

# PRÉFET DES BOUCHES-DU-RHÔNE

#### **PRÉFECTURE**

Marseille, le - 8 FEV. 2018

### DIRECTION 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
: 04.84.35.42.65
N° 127-2016 EA
christine.herbaut@bouches-du-rhone.gouv.fr

# ARRÊTÉ PRÉFECTORAL autorisant au titre de l'article L.214-3 du code de l'environnement la construction du nouveau système de traitement et le système d'assainissement de l'agglomération de Fos-sur-Mer

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 et notamment les articles L.214-1 à L.214-6 issus de la loi sur l'eau,

Vu le code de l'environnement et notamment les articles R.211-11-1 et suivants relatifs au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques (de surface) par certaines substances dangereuses ;

Vu le code général des collectivités territoriales et notamment les articles L.2244-6, L.2224-10 à L.2224-15, L.2224-17, R. 2224-6 à R.2224-17;

Vu le code de la santé publique et notamment les articles L.1331-1 à L.1331-31 et R.1331-1 à R.1331-11;

**Vu** l'ordonnance n° 2014-619 du 12 juin 2014 relative à l'expérimentation d'une autorisation unique pour les installations, ouvrages, travaux et activités soumis à autorisation au titre du L.214-3 du code de l'environnement;

Vu le décret n° 2014-751 du 1er juillet 2014 d'application de l'ordonnance n°2014-619 du 12 juin 2014 ;

Vu l'arrêté du 20 avril 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses modifié par les arrêtés des 21 mars 2007 et 8 juillet 2010 ;

Vu l'arrêté du 30 juin 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;

Vu l'arrêté du 25 janvier 2010 modifié par l'arrêté du 27 juillet 2015 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, R.212-11 et R.212-18 du code de l'environnement;

.../...

Vu l'arrêté du 27 octobre 2011 portant modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques au titre du code de l'environnement;

Vu l'arrêté du 21 juillet 2015 modifié par l'arrêté du 24 août 2017 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 et le commentaire et notes techniques y afférent ;

Vu le Schéma Directeur d'Aménagement et Gestion des Eaux (SDAGE) du Bassin Rhône-Méditerranée approuvé par le préfet coordonnateur de bassin le 3 décembre 2015 pour la période 2016-2021,

**Vu** l'arrêté préfectoral du 8 août 2017 portant prorogation, au titre de l'article 16 du décret n° 2014-751 du 1er juillet 2014 d'application de l'ordonnance n°2014-619 du 12 juin 2014, de la durée d'instruction de la demande d'autorisation unique relative au projet de construction d'une nouvelle station d'épuration sur la commune de Fos-sur-Mer.

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

Vu 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 la demande d'autorisation présentée au titre de l'article L.214-3 du code de l'environnement par la Métropole d'Aix-Marseille-Provence par courrier du 18 juillet 2016 concernant la construction d'une nouvelle station d'épuration sur la commune de Fos-sur-Mer réceptionnée en Préfecture des Bouches-du-Rhône le 11 août 2016 et enregistrée sous les numéros 127-2016 EA et 13-2016-00083 ;

Vu les pièces du dossier annexé à la demande et notamment l'étude d'impact comportant l'évaluation des incidences au titre de NATURA 2000 ;

Vu l'avis émis par l'Agence Régionale de Santé PACA le 27 septembre 2016 au titre de l'article 8 du décret n°2014-751 du 1<sup>er</sup> juillet modifié ;

Vu l'avis favorable émis par l'Agence Régionale de Santé PACA le 18 novembre 2016 sur la possibilité de délivrer une dérogation à l'article 6 de l'arrêté ministériel du 21 juillet 2015 susvisé au regard des règles d'implantation d'une partie des ouvrages de traitement ;

Vu l'avis émis le 15 décembre 2016 par la Direction Départementale des Territoires et de la Mer des Bouches-du-Rhône, chargée de la police de l'eau, déclarant le dossier complet et régulier en vue notamment de l'ouverture de l'enquête publique requise dans le cadre de la procédure administrative et les avis favorables de ses services au titre de Natura 2000 et de la loi littoral;

Vu la saisine de la Direction Régionale de l'Environnement, de l'Aménagement et du Logement Provence Alpes Côte d'Azur, autorité administrative de l'État compétente en matière d'environnement, effectuée le 19 décembre 2016 et la date de réception du dossier par l'autorité environnementale le 21 décembre 2016,

Vu l'absence d'observation de l'autorité environnementale émise dans le délai imparti de deux mois concernant le projet de construction d'une nouvelle station d'épuration sur la commune de Fos-sur-Mer,

Vu les avis du Sous-Préfet d'Istres des 18 janvier et 8 juin 2017;

Vu l'avis de la Direction régionale des affaires culturelle du 13 février 2017 n'émettant pas de prescription au titre de l'archéologie préventive ;

Vu l'arrêté préfectoral du 22 février 2017 portant ouverture d'une enquête publique sur la commune de Fossur-Mer;

Vu l'enquête publique réglementaire qui s'est déroulée du 20 mars au 19 avril 2017 inclus sur le territoire et en mairie de Fos-sur-Mer ;

Vu les pièces attestant que les formalités de publicités et d'affichage ont été effectuées conformément à la réglementation en vigueur ;

Vu le rapport et les conclusions motivées du commissaire enquêteur réceptionnés à la préfecture des Bouches-du-Rhône le 23 mai 2017 ;

Vu le mémoire en réponse du 9 mai 2017 de la Métropole Aix-Marseille Provence annexé au rapport du commissaire enquêteur ;

Vu le rapport du service chargé de la police de l'eau de la Direction Départementale des Territoires et de la Mer des Bouches-du-Rhône du 20 octobre 2017 ;

Vu l'avis favorable émis par le conseil départemental de l'environnement et des risques sanitaires et technologiques lors de sa séance du 8 novembre 2017;

Vu le projet d'arrêté notifié à la Métropole d'Aix-Marseille Provence le 9 novembre 2017;

Vu la réponse de la Métropole d'Aix-Marseille Provence du 15 décembre 2017;

Considérant le vieillissement des ouvrages de la station de traitement actuelle qui se traduisent par des désordres du génie civil ne permettant plus une simple remise en état ;

Considérant la nécessité de rendre compatible les capacités de traitement du système d'assainissement avec les prospectives d'évolution démographique à l'horizon 2040;

Considérant la nécessité de faire évoluer les niveaux de performances épuratoires au regard des enjeux de milieu et d'usages et de prescrire de nouveaux niveaux de rejets;

**Considérant** que l'équipement permettant le dépotage de matières de vidanges ne s'impose pas au nouveau système de traitement de Fos notamment au regard du Plan Départemental de Prévention et de Gestion des Déchets Non Dangereux (PDPGDND) des Bouches-du-Rhône approuvé en décembre 2014;

Considérant la nécessité de fixer les prescriptions techniques relatives aux modalités de travaux de la nouvelle station d'épuration ;

Considérant la nécessité de prescrire un diagnostic permanent à l'échelle du système d'assainissement ;

Considérant la nécessité prescrire des modalités d'autosurveillance adaptées visant à considérer le réseau de collecte et le nouveau système de traitement comme un ensemble cohérent ;

Considérant la nécessité de poursuivre l'action de recherche des substances dangereuses en complétant la phase de recherche des micropolluants par une phase de diagnostic de l'amont du système de traitement qui permet une meilleure compréhension des sources d'émissions et une identification des actions de réductions pertinentes;

Considérant qu'au regard des dernières mesures des campagnes de surveillances les plus récentes réalisées dans le cadre des dispositions de l'arrêté préfectoral complémentaire n° 112-2011 PC abrogé par les dispositions du présent arrêté, il convient de demander à la Métropole d'Aix Marseille Provence de confirmer l'absence de substances significatives listées en annexe 1;

Considérant que le diagnostic vers l'amont doit être mis en œuvre et qu'il convient de s'intéresser en plus des substances dites significatives, à celles qui auraient été identifiées et qui seraient responsables du déclassement de la masse d'eau dans laquelle s'effectue le rejet du système d'assainissement;

Considérant que la construction du nouveau système de traitement du système d'assainissement de l'agglomération de Fos-sur-Mer, son exploitation, son entretien faisant l'objet de la demande susvisée sont soumis à autorisation préfectorale unique au titre de l'ordonnance n°2014-619 susvisée;

Sur proposition du secrétaire général de la Préfecture des Bouches-du-Rhône ;

# ARRÊTE

#### TITRE I

# **OBJET DE L'AUTORISATION UNIQUE**

# ARTICLE 1 – BÉNÉFICIAIRE DE L'AUTORISATION UNIQUE

La Métropole d'Aix-Marseille Provence (MAMP) dénommée ci-après «le bénéficiaire » dont le siège est situé Immeuble Le Pharo - 58, boulevard Charles Livon - 13007 Marseille, bénéficie de l'autorisation unique définie à l'article 2 ci-dessous, sous réserve du respect des prescriptions définies par le présent arrêté.

Le bénéficiaire, son exploitant ou ses exploitants sont tenus, chacun pour ce qui le concerne, du respect des prescriptions du présent arrêté.

# ARTICLE 2 - OBJET DE L'AUTORISATION UNIQUE

Est autorisé, dans les conditions fixées par le présent arrêté et dans le respect des objectifs de réduction des flux de substances polluantes retenus, le système d'assainissement de Fos-sur-Mer ainsi que la construction de la nouvelle station d'épuration.

Au titre de la nomenclature des installations, ouvrages, travaux et activités soumis à autorisation ou à déclaration figurant au tableau annexé à l'article R.214-1 du code de l'environnement, ce projet relève des rubriques suivantes :

# en phase d'exploitation

Nº de la rubrique	que Désignation		Caractéristique des ouvrages
2.1.1.01°	Station d'épuration des agglomérations d'assainissement devant traiter une charge brute de pollution organique au sens de l'article R.2224-6 du code général des collectivités territoriales supérieure à 600 kg DBO5	A	1 685 kg DBO5/j

## en phase travaux

N° de la rubrique	Désignation	Régime	Caractéristique des ouvrages
1.1.1.0.	Sondage, forage, y compris les essais de pompage, création de puits ou d'ouvrages souterrain, non destiné à un usage domestique, exécuté en vue de la recherche ou de la surveillance d'eaux souterraines ou en vue d'effectuer un prélèvement temporaire ou permanent dans les eaux souterraines, y compris dans les nappes d'accompagnement de cours d'eau. Création de puits de pompage pour l'épuisement des fouilles en phase de terrassement.	D	

1.1.2.0.	Prélèvements permanents ou temporaires issus d'un forage, puits ou ouvrage souterrain dans un système aquifère, à l'exclusion de nappes d'accompagnement de cours d'eau, par pompage, drainage, dérivation ou tout autre procédé, le volume total prélevé étant supérieur à 10 000 m3/an mais inférieur à 200 000 m3/an. Pompages d'épuisement des fouilles en phase de terrassement.	D	Débit prévisionnel de pompage ≈ 30 000 m3  Durée prévisionnelle de pompage = 30 jours
2.2.3.0.	Rejet dans les eaux de surface, à l'exclusion des rejets visés aux rubriques 4.1.3.0, 2.1.1.0, 2.1.2.0 et 2.1.5.0. Le flux de pollution brute étant compris entre les niveaux R1 et R2 pour l'un au moins des paramètres qui y figurent.	Α	Rejet des eaux d'exhaure dans la roubine : Flux de matières en suspension > 90 kg/j

# ARTICLE 3 – CONDITIONS GÉNÉRALES

Les installations de collecte, de traitement et de rejet seront implantées et exploitées conformément aux plans et données techniques contenues dans les documents figurant au dossier de demande d'autorisation en tout ce qui n'est pas contraire au présent arrêté.

#### TITRE II

#### DESCRIPTION DU SYSTÈME D'ASSAINISSEMENT DE FOS-SUR-MER

Le système d'assainissement autorisé par le présent arrêté est composé du « système de collecte » et du « système de traitement » dont la conception, la réalisation, l'exploitation et la réhabilitation constituent un ensemble technique cohérent.

