \geq 50 \times NQE\text{-MA}$ *OU*
- ✓ $C_{\text{max}} \geq 5 \times NQE\text{-CMA}$ *OU*
- ✓ $FMA \geq \text{Flux GEREP annuel}$

Un micropolluant est significatif dans les eaux traitées si :

- ✓ Le micropolluant est quantifié au moins une fois *ET*
- ✓ $CMP \geq 10 \times NQE\text{-MA}$ *OU*
- ✓ $C_{\text{max}} \geq NQE\text{-CMA}$ *OU*
- ✓ $FMJ \geq 0,1 \times \text{Flux journalier théorique admissible par le milieu}$ *OU*
- ✓ $FMA \geq \text{Flux GEREP annuel}$ *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/CE⁷, 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 2015⁸.

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 $C_i \text{ Micropolluant} < LQ_{\text{laboratoire}} \rightarrow CR_i \text{ Micropolluant} = 0$
- si $C_i \text{ Micropolluant} \geq LQ_{\text{laboratoire}} \rightarrow CR_i \text{ Micropolluant} = C_i \text{ Micropolluant}$

$$CR_{i \text{ Famille}} = \sum CR_{i \text{ Micropolluant}}$$

$$CMP_{\text{Famille}} = \sum CR_{i \text{ Famille}} V_i / \sum V_i$$

$$FMA_{\text{Famille}} = CMP_{\text{Famille}} \times V_A$$

$$FMJ_{\text{Famille}} = FMA_{\text{Famille}} / 365$$

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

⁷ 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

⁸ 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

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*
- ✓ $CMP_{\text{Famille}} \geq 50 \times NQE\text{-}MA$ *OU*
- ✓ $C_{\text{maxFamille}} \geq 5 \times NQE\text{-}CMA$ *OU*
- ✓ $FMA_{\text{Famille}} \geq \text{Flux GEREP}$

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

- ✓ Au moins un micropolluant de la famille est quantifié une fois *ET*
- ✓ $CMP_{\text{Famille}} \geq 10 \times NQE\text{-}MA$ *OU*
- ✓ $C_{\text{maxFamille}} \geq NQE\text{-}CMA$ *OU*
- ✓ $FMJ_{\text{Famille}} \geq 0,1 \times \text{Flux journalier théorique admissible par le milieu}$ *OU*
- ✓ $FMA_{\text{Famille}} \geq \text{Flux GEREP}$ *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 4 : 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

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 $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$.

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 $5 \pm 3^\circ\text{C}$.

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 (déméralisée) 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 $5\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$, 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 ⁹
DBO ₅	1313	NF EN 1899-1 ¹⁰
DCO	1314	NF T 90-101
ST-DCO	6396	ISO 15705 ¹¹
Carbone organique (COT)	1841 support 23 (eau brute non filtrée)	NF EN 1484

⁹ 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.

¹⁰ Dans le cas de teneurs basses, inférieures à 3 mg/l, la norme NF EN 1899-2 est utilisable.

¹¹ 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.

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 $\mu\text{g}_{\text{Organoétaincation}}/\text{L}$.
- Chloroalcanes à chaînes 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 chaînes 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 être 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 $\mu\text{g/L}$ et C_p la teneur mesurée dans la phase particulaire en $\mu\text{g/kg}$.

$$C_p (\text{équivalent}) (\mu\text{g/L}) = 10^{-6} \times \text{MES} (\text{mg/L}) \times C_p (\mu\text{g/kg})$$

La $LQ_{\text{phase particulaire}}$ est en $\mu\text{g/kg}$ et on a :

$$LQ_{\text{phase particulaire}} (\text{équivalent}) (\mu\text{g/L}) = 10^{-6} \times \text{MES} (\text{mg/L}) \times LQ_{\text{phase particulaire}} (\mu\text{g/kg})$$

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	$C_{\text{agrégée}}$	Résultat	Code remarque
$< LQ_{\text{phase aqueuse}}$	$< LQ_{\text{phase particulaire}} (\text{équivalent})$		$< LQ_{\text{eau brute agrégée}}$	$LQ_{\text{eau brute agrégée}}$	10
$\geq LQ_{\text{phase aqueuse}}$	$< LQ_{\text{phase particulaire}} (\text{équivalent})$		C_d	C_d	1
$< LQ_{\text{phase aqueuse}}$	$\geq LQ_{\text{phase particulaire}} (\text{équivalent})$	$> LQ_{\text{phase aqueuse}}$	C_p (équivalent)	C_p (équivalent)	1
$< LQ_{\text{phase aqueuse}}$	$\geq LQ_{\text{phase particulaire}} (\text{équivalent})$	$\leq LQ_{\text{phase aqueuse}}$	C_p (équivalent) + $LQ_{\text{phase aqueuse}}$	C_p (équivalent) + $LQ_{\text{phase aqueuse}}$	1
$\geq LQ_{\text{phase aqueuse}}$	$\geq LQ_{\text{phase particulaire}} (\text{équivalent})$		$C_d + C_p$ (équivalent)	$C_d + C_p$ (équivalent)	1

Dans la situation où un résultat est quantifié sur la phase particulaire ($\geq LQ_{\text{phase particulaire}} (\text{équivalent})$) et non quantifié sur la phase aqueuse ($< LQ_{\text{phase aqueuse}}$), 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 particulière est inférieure à la LQ de la phase aqueuse, alors le résultat affiché correspond à la valeur mesurée sur la phase particulière agrémenté de la LQ sur la phase aqueuse.

ANNEXE 5 : Règles de transmission des données d'analyse

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
<Préleveur>	-	F	(0,1)	-	-	Préleveur
<CdIntervenant schemeAgency D= "[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 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)	-	-	
<DateReception Echant>		O	(1,1)	Date	-	Date, au jour près, à laquelle l'échantillon est pris en charge par le laboratoire chargé d'y effectuer des analyses (format YYYY-MM-JJ)
<HeureReceptio nEchant>		O	(0,1)	Heure	-	Heure à laquelle l'échantillon est pris en charge par le laboratoire pour y effectuer des analyses (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
<MethodeAnalyse>	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 schemeAgency D= "[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 schemeAgency D= "[SIRET ou SANDRE]">	sa_int	O	(1,1)	Caractère limité	17	Code de l'intervenant
<FinaliteAnalys e>	sa_pmo	O	(1,1)	Caractère limité	2	Finalité de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 344)
<LQAna>	sa_pmo	O	(0,1)	Numériq ue	-	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)	Numériq ue		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.