#### ARTICLE 4 – LE SYSTÈME DE COLLECTE

La commune de Fos-sur-Mer est desservie par un système de collecte de type séparatif pour un linéaire de 76 707 mètres linéaires susceptibles d'augmenter en phase d'exploitation.

Le système de collecte doit desservir l'ensemble des immeubles raccordables inclus dans le périmètre d'agglomération d'assainissement de Fos-sur-Mer et comme défini dans le zonage d'assainissement collectif.

Le système de collecte des eaux pluvial ne doit pas être raccordé au système de collecte sanitaire et réciproquement.

La collecte des eaux usées se répartit en trois bassins versants principaux. Les effluents sont transférés vers la station d'épuration par l'intermédiaire de trois postes de relevage :

Réseau et ouvrages en amont de la station	Réseau de collecte eaux usées	Filière de traitement
PR Vallins		
PR Saladelle	76 707 ml	Station d'épuration de Fos
PR Marais		

Le système de collecte compte 20 postes de refoulement, dont 15 équipant des collecteurs destinés à collecter une charge brute inférieure à 120 kg DBO5/j (2 000 équivalents-habitants).

Le tableau suivant précise les caractéristiques et la localisation des 5 postes de refoulement équipant des collecteurs dans lesquels transite une charge supérieure ou égale à 120 kg DBO5/j :

Dénomination	Charge transitant	Coordonnées Lambert 93
MA CAMPAGNE	>120 kg/j DBO5	X: 857552.75
		Y: 6261122.48
MARAIS	>120 kg/j DBO5	X: 857289.66
		Y: 6261785.5
VALLINS	> 600 kg/j DBO5	X: 856779.87
		Y: 6263231.98
CARABINS	>120 kg/j DBO5	X: 856841.35
		Y: 6263786.59
SALADELLE	>120 kg/j DBO5	X:857136.34
		Y: 6262808.09

Ces postes ne possèdent pas de trop-plein. Le réseau de collecte de Fos-sur-Mer n'est équipé d'aucun déversoir d'orage.

# ARTICLE 5 – LE NOUVEAU SYSTÈME DE TRAITEMENT

Le nouveau système de traitement et le point de rejet des eaux traitées sont situés sur la commune de Fossur-Mer et localisés comme suit :

Ouvrage	X (Lambert 93)	Y (Lambert 93)
Station d'épuration	856 912	6 282 609
Point de rejet eaux traitées (roubine)	856 996	6 282 583

Le système de traitement est dimensionné, conçu, construit et exploité de manière telle qu'il puisse recevoir et traiter le flux de matières polluantes d'une capacité de **28 000 EH** correspondant au débit et charges de références suivantes :

Charges hydrauliques	Charges de pollution admissibles (kg/j)			
Débit de référence (m3/j)	MEST	DCO	DBO5	
8 130	2 075	3 780	1 685	

Ces charges ont été établies afin de prendre en compte :

- les effluents non domestiques raccordés au réseau de collecte,
- les débits et des charges restitués par le système de collecte,
- les variations saisonnières de charges et de flux,
- la production de boues correspondante.

La capacité de traitement de la station d'épuration devra être maintenue sans interruption quels que soient les travaux réalisés sur le système d'assainissement hors événement exceptionnel.

L'ancienne station d'épuration sera maintenue en état de fonctionnement jusqu'à la mise eau de la nouvelle station d'épuration.

Un bassin d'orage d'au moins 1 000 m³ est positionné en tête de station d'épuration afin de réguler le débit des effluents entrant dans le système de traitement et de préserver la filtration membranaire des à-coups hydrauliques.

Le bassin d'orage est conçu et implanté de façon à ce son fonctionnement et son entretien préserve les riverains des nuisances de voisinage olfactives, sonores et visuelles et des risques sanitaires.

#### Filière de traitement

La nouvelle station de traitement est de type boues activées avec filtration membranaire comprend les équipements suivants:

- deux dégrilleurs automatiques ou plus,
- deux déssableurs/déshuileurs ou plus,
- deux tamiseurs automatiques ou plus,
- un poste de relevage,
- deux files biologiques indépendantes comportant chacune : une zone anaérobie, anoxique et d'aération,
- des ouvrages de séparation membranaire, communs aux deux files biologiques,
- une unité de traitement du phosphore complémentaire.

Les ouvrages de prétraitement sont équipés de dispositifs de secours avec possibilité du by-pass.

Les solutions techniques et le choix des équipements des ouvrages de prétraitement et de traitement doivent présenter les niveaux de performance et de fiabilité requis et minimiser les by-passes d'effluents partiellement ou non traités.

Le dimensionnement de la filtration membranaire doit être sécuritaire au regard des flux de pollution à traiter et à la variation des débits entrant : les surfaces des membranes seront définies afin de prendre en compte le débit de référence pour lequel le système d'assainissement est autorisé, en considérant une fourchette de température minimale de l'effluent comprise entre 12° et 15°C.

La filière de traitement des boues est composée :

- d'une extraction de boues depuis les bassins membranaires suivie d'une déshydratation des boues par centrifugation ou toute autre technologie adaptée.

#### TITRE III

#### PRESCRIPTIONS TECHNIQUES

# ARTICLE 6 – PRESCRIPTIONS RELATIVES À LA CONCEPTION ET A LA CONSTRUCTION DU NOUVEAU SYSTÈME DE TRAITEMENT ET AU BASSIN D'ORAGE

Dès que le constructeur aura été retenu, le dossier de marché du nouveau système de traitement est transmis au service en charge de la police d'eau.

Ce dossier comportera toutes les justifications de dimensionnement des ouvrages de traitement et de filtration membranaire.

Le bénéficiaire imposera aux entreprises chargées des travaux, la réalisation et mise en œuvre d'un Schéma d'Organisation du Plan d'Assurance Qualité (SOPAQ) et du Plan d'Assurance Qualité (PAQ) correspondant, ainsi que la mise en œuvre d'un Schéma d'Organisation du Plan d'Assurance Environnement (SOPAE) et du Plan d'Assurance Environnement (PAE) correspondant : ces procédures seront transmises au service chargé de la Police de l'Eau.

Le bénéficiaire veillera à ce que le déroulement des travaux n'entraîne pas de dégradation des milieux aquatiques situés à proximité des zones de chantier et des voies d'accès aux engins.

Toutes les mesures seront prises pour la collecte, le tri, l'évacuation et le traitement des sous-produits solides et liquides générés par le chantier. Des moyens seront mis en place pour le recueil, le traitement et l'évacuation des eaux de lavages, des eaux issues de la fabrication des bétons, des huiles usées et des hydrocarbures.

Pendant toute la durée de construction de la nouvelle station d'épuration et jusqu'à sa mise en route effective, les effluents collectés par le réseau de collecte seront acheminés à la station d'épuration existante maintenue en fonctionnement permanent en vue de traiter les effluents.

Les travaux de construction de la future station d'épuration se limiteront aux couches superficielles du terrain.

La construction du bâtiment technique abritant les ouvrages et équipements dédiés à l'épuration nécessitera la réalisation de terrassements. Les profondeurs à atteindre ainsi que les volumes prévisionnels seront déterminés et transmis au service en charge de la police de l'eau.

Ces terrassements nécessiteront le pompage d'eaux d'exhaure.

Les eaux pompées seront refoulées vers des ouvrages de traitement adaptés permettant de garantir une concentration de 30 mg/l de MES dans les eaux en sortie avant rejet dans le milieu naturel.

Le bénéficiaire veillera à la bonne gestion des matériaux excavés et imposera aux entreprises chargées des travaux de mettre en place une stratégie d'extraction et de gestion des matériaux excavés en fonction de leurs caractéristiques. Les filières de destination et de valorisation des matériaux seront déterminées conformément à la réglementation en vigueur.

Les matériaux seront évacués et acheminés vers les filières de destination adaptées.

Pour les transports par voie terrestre, les engins de transport mis en œuvre seront choisis et équipés de dispositifs permettant d'éviter toute contamination des voiries.

Les dispositifs de pompages seront équipés de compteur totaliseur des volumes prélevés, de clapet anti-retour, et tous autres équipements réglementaires.

Les rejets d'eaux d'exhaure n'ayant pas transité par les ouvrages de traitement sont strictement interdits.

Le bénéficiaire fournira au service chargé de la police de l'eau les caractéristiques techniques et le dimensionnement des ouvrages de traitement mis en œuvre afin d'assurer le traitement des eaux pompées.

Toutes les précautions seront prises pour limiter la propagation des odeurs à l'extérieur de la station de traitement. À cet effet, les installations seront fermées et comprendront un système de traitement des odeurs. Là où cela est nécessaire, des couvertures pour confiner les ouvrages les plus émissifs seront mises en places.

Toutes les précautions seront prises pour éviter la formation et la diffusion d'aérosols. Des dispositifs spécifiques destinés à supprimer l'émission ou la dispersion d'aérosols à l'extérieur de l'enceinte de l'installation seront mis en œuvre.

La filtration membranaire sera mise en œuvre afin de gérer les flux de pollution qui dépendent du temps de sollicitation des membranes : les durées de sollicitation des membranes ne devront pas dépasser les limites requises et prendront en compte la variation du débit journalier.

# ARTICLE 7 – PRESCRIPTIONS GÉNÉRALES RELATIVES AU SYSTÈME D'ASSAINISSEMENT

Le système d'assainissement est exploité et entretenu de manière à minimiser la quantité totale de matières polluantes déversées au milieu récepteur, dans toutes les conditions de fonctionnement.

L'exploitation du système d'assainissement est mis en œuvre afin de minimiser l'émission d'odeur, la consommation d'énergie, le développement de gîtes à moustiques, de bruit ou de vibrations mécaniques susceptibles de compromettre la santé et la sécurité du voisinage et de constituer une gêne pour sa tranquillité.

L'exploitation du système d'assainissement est mis en œuvre afin de minimiser la production d'hydrogène sulfuré dans les réseaux de collecte et dans le système de traitement et de limiter les risques d'exposition du personnel d'exploitation, du public et des riverains.

#### Diagnostic permanent

Un diagnostic permanent du système d'assainissement est mis en place afin d'être opérationnel avant le 1<sup>er</sup> janvier 2021.

Ce diagnostic sera mis régulièrement à jour.

Ce diagnostic est destiné à :

- connaître en continu, le fonctionnement et l'état structurel du système d'assainissement ;
- prévenir ou identifier dans les meilleurs délais les dysfonctionnements de ce système ;
- suivre et évaluer l'efficacité des actions préventives ou correctrices engagées ;
- exploiter le système d'assainissement dans une logique d'amélioration continue.

La démarche, les données issues de ce diagnostic et les actions entreprises ou à entreprendre pour répondre aux éventuels dysfonctionnements constatés sont intégrées dans le bilan de fonctionnement annuel prévu à l'article 12.2.

# Contrôle de qualité d'exécution des ouvrages du système d'assainissement

Le bénéficiaire vérifie que les ouvrages du système d'assainissement ont été réalisés conformément dossier d'autorisation, aux prescriptions techniques de l'arrêté ministériel du 21 juillet 2015 susvisé et aux règles de l'art

Les travaux réalisés sur les ouvrages du système d'assainissement font l'objet, avant leur mise en service, d'une procédure de réception prononcée par le bénéficiaire. Des essais visent à assurer la bonne exécution des travaux.

# ARTICLE 8 – PRESCRIPTIONS SPÉCIFIQUES RELATIVES AU RÉSEAU DE COLLECTE

Le bénéficiaire met en place une police des réseaux visant à s'assurer de la bonne prise en compte et du respect des prescriptions techniques du présent arrêté et de l'arrêté ministériel du 21 juillet 2015 susvisé.

Le bénéficiaire s'assure de la bonne qualité d'exécution des travaux portant sur les nouveaux tronçons, en référence aux règles de l'art et aux mesures techniques particulières prises en lien avec la présence d'eaux superficielles ou souterraines et les contraintes géotechniques.

Les essais de réception sont menés sous accréditation par un opérateur de contrôle accrédité, indépendant de l'entreprise qui a réalisé les travaux.

Les déversements de temps sec et de temps de pluie, par le système de collecte ne sont pas autorisés.

#### Nature des effluents collectés

Ne sont pas déversés dans le système de collecte :

- les matières solides, liquides ou gazeuses susceptibles d'être toxiques pour l'environnement, d'être la cause, soit d'un danger pour le personnel d'exploitation ou pour les habitants raccordés su système de collecte, soit d'une dégradation des ouvrages d'assainissement et de traitement, soit d'une gêne dans leur fonctionnement.
- les déchets solides (lingettes, couches, sacs plastiques...) y compris après broyage ;
- les matières de vidanges, y compris celles issues désinstallations non collectif.

Sauf dérogation accordée par le bénéficiaire, ne sont pas déversées :

- les eaux de sources ou souterraine y compris lorsqu'elles sont utilisées dans des installations de traitement thermiques ou des installations de climatisation ;
- les eaux de vidange des bassins de natation.

#### Raccordement des eaux domestiques au système de collecte

Tout déversement d'eaux usées issues du réseau de collecte dans le milieu est interdit;

Tous les immeubles inclus dans le zonage d'assainissement collectif sont raccordés au réseau.

La collecte des effluents doit être assurée sans interruption hors événement exceptionnel de la zone assainie.

Tous les ouvrages seront dimensionnés de manière à assurer une collecte efficace des effluents produits sur l'ensemble de l'agglomération d'assainissement.

Les fuites et apports d'eaux claires parasites dans le réseau de collecte devront être minimisés.

Toutes actions visant à identifier et résorber les eaux parasites de temps sec et de temps de pluie devront être menées dans une démarche constante d'amélioration : seront priorisées les parties du réseau qui auront été identifiées et hiérarchisées d'après les résultats du diagnostic permanent prescrit à l'article 7.

Tous les ans, l'inventaire des travaux réalisés et les travaux prévus dans le cadre du diagnostic seront transmis dans le bilan annuel de fonctionnement du système d'assainissement.

Cet inventaire sera accompagné d'une part d'une synthèse précisant les effets de ces travaux sur le réseau et d'autre part du programme des actions restant à mener dans le cadre de la politique pluriannuelle de réduction des eaux parasites et d'amélioration du réseau.

Les postes de relevage seront pourvus de système de tous dispositifs utiles visant à sécuriser le transfert des effluents.

#### Nature des raccordements

Le type et la nature des raccordements devront être conformes aux prescriptions suivantes :

- les réseaux ne recevant que des eaux pluviales ne doivent pas être raccordés au réseau de collecte des eaux usées et réciproquement.
- le bénéficiaire délivre des autorisations de déversement conformément à la réglementation en vigueur pour tout raccordement d'effluents non domestiques assorties des conventions de rejet établies par son exploitant lorsqu'elles sont nécessaires.
- les effluents collectés ne devront pas contenir des produits susceptibles de dégager, directement ou indirectement après mélange avec d'autres effluents, des gaz ou vapeurs toxiques ou inflammables, des substances nuisant au fonctionnement du système de traitement et à la dévolution finale des boues produites, ni des matières et des produits susceptibles de nuire à la conservation des ouvrages.

#### Taux de raccordement

Le taux de raccordement de l'agglomération défini comme le rapport de la population raccordée effectivement au réseau à la population desservie par celui-ci doit être supérieur à 90%.

Le taux de collecte défini comme le rapport de la quantité captée par le réseau à la quantité de matières polluantes générée dans la zone desservie par le réseau doit être supérieur à 80 %.

Raccordement d'eaux usées non domestiques au système de collecte

Tout déversement d'eaux usées non domestiques dans le réseau de collecte devra faire l'objet d'une autorisation de rejet délivrée par le bénéficiaire comme prévu dans le code de la santé publique susvisé assortie d'une convention de rejet du gestionnaire du réseau de collecte.

Cette autorisation ne dispense pas ces déversements des obligations auxquelles ils sont, le cas échéant, soumis à la réglementation relative aux installations classées pour la protection de l'environnement et de toute autre réglementation qui leur serait applicable.

Pour être admissible dans les réseaux, les rejets devront satisfaire, au minimum, aux caractéristiques définies par l'arrêté du 2 février 1998 relatif à la consommation et au prélèvement d'eau et émission de toute nature des Installations Classées pour la Protection de l'Environnement (ICPE).

Le bénéficiaire ou son exploitant peut demander au responsable du rejet d'eaux usées non domestiques, la justification de l'aptitude du système de collecte à acheminer et la station à traiter des eaux, sur la base des éléments techniques qu'il lui aura fourni.

Des actions seront engagées pour localiser les rejets toxiques industriels et artisanaux raccordés au réseau de façon à mettre en œuvre les mesures de réduction appropriées.

En lien avec le suivi des micropolluants prescrit à l'article 13 du présent arrêté, si un ou plusieurs micropolluants sont rejetés au milieu récepteur par le système d'assainissement en quantité susceptible de compromettre l'atteinte du bon état de la masse d'eau réceptrice ou de conduire à une dégradation de son état, le bénéficiaire ou son exploitant procède immédiatement à des investigations sur le réseau de collecte et, en particulier, sur les principaux rejets d'eaux usées non domestiques dans ce système, en vue d'en déterminer l'origine.

Dès l'identification de cette origine, les mesures nécessaires pour faire cesser la pollution sont prises sans préjudice des sanctions qui peuvent être prononcées en application des articles L.171-6 à L.171-12 et L. 216-6 du code de l'environnement et de l'article L.1337-2 du code de la santé publique.

L'autorisation de déversement définit les paramètres à mesurer par l'exploitant de l'établissement producteur d'eaux usées non domestiques et la fréquence des mesures à réaliser.

Si les déversements ont une incidence sur les paramètres DBO5, demande chimique en oxygène (DCO), matières en suspension (MES), azote global (NGL), phosphore total (Ptot), pH, azote ammoniacal (NH4), conductivité, température, l'autorisation de déversement fixe les flux et les concentrations maximaux admissibles pour ces paramètres et, le cas échéant, les valeurs moyennes journalières et annuelles.

Si les déversements sont susceptibles par leur composition de contribuer aux concentrations de micropolluants mesurées en sortie de la station de traitement des eaux usées ou dans les boues, l'autorisation de déversement fixe également, d'une part, les flux et les concentrations maximaux admissibles pour ces micropolluants et, d'autre part, les valeurs moyennes journalières et annuelles pour ces substances.

Cette autorisation de déversement prévoit en outre que le producteur d'eaux usées non domestiques transmet au bénéficiaire, au plus tard dans le mois qui suit l'acquisition de la donnée, les résultats des mesures d'autosurveillance prévues, le cas échéant, par son autorisation d'exploitation au titre de la réglementation relative aux installations classées pour la protection de l'environnement, conformément aux dispositions de l'article L.512-3 du code de l'environnement. Ces informations sont transmises par l'exploitant du système de collecte à l'exploitant de la station de traitement des eaux usées.

## Travaux sur le réseau

Tous travaux sur le réseau nécessitant le pompage d'eaux d'exhaure devront être portés à la connaissance de la police de l'eau.

### Destinations des sous-produits

Les matières de curage du réseau et les sables seront évacués vers une destination conforme à la réglementation en vigueur.

Le service chargé de la police de l'eau sera tenu informé de la destination de ces sous-produits.

### **Odeurs**

Tous les moyens seront mis en œuvre pour éviter les nuisances dues à la propagation des odeurs à l'extérieur du système de collecte. A cet effet, les installations comprendront, là où cela est nécessaire, des couvertures pour confiner les ouvrages les plus émissifs, des bâtiments fermés, la mise en dépression de ces bâtiments pour éviter toutes fuites vers l'extérieur et la désodorisation de l'air vicié ou toute autre mesure qui s'avérerait nécessaire.

#### Eaux claires parasites

Le pétitionnaire s'engage à réduire de façon permanente les infiltrations d'eaux claires parasites de temps sec et de temps de pluie de façon à maintenir un bon fonctionnement du système de collecte et de traitement.

# ARTICLE 9 – PRESCRIPTIONS SPÉCIFIQUES RELATIVES À L'EXPLOITATION DU SYSTÈME DE TRAITEMENT

Avant sa mise en service, le nouveau système de traitement fait l'objet d'une analyse des risques de défaillances, de leurs effets ainsi que des mesures prévues pour remédier aux pannes éventuelles.

Cette analyse sera transmise au service chargé de la police de l'eau à réception des ouvrages.

Tous les ouvrages seront conçus pour pouvoir être by passés en cas de dysfonctionnement.

Le personnel d'exploitation devra avoir reçu une formation adéquate lui permettant de réagir dans toutes les situations de fonctionnement de la station.

Hors situation inhabituelle, les rejets au droit du déversoir en tête de station et des by-pass en cours de traitement ne sont pas autorisés.

#### Rejets au milieu naturel

Les niveaux de rejet issus de la station d'épuration devront respecter a minima jusqu'au débit de référence les valeurs fixées dans le tableau ci-dessous :

	Exigences m	inimale	s locales
Paramètres	Concentration Maximale 24 heures (mg/l)		Rendement minimum (%)
DBO5	10	et	80
DCO	50	et	75
MES	15	et	90
NGL	15	-	_
Pt	2	-	_

Les effluents traités ne devront pas contenir de substances de nature à favoriser la manifestation d'odeurs. Leur pH doit être compris entre 6 et 8,5 et la température de rejet doit être inférieure à 25°C, sauf en cas de conditions climatiques exceptionnelles.

Les valeurs des différents tableaux se réfèrent aux méthodes normalisées, sur échantillon moyen 24h, homogénéisé, non filtré ni décanté.

# Règles de tolérances et de conformité par rapport aux échantillons prélevés

Les niveaux de rejets peuvent être jugés conformes, en dehors de circonstances inhabituelles, si le nombre annuel d'échantillons journaliers non conformes aux seuils concernés de rejet ne dépasse pas le nombre d'échantillons maximal non conformes du tableau ci-dessous :

Nombre d'échantillons prélevés dans l'année	Nombre maximal d'échantillons non conformes
24	3

Les échantillons ne doivent cependant pas comporter de paramètres qui dépassent le seuil de concentrations rédhibitoires du tableau ci-dessous :

Paramètres	Valeurs rédhibitoires
MES	85 mg/l
DBO5	50 mg/l
DCO	250 mg/l

### Prescriptions spécifiques relatives aux sous-produits

#### Boues

Les boues seront déshydratées puis compostées dans un centre conforme à la réglementation en vigueur ou vers toute autre destination conforme à la réglementation en vigueur.

#### Autres déchets

Les refus de dégrillage et les sables sont évacués dans un centre conforme à la réglementation en vigueur.

Les graisses sont traitées sur site ou envoyées pour traitement vers une destination conforme à la réglementation en vigueur.

#### TITRE IV

# AUTOSURVEILLANCE ET CONTRÔLE

L'autosurveillance du système d'assainissement de Fos-sur-Mer doit permettre de vérifier et de maintenir l'efficacité de la collecte et du traitement des effluents générés par l'agglomération d'assainissement.

L'autosurveillance de la collecte et du traitement doit être mise en œuvre de façon coordonnée afin d'assurer le suivi de la performance du système d'assainissement dans un ensemble cohérent.

# ARTICLE 10 - FIABILITÉ ET ENTRETIEN DU SYSTÈME D'ASSAINISSEMENT

Le bénéficiaire, son ou ses exploitant(s) devront pouvoir justifier à tout moment des dispositions prises pour assurer un niveau de fiabilité du système d'assainissement compatible avec les termes du présent arrêté.

A cet effet, l'exploitant tiendra à jour un registre mentionnant :

- les incidents et défauts de matériels recensés et les mesures prises pour y remédier,
- les procédures à observer par le personnel d'entretien.

Le bénéficiaire, son ou ses exploitant(s) doivent constamment maintenir en bon état et à leurs frais exclusifs les ouvrages constituant le système d'assainissement qui doivent être toujours conformes aux conditions de la présente autorisation. Pour cela ils procéderont à toutes campagnes d'inspection du système d'assainissement, par tous moyens appropriés.

Les programmes de travaux d'entretien prévisibles nécessitant l'arrêt ou la réduction des performances des ouvrages (station d'épuration ou/et réseau de collecte) ou le rejet d'eaux brutes, seront communiqués par l'exploitant au service chargé de la police de l'eau au moins 1 mois avant la date prévisionnelle des opérations.

Ils préciseront les caractéristiques des déversements (flux, charges) pendant cette période et les mesures prises pour en réduire l'impact sur le milieu récepteur.

Le service chargé de la police de l'eau pourra, si nécessaire, demander le report des opérations.

Tous les travaux d'entretien, d'urgence ou incidents imprévisibles se traduisant par une baisse des performances du système d'assainissement (station d'épuration ou/et réseau de collecte), seront immédiatement signalés par l'exploitant au service chargé de la police de l'eau selon le formulaire prévu dans le manuel autosurveillance.

# ARTICLE 11 - AUTOSURVEILLANCE DU SYSTÈME DE COLLECTE

Les modalités d'autosurveillance des réseaux de collecte et de leurs équipements seront fixées dans un manuel d'autosurveillance tel que défini dans l'article 14.

### Raccordements d'industries et des particuliers

Les établissements raccordés au réseau d'assainissement qui rejettent plus d'une tonne par jour de DCO dans celui-ci doivent réaliser, avant rejet, une mesure régulière de leurs effluents. Il en est de même lorsque la nature des activités exercées est susceptible de conduire à des rejets de substances dangereuses pour le système de traitement. Un point de mesure doit être aménagé à cet effet.

L'autorisation de raccordement en définit les modalités et la fréquence. Ces mesures seront régulièrement transmises au bénéficiaire qui les adressera mensuellement au service chargé de la police de l'eau.

L'exploitant vérifiera la qualité des nouveaux branchements particuliers. Il réalisera chaque année un bilan du taux de raccordement et du taux de collecte.

L'exploitant évaluera la qualité annuelle de sous-produits de curage et de décantation du réseau (matières sèches).

Il réalisera un suivi du réseau par tous moyens appropriés et tiendra à jour le plan des réseaux et branchements.

L'exploitant s'assurera, à tous moments, du bon fonctionnement des ouvrages, du réseau de télésurveillance et des dispositifs de secours.

# Mesure des précipitations

Un pluviomètre sera installé sur le site de la station d'épuration. De(s) pluviomètre(s) pourra(ont) être également installé(s) sur des sites représentatifs de la pluviométrie de chaque bassin versant.

#### ARTICLE 12 – AUTOSURVEILLANCE DU SYSTÈME DE TRAITEMENT

#### 12.1 En phase de construction du système de traitement et du bassin d'orage

Le bénéficiaire fournira au service chargé de la Police de l'Eau, dans un délai d'un mois avant le démarrage des travaux :

- le programme et le descriptif technique détaillé des procédures de chantiers assortis de tous plans et documents graphiques utiles,
  - le planning de réalisation,
- les caractéristiques techniques, modalités de fonctionnement, le protocole de suivi et d'entretien de des ouvrages de traitement,
- les moyens et procédures pris pour limiter les effets du chantier sur le milieu conformément aux prescriptions du présent arrêté.

En cas d'incident ou de situation susceptible de modifier le bon déroulement du chantier tel que prévu dans le présent arrêté et le dossier technique et d'avoir des effets sur le milieu, l'entreprise, sous la responsabilité du bénéficiaire, devra immédiatement interrompre les opérations et prendre les dispositions nécessaires afin de limiter les effets sur le milieu.

Le bénéficiaire en informera immédiatement le service chargé de la Police de l'Eau et lui fera connaître les mesures prises pour y faire face et éviter que cela ne se reproduise.

Les moyens de secours nécessaires seront mobilisés sur site autant que de besoin.

Le bénéficiaire et le ou les entreprises en charge des travaux mettront en œuvre, chacun pour ce qui le concerne, des procédures et moyens de suivi du chantier permettant de s'assurer du respect des prescriptions du présent arrêté. L'entreprise tient un registre de suivi journalier du chantier précisant notamment les principales phases du chantier, tout incident survenu et toute information relative à un fait susceptible d'avoir une incidence sur le milieu.

L'entreprise en charge des travaux consignera :

#### Journellement:

- l'état d'avancement du chantier,
- tout incident susceptible d'affecter le déroulement du chantier.

### Chaque semaine:

- les informations nécessaires à justifier l'atteinte des objectifs de dépollution des eaux d'exhaure avant leur rejet dans le milieu,
- les informations nécessaires à justifier la bonne exécution des opérations de pompage et d'évacuation des déblais issus des terrassements ;
- les débits d'eaux rejetés dans le milieu.

Des relevés journaliers des débits rejetés seront effectués à partir des relevés des compteurs.

Les débits rejetés et leurs concentrations en MES seront transmis au service chargé de la police de l'eau;

Un registre attestant la maintenance des ouvrages de dépollution (curage,...) ainsi que le contrôle régulier des équipements de pompages sera tenu à la disposition du service chargé de la police de l'eau.

L'entreprise en charge des travaux mettra en place un contrôle des caractéristiques physico-chimiques des eaux d'exhaure rejetées après traitement pendant le chantier comme suit :

MES à fréquence hebdomadaire.

## 12.2 En phase d'exploitation

Les modalités d'autosurveillance du système de traitement et de leurs équipements seront fixées dans un manuel d'autosurveillance conformément à l'arrêté ministériel du 21 juillet 2015 susvisé.

Les équipements, dispositifs de mesures et tous moyens utiles à la surveillance du système de traitement seront mis en œuvre conformément à l'arrêté ministériel du 21 juillet 2015, commentaires techniques et guides y afférents.

La géométrie des canaux et ouvrages permettant la mise en place de débitmètre et de prise d'échantillons devront être conçus et définis afin de permettre des mesures fiables et limiter les risques de retours d'eaux. Les modalités d'autosurveillance prendront en compte toutes évolutions réglementaires s'y rapportant.

#### La file eau

- de débitmètre-enregistreurs en entrée et sortie de station,
- d'une mesure de débit sur le by pass en tête de station,
- en entrée de station d'un préleveur échantillonneur automatique, réfrigéré, thermostaté conformément à la réglementation et aux instructions techniques, asservi aux débits d'entrée de station,

- en sortie de station d'un préleveur échantillonneur automatique, réfrigéré, thermostaté conformément à la réglementation et aux instructions techniques, asservi au débit de sortie de station.

Le déversoir en tête de station est aménagé de façon à permettre le prélèvement d'échantillons représentatifs sur 24 heures.

Les débits rejetés par le déversoir en tête de station seront mesurés et enregistrés de façon continue.

Les mesures des caractéristiques des eaux usées by-passées et l'estimation des charges polluantes sont effectuées sur la base des paramètres listés dans le tableau ci-dessous.

#### La file boue

- en sortie de la filière eau et avant déshydratation, d'un dispositif de mesure de débit et d'un système de prélèvement échantillonneur,
- en sortie d'épaississement, d'un dispositif de mesure de débit et d'un système de prélèvement échantillonneur,
- le site pourra être doté d'un dispositif d'estimation du poids des boues évacuées.

## Fréquence des mesures et des analyses

L'autosurveillance sera réalisée selon le programme suivant qui pourra être modifié si la charge brute de pollution organique à traiter venait à évoluer :

Paramètres	By-pass	Entrée	Sortie	boues
DEBIT	365	365	365	365
DBO <sub>5</sub>		24	24	
DCO		24	24	
MES		24	24	
NTK		12	12	
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>		12	12	
NO <sub>2</sub> -		12	12	
NO <sub>3</sub> -		12	12	
PT		12	12	
Quantité de matière sèches de boues produites				12 (quantité mensuelle)
Paramètres de l'arrêté du 8 janvier 1998				2 fois par an
Mesures de siccité				24

#### Transmission des résultats de l'autosurveillance

Le planning d'autosurveillance de l'année N de ces mesures devra être envoyé par l'exploitant, avant le 31 décembre de l'année N-1 au service chargé de la police de l'eau.

Les données d'autosurveillance seront transmises par l'exploitant au service chargé de la police de l'eau, à une fréquence mensuelle, selon les modalités de l'article 19 de l'arrêté ministériel du 21 juillet 2015. Les informations et résultats produits durant le mois N sont transmis dans le courant du mois N+1.

Les informations porteront notamment sur :

- les dates de prélèvements et de mesures,
- les résultats d'analyses des paramètres mesurés,
- l'identification des organismes chargés de ces opérations dans le cas où elles ne sont pas réalisées par l'exploitant,
- les mises en service du by-pass (dates, durée, débits et flux rejetés, lieu de déversement, origines des mises en service, actions préventives engagées pour éviter que ces dernières ne se reproduisent, impacts sur le milieu récepteur....).

En cas de dépassement des seuils autorisés, la transmission devra être immédiate et accompagnée dès que possible de commentaires sur leurs causes ainsi que sur les actions correctives mises en œuvre ou envisagées.

Concernant les boues, deux analyses par an de l'ensemble des paramètres prévues par l'arrêté du 8 janvier 1998 seront réalisées.

Concernant les sous-produits, les documents suivants sont tenus en permanence à la disposition du service en charge du contrôle sur le site de la station :

Les matières de curage, les graisses, sables et refus de dégrillage sont gérés conformément aux principes de hiérarchie des modes de traitement des déchets prévus à l'article L.541-1 du code de l'environnement et aux prescriptions réglementaires en vigueur. Les documents justificatifs correspondants sont tenus à la disposition du service en charge du contrôle sur le site de la station.

### Analyse des débits entrants et des by-pass

Chaque année, un calcul et un examen des débits annuels seront conduits au regard du débit de référence du système d'assainissement : le percentile 95 sur cinq années glissantes sera calculé : dans le cas où l'écart entre ce dernier et le débit de référence venait à être inférieur à 5%, une analyse circonstanciée de la capacité du système d'assainissement sera réalisée en lien avec les données du diagnostic permanent.

#### Analyse des by-pass en tête de station

Ces rejets seront pris en compte pour statuer sur l'atteinte des performances du système de traitement des eaux usées, tant que le débit en entrée de la station est inférieur au débit de référence du système d'assainissement.

Par ailleurs, dans le cas où des by-pass en tête de station venaient à impacter plus de 20 journées par an, notamment après dépassement du débit de référence, une analyse de ses by-pass sera conduite, en lien notamment avec les données du diagnostic permanent.

# Bilan annuel de fonctionnement

Ce bilan de l'année N est à transmettre par l'exploitant au service en charge de la police de l'eau et à l'agence de l'eau avant le 1<sup>er</sup> mars de l'année N+1 et comprend notamment l'ensemble des informations qui suivent :

- une synthèse annuelle du fonctionnement du système d'assainissement, y compris le bilan des déversements et rejets au milieu naturel (date, fréquence, durée, volumes et, le cas échéant, flux de pollution déversés);
- les éléments relatifs à la gestion des déchets issus du système d'assainissement (déchets issus du curage de réseau, sables, graisses, refus de dégrillage, boues produites...) ;

- la consommation d'énergie et de réactifs ;
- un récapitulatif des événements majeurs survenus sur la station (opérations d'entretien, pannes, situations inhabituelles...);
- une synthèse annuelle des informations et résultats d'autosurveillance de l'année précédente. En outre, un rapport présentant l'ensemble des résultats des mesures de la surveillance complémentaire, mentionnée à l'article 13 ci-dessous relatives à la présence de micropolluants dans les rejets, est annexé au bilan annuel ;
- un bilan des contrôles des équipements d'autosurveillance réalisés par le maître d'ouvrage ;
- un bilan des nouvelles autorisations de déversement dans le système de collecte délivrées durant l'année concernée et du suivi des autorisations en vigueur ;
- les éléments du diagnostic permanent mentionné à l'article 7 ci-dessus ;
- une analyse critique du fonctionnement du système d'assainissement incluant les analyse des débits entrants et des by-pass en tête de station comme définit ci-dessus ;
- une autoévaluation des performances du système d'assainissement au regard des exigences du présent arrêté ;
- la liste des travaux envisagés dans le futur, ainsi que leur période de réalisation lorsqu'elle est connue.

Outre l'envoi au service en charge de la police de l'eau, si l'exploitant du réseau de collecte est différent de celui du système de traitement, l'exploitant du réseau de collecte transmet son bilan annuel de fonctionnement à l'exploitant de la station de traitement des eaux usées : ce dernier synthétise les éléments du bilan annuel de fonctionnement du système de collecte dans son propre bilan, afin de disposer d'une vision globale du fonctionnement du système d'assainissement.

# ARTICLE 13 – SURVEILLANCE DE LA PRÉSENCE DE MICROPOLLUANTS DANS LES EAUX TRAITÉES ET REJETÉES DANS LE MILIEU NATUREL

# 13.1 Diagnostic vers l'amont à réaliser sur la base des résultats de la campagne de surveillance initiale la plus récente

Le bénéficiaire vérifie et confirme avant le 31 janvier 2018 les résultats obtenus lors de la campagne de surveillance initiale la plus récente réalisée dans le cadre de l'arrêté préfectoral complémentaire n° 112-2011 PC abrogé par les dispositions du présent arrêté, l'absence ou la présence de micropolluants faisant partie de la liste de micropolluants située en annexe 1.

Si le bénéficiaire confirme la présence de micropolluants, la présence des substances significatives, 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.

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

Sans réponse de la part du service chargé de la police de l'eau dans les deux mois, la liste de micropolluants présents en quantités significative envoyée sera considérée comme acceptée.

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 conformément à la note technique ministérielle du 16 août 2016 susvisée.

# 13.2 Campagne de recherche de la présence de micropolluants dans les eaux brutes et dans les eaux traitées

Le bénéficiaire 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 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 et dans tous les cas 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.

# 13.3 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);

#### 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 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.

La dureté de l'eau du milieu récepteur à prendre en compte pour les calculs ci-dessus sera soumis pour validation au service en charge de la police de l'eau.

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.

#### 13.4 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 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.

# 13.5 Diagnostic vers l'amont à réaliser suite à une campagne de recherche

Le bénéficiaire 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. Comme prescrit à l'article 13.1,

# 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.

Le bénéficiaire transmet le diagnostic réalisé au service chargé de la 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.

# ARTICLE 14 – CONTRÔLE DU DISPOSITIF D'AUTOSURVEILLANCE DU SYSTÈME D'ASSAINISSEMENT

L'exploitant conservera au froid pendant 24 heures un double des échantillons prélevés sur la station d'épuration.

L'exploitant rédigera pour la station d'épuration et le réseau, un manuel d'autosurveillance unique relatif au système d'assainissement dans son ensemble.

Ce manuel décrit de manière précise les équipements et matériels utilisés, les méthodes employées concernant son organisation interne, ses méthodes d'analyse et d'exploitation, les organismes extérieurs à qui il confie tout ou partie de la surveillance, la qualification des personnes associées à ce dispositif.

Ce manuel, régulièrement mis à jour, fait mention des références normalisées ou non et est tenu à disposition du service en charge de la police de l'eau et de l'agence de l'eau.

L'échéance pour la rédaction du manuel d'autosurveillance du système d'assainissement après réception et mise en exploitation de la station d'épuration.

Le service chargé de la police de l'eau s'assurera, par des visites périodiques, de la bonne représentativité des données fournies et de la pertinence du dispositif mis en place.

Il vérifiera la qualité du dispositif de mesure, d'enregistrement des débits et de prélèvements sur une base annuelle. Pour ce faire, il pourra mandater un organisme indépendant choisi en accord avec l'exploitant. Le coût de l'intervention de cet organisme sera à la charge de l'exploitant de la station d'épuration.

# ARTICLE 15 – CONTRÔLES INOPINÉS

Les agents mentionnés à l'article L.216-3 du code de l'environnement, notamment ceux chargés de la police de l'eau, auront libre accès, à tout moment, aux installations autorisées.

Le service chargé de la police de l'eau procédera à des contrôles inopinés sur les paramètres mentionnés dans le présent arrêté.

Un double de l'échantillon sera remis à l'exploitant. Le coût des analyses sera à la charge de ce dernier.

# ARTICLE 16 - SUIVI DU MILIEU RÉCEPTEUR

Un suivi du milieu récepteur sera mis en place en concertation avec le service en charge de la police de l'eau dans l'année de mise en eau du nouveau système de traitement.

Les propositions de suivi seront adaptées aux enjeux de milieu et d'usages au point de rejet des eaux traitées. Le périmètre du suivi sera adapté à la zone d'influence du rejet et prendra en compte les bilans et conclusions des suivis déjà réalisés sur site.

# ARTICLE 17 – SYNTHÈSE DES ÉCHÉANCES ET PIÈCES TECHNIQUES À FOURNIR

### Construction du nouveau système de traitement et du bassin d'orage

Échéance	Objet	Articles
Dès l'attribution du marché	Dossier de conception – réalisation du nouveau système de traitement et du bassin d'orage	6
Un mois avant le démarrage des travaux	Tous documents qualité, descriptifs et dimensionnement des ouvrages de traitement des eaux d'exhaure, modalités d'autosurveillance	6
À réception des ouvrages	Analyse des risques de défaillance	9

#### Phase d'exploitation

Échéance	Objet	Articles
A réception du nouveau système de traitement	Le manuel d'autosurveillance du système d'assainissement	6
Chaque mois	Résultats d'analyse d'autosurveillance de la station	13.3
31 mars de chaque année	Bilan de fonctionnement du système d'assainissement de l'année N-1	12.2
31 décembre de chaque année	Planning annuel des bilans d'autosurveillance	12.2

Avant le 31 janvier 2018	Conclusion sur la présence éventuelle de micropolluants lors des premiers suivis RSDE. Si c'est le cas, mise en œuvre du diagnostic initial en amont du réseau dès janvier 2018	13.1
Courant 2018	Première campagne de recherche des micropolluants	13.2
Courant 2022 puis tous les 6 ans	Campagnes suivantes	13.2
Dans l'année qui suit la campagne de recherche	Diagnostics vers l'amont suites aux campagnes de recherches si identification de micropolluant	13.5
Avant le 1 <sup>er</sup> janvier 2021	Le diagnostic permanent	7
L'année de mise en eau	Proposition de suivi du milieu récepteur	16

# TITRE V DISPOSITIONS GÉNÉRALES

# ARTICLE 18 – BÉNÉFICIAIRE DE L'AUTORISATION

Les installations, ouvrages, travaux ou activités, objets de la présente autorisation, sont situés, installés et exploités conformément aux plans et contenu du dossier de demande d'autorisation, sans préjudice des dispositions de la présente autorisation, des arrêtés complémentaires et des réglementations en vigueur.

Toute modification apportée par le bénéficiaire de l'autorisation à l'ouvrage, à l'installation, à son mode d'utilisation, à la réalisation des travaux ou à l'aménagement en résultant ou à l'exercice de l'activité ou à leur voisinage et de nature à entraîner un changement notable des éléments du dossier de demande d'autorisation, est portée, avant sa réalisation, à la connaissance du préfet avec tous les éléments d'appréciation, conformément aux dispositions de l'article 19 du décret n°2014-751 du 1er juillet 2014 susvisé.

#### ARTICLE 19 – DÉBUT ET FIN DES TRAVAUX – MISE EN SERVICE

Le bénéficiaire informe le service de police de l'eau, instructeur du présent dossier, du démarrage des travaux et le cas échéant, de la date de mise en service de l'installation, dans un délai d'au moins 15 jours précédant cette opération.

Le bénéficiaire ne peut réaliser les travaux en dehors de la période autorisée sans en avoir préalablement tenu informé le préfet, qui statue dans les conditions fixées à l'article 19 du décret du 1<sup>er</sup> juillet 2014 susvisé.

#### ARTICLE 20 – CARACTÈRE DE L'AUTORISATION – DURÉE DE L'AUTORISATION

L'autorisation est accordée à titre personnel, précaire et révocable sans indemnité de l'État conformément aux dispositions de l'article 7 de l'ordonnance du 12 juin 2014 susvisée.

L'autorisation est accordée pour une durée de quinze ans à compter de la signature du présent arrêté.

Conformément à l'article 22 du décret n° 2014-751 du 1er juillet 2014 susvisé sauf cas de force majeure ou de demande justifiée et acceptée de prorogation de délai, l'autorisation unique cesse de produire effet lorsque l'installation n'a pas été mise en service, l'ouvrage n'a pas été construit, le travail n'a pas été exécuté ou bien l'activité n'a pas été exercée dans le délai fixé par l'arrêté d'autorisation ou, à défaut, dan un délai de trois ans à compter du jour de la notification de l'autorisation.

Faute par le pétitionnaire de se conformer dans le délai fixé aux dispositions prescrites, l'administration pourra prononcer la déchéance de la présente autorisation et prendre les mesures nécessaires pour faire disparaître aux frais du pétitionnaire tout dommage provenant de son fait, ou pour prévenir ces dommages dans l'intérêt de l'environnement de la sécurité et de la santé publique, sans préjudice de l'application des dispositions pénales relatives aux contraventions au code de l'environnement.

Il en sera de même dans le cas où, après s'être conformé aux dispositions prescrites, le pétitionnaire changerait ensuite l'état des lieux fixé par la présente autorisation, sans y être préalablement autorisé, ou s'il ne maintenait pas constamment les installations en état normal de bon fonctionnement.

#### **ARTICLE 21 – MODIFICATIONS**

Les installations, ouvrages, travaux ou activités, objets de la présente autorisation sont situés, installés et exploités conformément aux plans et contenu du dossier de demande d'autorisation sans préjudice des dispositions de la présente autorisation.

Toute modification apportée aux ouvrages, installations, à leur mode d'utilisation, à la réalisation des travaux ou à l'aménagement en résultant ou à l'exercice des activités ou à leur voisinage, et de nature à entraîner un changement notable des éléments du dossier de demande d'autorisation, doit être portée, avant sa réalisation, à la connaissance du préfet avec tous les éléments d'appréciation conformément aux dispositions de l'article 19 du décret n° 2014-751 du 1er juillet 2014 susvisé.

Lorsque le bénéfice de l'autorisation unique est transmis à une autre personne que celle qui était mentionnée dans la demande d'autorisation, le nouveau bénéficiaire en fait la déclaration au préfet, dans les trois mois qui suivent la prise en charge de l'installation, de l'ouvrage, des travaux ou des aménagements ou le début de l'exercice de son activité, conformément à l'article 23 du décret n° 2014-751 du 1er juillet 2014 susvisé.

#### ARTICLE 22 – RENOUVELLEMENT DE L'AUTORISATION

Dans un délai de deux ans au moins avant l'expiration de la présente autorisation, son bénéficiaire, s'il souhaite en obtenir le renouvellement, devra adresser au préfet une demande dans les conditions de délai, de forme et de contenu définis à l'article R.214-20 du code de l'environnement.

Conformément à l'article R.214-22 du code de l'environnement, s'il ne peut être statué sur la demande avant la date d'expiration de l'autorisation ou la date fixée pour le réexamen de certaines de ses dispositions, les prescriptions applicables antérieurement à cette date continuent à s'appliquer jusqu'à ce que le préfet ait pris sa décision.

# ARTICLE 23 – DÉCLARATION DES INCIDENTS OU ACCIDENTS

Le bénéficiaire et/ou l'exploitant est tenu de déclarer au préfet, dès qu'il en a connaissance, les accidents ou incidents intéressant les installations, ouvrages, travaux ou activités faisant l'objet de la présente autorisation qui sont de nature à porter atteinte aux intérêts mentionnés à l'article L.211-1 du code de l'environnement.

Sans préjudice des mesures que pourra prescrire le préfet, le bénéficiaire et/ou l'exploitant devra prendre ou faire prendre toutes dispositions nécessaires pour mettre fin aux causes de l'incident ou accident, pour évaluer ses conséquences et y remédier.

Le bénéficiaire et/ou l'exploitant est responsable des accidents ou dommages imputables à l'utilisation de l'ouvrage ou de l'installation, à la réalisation des travaux ou à l'aménagement en résultant ou à l'exercice de l'activité.

#### ARTICLE 24 – REMISE EN ÉTAT DES LIEUX

La cessation définitive, ou pour une période supérieure à deux ans, de l'exploitation ou de l'affectation indiquée dans l'autorisation d'un ouvrage ou d'une installation, fait l'objet d'une déclaration par l'exploitant, ou, à défaut, par le propriétaire, auprès du préfet dans le mois qui suit la cessation définitive ou le changement d'affectation et au plus tard un mois avant que l'arrêt de plus de deux ans ne soit effectif. En cas de cessation définitive ou d'arrêt de plus de deux ans, il est fait application des dispositions de l'article R.214-48 du code de l'environnement.

La déclaration d'arrêt d'exploitation de plus de deux ans est accompagnée d'une note expliquant les raisons de cet arrêt et la date prévisionnelle de reprise de cette exploitation. Le préfet peut émettre toutes prescriptions conservatoires afin de protéger les intérêts mentionnés à l'article 3 de l'ordonnance du 12 juin 2014 susvisée pendant cette période d'arrêt. Si l'exploitation n'est pas reprise à la date prévisionnelle déclarée, le préfet peut, l'exploitant ou le propriétaire entendu, considérer l'exploitation comme définitivement arrêtée, et fixer les prescriptions relatives à l'arrêt définitif de cette exploitation et à la remise en état du site.

En cas de cessation définitive, l'exploitant ou, à défaut, le propriétaire remet le site dans un état tel qu'aucune atteinte ne puisse être portée aux intérêts protégés mentionnés à l'article 3 de l'ordonnance du 12 juin 2014 susvisée. Il informe le préfet de la cessation de l'activité et des mesures prises. Le préfet peut à tout moment lui imposer des prescriptions pour la remise en état du site.

#### ARTICLE 25 – ACCÈS AUX INSTALLATIONS ET EXERCICE DES MISSIONS DE POLICE

Les agents en charge de mission de contrôle au titre du code de l'environnement ont libre accès aux installations, ouvrages, travaux ou activités relevant de la présente autorisation dans les conditions fixées par l'article 8 de l'ordonnance du 12 juin 2014 susvisée. Ils peuvent demander communication de toute pièce utile au contrôle de la bonne exécution du présent arrêté. Par ailleurs, si nécessaire, le bénéficiaire met à disposition des agents chargés d'une mission de contrôle, les moyens de transport (notamment nautique) permettant d'accéder aux secteurs à l'installation/l'ouvrage/le secteur de travaux/au lieu de l'activité.

#### ARTICLE 26 - DROITS DES TIERS

Les droits des tiers sont expressément réservés.

#### ARTICLE 27 – AUTRES RÉGLEMENTATIONS

La présente autorisation ne dispense en aucun cas le bénéficiaire de faire les déclarations ou d'obtenir les autorisations requises par les réglementations autres que celles en application desquelles elle est délivrée.

#### TITRE VI

#### **DISPOSITIONS FINALES**

# ARTICLE 28 – PUBLICATION ET INFORMATION DES TIERS

En application du 2° du I de l'article 24 du décret du 1° juillet 2014 susvisé et, le cas échéant, de l'article R.214-19 du code de l'environnement :

• La présente autorisation est publiée au recueil des actes administratifs dans un délai de quinze jours à compter de l'adoption de la décision ;

- Un extrait de la présente autorisation, indiquant notamment les motifs qui l'ont fondée ainsi que les principales prescriptions auxquelles cette opération est soumise est affiché pendant une durée minimale d'un mois en mairie de Fos-sur-Mer;
- Un dossier sur l'opération autorisée est mis à la disposition du public et à la mairie de Fos-sur-Mer pendant deux mois à compter de la publication du présent arrêté;
- Un avis au public faisant connaître les termes de la présente autorisation est publié par le préfet aux frais du demandeur, en caractères apparents, dans un journal diffusé dans le département ;
- La présente autorisation sera mise à disposition du public sur le site Internet de la Préfecture des Bouches-du-Rhône pendant une durée d'au moins 1 an.

#### ARTICLE 29 – VOIES ET DÉLAIS DE RECOURS

La présente décision peut être déférée à la juridiction administrative :

- Par les tiers intéressés en raison des inconvénients ou des dangers que le fonctionnement de l'installation présente pour les intérêts mentionnés aux articles L.211-1 et L.511-1 du code de l'environnement dans un délai de quatre mois à compter du premier jour de la publication ou de l'affichage de cette décision ;
- Par le demandeur, dans un délai de deux mois à compter de la date à laquelle la décision lui a été notifiée.

La décision 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 susmentionnés.

#### ARTICLE 30 - ABROGATIONS

L'arrêté préfectoral n°9-2005-EA du 5 juin 2005 autorisant le système d'assainissement de l'agglomération de Fos-sur-Mer et l'arrêté complémentaire n°112-2011 PC du 11 août 2011 sont abrogés.

# ARTICLE 31 - EXÉCUTION

Le secrétaire général de la préfecture des Bouches-du-Rhône,

Le sous-préfet d'Istres,

Le maire de la commune de Fos-sur-Mer,

Le Directeur Départemental des Territoires de la Mer des Bouches-du-Rhône,

et toutes autorités de police et de gendarmerie, 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

PJ: annexes 1 à 5

# **ANNEXE 1**

# <u>Liste des micropolluants à considérer pour le déclenchement d'un diagnostic vers l'amont en 2017 ou 2018</u>

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
	Alkylphénols	Nonylphénols	SDP	84852-15-3	1958
	Autres	Chloroalcanes C <sub>10</sub> -C <sub>13</sub>	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
-100% en	HAP	Benzo (g,h,i) Pérylène	SDP	191-24-2	1118
2021	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	207122-10-3	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
	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
-30% en	Métaux		SP		1386
2021	Métaux	Nickel et ses composés Chrome	PSEE	7440-02-0 7440-47-3	1389
	Pesticides	Chlorpyrifos	SP		
	Pesticides		PSEE	2921-88-2	1083
	-1.50-100-100-100-100-100-100-100-100-100-1	Chlortoluron	PSEE	15545-48-9	1136
	Pesticides Posticides	2,4D	SP	94-75-7	1141
	Pesticides Pesticides	Isoproturon		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

et par délégation La Secrétaire Générale Adjointe

Vu pour être annexé à l'arrêté n°121-2016 €A du -8 FEV. 2018 PREFECTURE DES B-D-R

Direction de la citoyenneté de la légalité et de l'environnement

Maxime AHRWEILLER

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

SANOGO ANDRE Classement	gs				1105 PSEE	1907 PSEE	1458 SDP				2919			2911 SDP	2910	209 M 1815	1113 DOEE			1116 SOP	1118 SOP	1117 SDP			5526 PSEE	1388 SDP	C10- 1955 SDP	annexé	n° 127 - 2016 EA	2018
Substance à rechercher en entre station Substance à rechercher en sorti station			×	×	×	×	×	×			× >		×		×	×	>	: ×	×	×	×	×		×		× ×	×	Д	La Secrétaire	
Texte de référence pour la NΩE	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010		4M 27/17/2015	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	0	(G)	pr					
NQE MA Eaux de surface intérieures (I/g/I)	10	2,2	0,5		0,08	452	0,1	0,83	0,95								22	2 0	1,7 ×10 <sup>4</sup> 1,				61	ස <sup>(</sup>	11,6	<ul> <li>≤ 0,08 (Classe 1)</li> <li>0,08 (Classe 2)</li> <li>0,09 (Classe 3)</li> <li>0,15 (Classe 4)</li> <li>0,25 (Classe 5)</li> <li>(1) (3)</li> </ul>	0,4		gation nersie Adiointe	
NQE MA aufres eaux de B Surface (Iggl) m	10			0,012			0,1											œ	1,7 × 104				0,0012			0,2 <b>(3)</b>	0,4	Δ.	Ω	
NQE CMA Eaux de surface intérieures (µg/l)	sans objet			0,12			1,0			0,14 (4)	0,14 (4)	0,14(4)	0,14 (4)	0,14 (4)				90	0,27	0,017	8,2 × 10 <sup>-3</sup>	0,017	40,0			<ul> <li>≤ 0,45 (classe 1)</li> <li>0,45 (classe 2) 0,5</li> <li>(classe 3) 0,9</li> <li>(classe 4) 1,5</li> <li>(classe 5)</li> <li>(3) (5)</li> </ul>	1,4	PREFECTURE	rection de	de la lég
ИQE CMA Autres eaux de sufface (IIgII)	sans objet			0,012			0,1			0,014 (4)	0,014 (4)	0,014 (4)	0,014 (4)	0,014 (4)				20	0,027	0,017	8,2 × 104	0,017	0,004			<ul> <li>S 0,45 (classe 1)</li> <li>0,45 (classe 2)</li> <li>0,6 (classe 3)</li> <li>0,9 (classe 4)</li> <li>1,5 (classe 5)</li> <li>(3) (5)</li> </ul>	4,	RE DES B-D-R	Direction de la citoyenneté	de la légalité et de
Flux GEREP annuel (kg/an)	9						<b>~</b>	Ŋ		1 (6)	(6)	6 6	1 (6)	1 (6)	1 (6)	1 (6)		200 (7)	5 (8)	5 (8)	~	5 (8)				~	•	-R	eté	
Fexte de référence pour LQ	Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015				Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015								Avis 08/11/2015		Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015		Avis 08/11/2015		Avis 08/11/2015	Aws 08/11/2015			
C. D. Seaux en Suria & seaux en Suria & seaux en en sues estraction (lig4) (lig4) arcitora festigations (lig4) en estractions (lig4)	2	0,1	90'0	1,0	1,0	1,0	0,01	2	1,0	0,02	0,02	20,0	0,02	0,02	0,02	90'0	400	S +	0,01	0,005	900'0	0,005	0,1	0,05	0,1	-	S			
LQ Eaux en entrée avec séparation des fractions (lugil)	,	0,2	1,0	0,2	0,2	0,2	0.01	1	0,2	0,04	0,04	2 5	0.0	0,04	0,04	1,0	Č	- 5 ~	0,01	0,01	0,01	0,01	0,2	90'0	0,2	1	9			
Substances and several	×							×										×								×				

Analyses eaux en entrée si taux	sans séparalos des ma fractions des fraction	×	: ×	(			×	×	×	×	×	į	×	×	×	×		×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	: ×		×	×	×	×		×	×
Analyse	Substances à analyser ses sensionales sens sensionales substantions substantial series su			×	×	< ×	(					×					×												×					×		
	LQ Eaux en entrée avec séparation des fractions (µg/l)	0.2	0.05	-			0,05	0.04	0,1	7	0.04	. 1	0,1	0,1	0,1	0,05	1	0,0	0,2	0,04	0,04	1,0	0,02	5,0	1,0	0,01	0.2	0.05		0,2	1,0	0,04	90'0	1	0,1	9,0
a	LQ Eaux en sodie & eaux en entrée sans séparation des fractions (µg/l)	0.1	0,05	LC.	) m	) VC	0,025	0,02	90'0	٠	0.02	. ഗ	0,05	0,05	0,05	0,05	•	0,01	0,1	0,02	0,02	0,05	0,01	0,5	0,05	0,005	0.1	0.05	0.2	. 0	90'0	0,02	90'0	S	90'0	9'0
	Jaxte de référence pour LΩ		Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015				Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015	Aws 08/11/2015				Avis 08/11/2015	Aws 08/11/2015	Avis 08/11/2015		Avis 08/11/2015			Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015		Avis 08/11/2015		Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015			Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015		Avis 08/11/2015
(ue	Flux GEREP annuel (kg/a			20	4	20	į.			, <del>C</del>	(6) 09	5				-	200 (7)	-		-			r	•		5 (8)			-			(6) 09	10	20		1 (10)
	NQE CMA Autres eaux de surface (µg/l)						0,016	6 × 10°5		sans objet		sans objet	$7 \times 10^{5}$	sans objet		1,8		0,12		$3 \times 10^5$ (2)	$3 \times 10^{5}$ (2)	0,05	90'0	9'0		sans objet		•	0,07 (3)				130	34 (3)		2
	NQE CMA Eaux de surface Inférieures (µg/l)						0,016	6 × 104		sans objet		sans objet	7×104	sans objet		1,8		0,12		$3 \times 10^4$ (2)	3×104 (2)	9,5	0,05	9,0		sans objet		~	0,07 (3)				130	34 (3)		2
, and a	əb xusə səufres AM ∃QN surface (µg/l)						0,0025	8×10-6		<del>1</del> ق		20	$6 \times 10^{-5}$	$3.2 \times 10^{-5}$		0,2		0,0063		$1 \times 10^{8}$ (2)	$1 \times 10^8$ (2)	8×104						0,3					2	8,6 (3)		6,0
	NQE MA Eaux de surface intérieures (µg/l)	4	0,1	3,4	Néant	•	0,0025	8 × 10-5	0,026	6,1		20	6×104	$1,3 \times 10^3$	0,01	0,2		0,0063	28	$2 \times 10^{-7}$ (2)	$2 \times 10^{-7}$ (2)	0,0016			0,2		0,35	6,0		9'09	0,019		2	4 (3)	0,035	0,3
	Texte de référence pour Ia NQE	AM 27/07/2015	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010		AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010		AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010		AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 27/07/2015		AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010
eihoe	Substance à rechercher en station	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
entrée	Substance à rechercher en station	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
	Classement	PSEE	PSEE	PSEE		PSEE	SP	SP	PSEE	SDP		SP	SP	SDP	PSEE	SP		SP	PSEE	SDP	S G	g <sub>S</sub>	SDP	SDP	PSEE	SDP	PSEE	SP	SDP	PSEE	PSEE		SP	SP	PSEE	SDP
	Code	1474	1136	1389	1379	1392	1935	1140	1359	9016	7074	1168	1170	1172	1814	1177	1497	1191	1506	1197	1748	7128	1199	1652	1877	1204	1206	1208	1387	1796	1670	2542	1517	1386	1882	1958
	Substances	Chlorprophame	Chlortoluron	Chrome (métal total)	Cobalt	Cuivre (métal total)	Cybutrine	Cyperméthrine	Cyprodinil	Di(2-éthylhexyl)phtalate (DEHP)	Dibutylétain cation	Dichlorométhane	Dichlorvos	Dicofol	Diflufenicanil	Diuron	Ethylbenzène	Fluoranthène	Glyphosate		Heptachlore epoxide (exo)	Hexabromocyclododec ane (HBCDD)			Imidaclopride	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	prodione	Isoproturon	Mercure (métal total)	Métaldéhyde	Métazachlore	Monobutylétain cation	Naphtalène	Nickel (métal total)	Nicosulfuron	Nonylphénols
	Familie III	Pesticides	Pesticides	Métaux	Métaux	Métaux	Pesticides	Pesticides	Pesticides	Autres	Organétains	COHV	Pesticides	Pesticides	Pesticides	Pesticides	BTEX	HAP	Pesticides	Pesticides	Pesticides	Autres	Chlorobenzènes	COHV ou autres	Pesticides	HAP	Pesticides	Pesticides	Métaux	Pesticides	Pesticides	Organétains	HAP	Métaux	Pesticides	Alkylphénols

Famille  Alkylphénols Alkylphénols Alkylphénols Alkylphénols Alkylphénols PCB	Substances  NP10E  NP20E  Octylphenols  OP20E  OP20E  OP20E  Oxadiazon  PCB 028  PCB 108  PCB 118  PCB 118  PCB 138  PCB 148  PCB 162  PCB 163  PCB	ŭ v		Substance à rechercher en entre de la conference en entre en en entre en en en entre en entre en entre en entre en entre en en entre en en entre en en en en en en en entre en	Substance à rechercher en son saiton	AM 25/01/2010	0,0 0,0 0,0 0,0 0,0 0,0 0,0 0,0 0,0 0,0	ANDE MA autres eaux de NOE MA autres eaux de	S S C T S S S C S S S S S S S S S S S S	Sans Sans Sans Sans Sans Sans Sans Sans	0 50 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	Avis 08/11/2015	D. 2 des fractions (µg/l))  Eaux en sortie & eaux en mortie & eaux en mort	LQ Eaux en entrée avec es popologo popo	Substances à analyser	
COHV	Tétrachloroéthylène Tétrachlorure d	de 1276	Liste 1	××	××	AM 25/01/2010 AM 25/01/2010	5 5	5 5	sans objet sans objet	sans objet sans objet	우 -	Avis 08/11/2015 Avis 08/11/2015	S,0 0,5	1	××	
Pesticides Métaux	carbone Thiabendazole Titane (métal total)	1713	PSEE	. ××	. × ×	AM 27/07/2015	i <u>5</u>	!			- 00	Avis 08/11/2015	5 6	0,2	< ×	
BTEX Organétains COHV	Toluène Tributylétain cation Trichloroéttylène Trichlorométhane	1278 2879 1286	SDP Liste 1	× × ×	× × ×	AM 27/07/2015 AM 25/01/2010 AM 25/01/2010	74 2 × 10 <sup>4</sup>	2×104	$1.5 \times 10^3$ sans objet	1,5 ×10³ sans objet	200 <b>(7)</b> 50 <b>(9)</b> 10	Avis 08/11/2015 Avis 08/11/2015 Avis 08/11/2015	0,02	0,02	××	
COHV	Inchloromethane (chloroforme) Triphénylétain cation	1135	as as	××	× ×	AM 25/01/2010	2,5	2,5	sans objet	sans objet	10 50 (9)	Avis 08/11/2015 Avis 08/11/2015	1 0.02	, 0.04	×	
BTEX	Xylènes (Somme o,m,p)		PSEE	×	×	AM 27/07/2015	<b>-</b> [				200 (7)	Avis 08/11/2015	. 8	,	×	
Métaux	Zinc (métal total)	1383	PSEE	×	×	AM 25/01/2010	7,8				100	Avis 08/11/2015	2	1	×	

(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 /1;</li>

- classe 2: 40 à < 50 mg CaCO3/1;</li>
- classe 3:50 à < 100 mg CaCO3/1;
- classe 4: 100 à < 200 mg CaCO3/1;</li>
- classe  $5 : \ge 200 \text{ mg CaCO}3/1$ .

(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 /1;</li>
- classe 2:40 à < 50 mg CaCO3/1;
- classe 3: 50 à < 100 mg CaCO3/1;
- classe 4: 100 à < 200 mg CaCO 3/1;
- classe  $5 : \ge 200 \text{ mg CaCO} 3/1$ .
- (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 Fributylétain 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 NP10E et du NP20E (somme des codes SANDRE 1958, 6366 et
- (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 OP10E et OP20E (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

vu pour être annexe à l'arrêté n° 127-2016 EA du 8 FEV. 2018

# PREFECTURE DES B-D-R

Direction de la citoyenneté de la légalité et de l'environnement et par délégation La Secrétaire Générale Adjointe

Maxime AHRWEILLER

# ANNEXE 3: <u>Prescriptions techniques applicables aux opérations d'échantillonnage et</u> 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 ± 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	Nettoyage avec du détergent alcalin (type labwash)
labwash)	Nettoyage à l'eau déminéralisée acidifiée, la nature
Nettoyage à l'eau déminéralisée acidifiée (acide	de l'acide est du ressort du laboratoire (acide
acétique à 80 %, dilué au quart)	acétique, acide nitrique ou autre)
Rinçage à l'eau déminéralisée	Rinçage à l'eau déminéralisée
Rinçage au solvant de qualité pour analyse de	Rinçage au solvant de qualité pour analyse de
résidus uniquement pour les éléments en verre et	résidus uniquement pour les éléments en verre et en
en téflon (acétone ultrapur, par exemple)	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  $\pm$  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	<ul> <li>Fraction qui n'a subi aucun prétraitement pour les eaux de sortie de STEU</li> <li>Résultat agrégé pour les eaux d'entrée de STEU</li> </ul>

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 <sup>1</sup>
DBO <sub>5</sub>	1313	NF EN 1899-1 <sup>2</sup>
DCO	1314	NF T 90-101
ST-DCO	6396	ISO 15705 <sup>3</sup>
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 μg<sub>organoétaincation</sub> /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

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.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Dans le cas de teneurs basses, inférieures à 3 mg/l, la norme NF EN 1899-2 est utilisable.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> 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  $LQ_{eau\ brute\ agrégée}$ ) 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<sub>phase particulaire</sub> 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<sub>agrégée</sub>) 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<sub>eau brute agrégée</sub>). 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 (Cagrégée) :

Soient  $C_d$  la teneur mesurée dans la phase aqueuse en  $\mu g/L$  et  $C_p$  la teneur mesurée dans la phase particulaire en  $\mu g/kg$ .

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

 $LQ_{phase\ particulaire\ (\'equivalent)}\ (\mu g/L) = 10^{-6}\ x\ MES\ (mg/L)\ x\ LQ_{phase\ particulaire\ }(\mu g/kg)$ 

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

	Si		Alors	Résult	at affiché
$C_d$	C <sub>p (équivalent)</sub>	Incertitude résultats MES	C <sub>agrégée</sub>	Résultat	Code remarque

< LQphase aqueuse	< LQphase particulaire (équivalent)		< LQ <sub>eau brute</sub>	LQ <sub>eau</sub> brute agrégée	10
$\geq$ $LQ_{ ext{phase aqueuse}}$	< LQphase particulaire (équivalent)		$C_d$	$C_d$	1
< LQ <sub>phase aqueuse</sub>	≥ LQphase particulaire (équivalent)	> LQ <sub>phase aqueuse</sub>	C <sub>p</sub> (équivalent)	C <sub>p (équivalent)</sub>	1
< LQphase aqueuse	≥ LQphase particulaire (équivalent)	$\leq$ $LQ_{phase\ aqueuse}$	C <sub>p (équivalent)</sub> + LQ <sub>phase aqueuse</sub>	C <sub>p (équivalent)</sub> + LQ <sub>phase aqueuse</sub>	1
$\geq$ $LQ_{ exttt{phase aqueuse}}$	≥ LQ <sub>phase particulaire</sub> (équivalent)		C <sub>d</sub> + C <sub>p (équivalent)</sub>	$C_d + C_{p  (\text{\'equivalent})}$	1

Dans la situation où un résultat est quantifié sur la phase particulaire ( $\geq$  LQ<sub>phase particulaire (équivalent)</sub>) et non quantifié sur la phase aqueuse (< LQ<sub>phase aqueuse</sub>), 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<sub>p (équivalent)</sub>).
- 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<sub>i</sub>: Concentration mesurée

C<sub>max</sub>: Concentration maximale mesurée dans l'année

CR<sub>i</sub>: Concentration Retenue pour les calculs

CMP: Concentration Moyenne Pondérée par les volumes journaliers

FMJ: flux moyen journalier FMA: flux moyen annuel

V<sub>i</sub>: volume journalier d'eau traitée rejeté au milieu le jour du prélèvement

V<sub>A</sub>: volume annuel d'eau traitée rejeté au milieu<sup>1</sup>

i : ième prélèvement

NOE-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  $C_i \ge LQ_{laboratoire}$ 

Flux journalier théorique admissible par le milieu = Débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale (QMNA<sub>5</sub>) 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  $C_i \ge LQ_{laboratoire}$  alors  $CR_i = C_i$ 

Calcul de la concentration moyenne pondérée par les volumes journaliers :

 $CMP = \sum CR_i V_i / \sum V_i$ 

à l'arrêté n° 127 - 2016 EA

Direction de la citoyenneté

de la légalité et de

l'environnement

PREFECTURE DES B-D-R

Pour le Préfet et par délégation La Secrétaire Générale Adjointe

41

Maxime AHRWEILLER

#### Calcul du flux moyen annuel:

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

#### Calcul du flux moyen journalier :

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

# Un micropolluant est significatif dans les eaux brutes si :

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

## Un micropolluant est significatif dans les eaux traitées si :

- $\checkmark$  Le <u>micropolluant</u> est quantifié au moins une fois ET
- ✓ CMP  $\geq$  10 x NQE-MA *OU*
- $\checkmark$  C<sub>max</sub>  $\geq$  NQE-CMA OU
- ✓ FMJ  $\geq$  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/CE², 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<sup>3</sup>.

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

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,
- 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 
$$C_{i \text{ Micropolluant}} < LQ_{laboratoire} \rightarrow CR_{i \text{ Micropolluant}} = 0$$

$$\begin{split} & CRi_{Famille} = \sum CR_{iMicropolluant} \\ & CMP_{Famille} = \sum CR_{iFamille}V_i \ / \ \sum V_i \\ & FMA_{Famille} = CMP_{Famille} \ x \ V_A \\ & FMJ_{Famille} = FMA_{Famille} \ / \ 365 \end{split}$$

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	
Dibutylétain cation	7074	0,02	0,51	50 (en tant que Sn
Monobutylétain cation	2542	0,02	0,68	total)
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<sub>Famille</sub>  $\geq$  50 x NQE-MA OU
- ✓  $C_{\text{maxFamille}} \ge 5 \text{ x NQE-CMA } OU$
- ✓ FMA<sub>Famille</sub> > Flux GEREP

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

 $\checkmark$  Au moins un micropolluant de la famille est quantifié une fois ET

- ✓  $CMP_{Famille} \ge 10 \text{ x NQE-MA } OU$
- $\checkmark$  C<sub>maxFamille</sub>  $\geq$  NQE-CMA OU
- ✓ FMJ<sub>Famille</sub>  $\geq$  0,1 x Flux journalier théorique admissible par le milieu OU
- ✓  $FMA_{Famille} \ge Flux GEREP OU$
- ✓ 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 et dans les eaux traitées en sortie de sTEU et dans les eaux traitées en sortie de sTEU et dans les eaux traitées en sortie de sTEU et dans les eaux traitées en sortie de sTEU et dans les eaux traitées en sortie de sTEU et dans les eaux traitées en sortie de sTEU et dans les eaux traitées en steur et dans les eaux et dans les ea</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  $(5 \pm 3)$ °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  $5\pm3$ °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	Nettoyage avec du détergent alcalin (type labwash)
labwash)	Nettoyage à l'eau déminéralisée acidifiée, la nature
Nettoyage à l'eau déminéralisée acidifiée (acide	de l'acide est du ressort du laboratoire (acide
acétique à 80 %, dilué au quart)	acétique, acide nitrique ou autre)
Rinçage à l'eau déminéralisée	Rinçage à l'eau déminéralisée
Rinçage au solvant de qualité pour analyse de	Rinçage au solvant de qualité pour analyse de
résidus uniquement pour les éléments en verre et	résidus uniquement pour les éléments en verre et en
en téflon (acétone ultrapur, par exemple)	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  $\pm$  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
		- Fraction qui n'a subi aucun
23	Eau Brute	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 <sup>4</sup>
DBO <sub>5</sub>	1313	NF EN 1899-1 <sup>5</sup>
DCO	1314	NF T 90-101
ST-DCO	6396	ISO 15705 <sup>6</sup>
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.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> 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.

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Dans le cas de teneurs basses, inférieures à 3 mg/l, la norme NF EN 1899-2 est utilisable.

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup> 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.

- Organoétains cation : une grande vigilance doit être portée sur ce point afin d'assurer que le résultat soit rendu en μg<sub>organoétaincation</sub> /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  $LQ_{phase\ aqueuse} + LQ_{phase\ particulaire}$ ) avec  $LQ_{eau\ brute\ agrégée} = LQ_{phase\ aqueuse} + LQ_{phase\ particulaire}$ 

La détermination de la LQ sur la phase particulaire de l'eau doit répondre aux mêmes exigences que sur les fractions liquides. La LQ<sub>phase particulaire</sub> 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<sub>agrégée</sub>) 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<sub>cau brute agrégée</sub>). 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 (Cagrégée):

Soient C<sub>d</sub> la teneur mesurée dans la phase aqueuse en μg/L et C<sub>p</sub> la teneur mesurée dans la phase particulaire en μg/kg.

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

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

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

	Si		Alors	Résult	at affiché
$C_d$	C <sub>p (équivalent)</sub>	Incertitude résultats MES	C <sub>agrégée</sub>	Résultat	Code remarque
< LQ <sub>phase aqueuse</sub>	< LQphase particulaire (équivalent)		< LQ <sub>eau</sub> brute	LQ <sub>cau brute agrégée</sub>	10
$\geq$ $LQ_{ exttt{phase aqueuse}}$	< LQphase particulaire (équivalent)		$C_d$	C <sub>d</sub>	1
< LQ <sub>phase aqueuse</sub>	$\geq$ $LQ_{ ext{phase particulaire}}$ (équivalent)	$>$ $ m LQ_{phaseaqueuse}$	C <sub>p (équivalent)</sub>	C <sub>p (équivalent)</sub>	1
< LQ <sub>phase aqueuse</sub>	$\geq$ $LQ_{ ext{phase particulaire}}$ (équivalent)	$\leq$ $LQ_{ exttt{phase}}$ aqueuse	C <sub>p (équivalent)</sub> + LQ <sub>phase aqueuse</sub>	C <sub>p (équivalent)</sub> + LQ <sub>phase aqueuse</sub>	1
$\geq$ LQ <sub>phase aqueuse</sub>	$\geq$ LQ <sub>phase particulaire</sub> (équivalent)		C <sub>d</sub> + C <sub>p (équivalent)</sub>	$C_d + C_{p  (\acute{e}quivalent)}$	1

Dans la situation où un résultat est quantifié sur la phase particulaire ( $\geq$  LQ<sub>phase particulaire</sub> (équivalent)) et non quantifié sur la phase aqueuse (< LQ<sub>phase aqueuse</sub>), 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<sub>p (équivalent)</sub>).
- 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.

vu pour être annexe à l'arrêté n°121-2016-EA du -8 FEV. 2018

## PREFECTURE DES B-D-R

Pour le Préfet et par délégation La Secrétaire Générale Adjointe

Direction de la citoyenneté de la légalité et de l'environnement

Maxime AHRWEILLER

# ANNEXE 5 : Règles de transmission des données d'analyse

CARACTERIS	TIQUES DE	ES BALISES (I	ELEMENTS)	CARAC	ΓERISTIQUE	ES 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></pointmesure>		0	(1,N)			
<numeropoint Mesure&gt;</numeropoint 	sa_pmo	0	(1,1)	Caractère limité	10	Code point de mesure
<lbpointmesur e=""></lbpointmesur>	sa_pmo	О	(1,1)	Caractère limité	25	Libellé du point de mesure
<locglobalepo intMesure&gt;</locglobalepo 	sa_pmo	О	(1,1)	Caractère limité	4	Localisation globale du point de mesure (cf nomenclature de code Sandre 47)
<prlvt></prlvt>	Е	F	(0,N)	-		Structure de l'élément XML relatif à une analyse physicochimique ou microbiologique
<prlvt></prlvt>	i i de ejemblija	F	(0,N)			Prélèvement
<preleveur></preleveur>		F	(0,1)	-	-	Préleveur
<pre><cdintervenant d="[SIRET ou SANDRE]" schemeagencyi=""></cdintervenant></pre>	sa_int	О	(1,1)	Caractère limité	17	Code de l'intervenant
<dateprlvt></dateprlvt>	sa_pmo	О	(1,1)	Date	7944	date du prélèvement
<heureprel></heureprel>		O	(0,1)	Heure		L'heure du prélèvement est l'heure à laquelle doit débuter ou a débuté une opération de prélèvement
<duréeprel> <conformitepre< td=""><td></td><td>0</td><td>(0,1)</td><td>Texte</td><td>8</td><td>Durée du prélèvement, le format à appliquer étant hh:mm:ss (exemple : 99:00:00 pour 99 heures)  Conformité du</td></conformitepre<></duréeprel>		0	(0,1)	Texte	8	Durée du prélèvement, le format à appliquer étant hh:mm:ss (exemple : 99:00:00 pour 99 heures)  Conformité du
~Comomitte		U	(0,1)	Couc	τ	Comornic du

1>						prélèvement : Valeur/libellé : 0 : NON 1 : OUI
<accredprel></accredprel>		O	(0,1)	Code	1	Accréditation du prélèvement  Valeur/libellé:  1: prélèvement accrédité  2: prélèvement non accrédité
<support></support>	<b>-</b> 9	O	(1,1)	-	-	Support prélevé
<cdsupport></cdsupport>	sa_par	O	(1,1)	Caractère illimité	3	Code du support Valeurs fréquemment rencontrées Code/Libellé « 3 » : EAU
<analyse></analyse>	sa_pmo	F	(0,N)	-	=	Structure de l'élément XML relatif à une analyse physicochimique ou microbiologique
						mercereregique
<analyse></analyse>		F	(0,N)			
<analyse> <pre> <datereceptio- nechant=""></datereceptio-></pre></analyse>	-	F O	(0,N) (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)
<datereceptio-< td=""><td></td><td></td><td></td><td></td><td>-</td><td>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)  Heure à laquelle l'échantillon est pris en charge par le laboratoire pour y effectuer des analyses (format hh:mm:ss)</td></datereceptio-<>					-	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)  Heure à laquelle l'échantillon est pris en charge par le laboratoire pour y effectuer des analyses (format hh:mm:ss)
<datereceptio- nEchant&gt;</datereceptio- 	sa_pmo	О	(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)  Heure à laquelle l'échantillon est pris en charge par le laboratoire pour y effectuer des analyses (format hh:mm:ss)  Date de l'analyse (format YYYY-MM-JJ)
<datereceptio- nEchant&gt; <heurerecep- tionEchant&gt;</heurerecep- </datereceptio- 		0	(0,1)	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)  Heure à laquelle l'échantillon est pris en charge par le laboratoire pour y effectuer des analyses (format hh:mm:ss)  Date de l'analyse (format YYYY-

<cdremanalys< td=""><td>sa_pmo</td><td>О</td><td>(1,1)</td><td>Caractère limité</td><td>2</td><td>Code remarque de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 155)</td></cdremanalys<>	sa_pmo	О	(1,1)	Caractère limité	2	Code remarque de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 155)
<insituanalyse &gt;</insituanalyse 	sa_pmo	О	(1,1)	Caractère limité	1	Analyse in situ / en laboratoire (cf nomenclature de code Sandre 156) Code / Libellé: « 1 »: in situ « 2 »: en laboratoire
<statutrsanaly se=""></statutrsanaly>	sa_pmo	О	(1,1)	Caractère limité	1	Statut du résultat de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 461)
<qualrsanalys e&gt;</qualrsanalys 	sa_pmo	О	(1,1)	Caractère limité	1	Qualification de l'acquisition du résultat de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 414)
<pre><fractionanal ysee=""></fractionanal></pre>	sa_par	O	(1,1)	-	-	Fraction analysée du support
<cdfractionan alysee=""></cdfractionan>	sa_par	О	(1,1)	Caractère limité	3	Code Sandre de la fraction analysée
<methodeana></methodeana>	sa_par	О	(0,1)	-	_	Méthode d'analyse utilisée
<cdmethode></cdmethode>	sa_par	О	(1,1)	Caractère limité	5	Code Sandre de la méthode
<parametre></parametre>	sa_par	О	(1,1)	H	-	Paramètre analysé
<cdparametre></cdparametre>	sa_par	0	(1,1)	Caractère limité	5	Code Sandre du paramètre
<unitemesure></unitemesure>	sa_pmo	О	(1,1)	-	ш.	Unité de mesure
<cdunitemesur e&gt;</cdunitemesur 	sa_pmo	О	(1,1)	Caractère limité	5	Code Sandre de l'unité de référence
<laboratoire></laboratoire>	sa_pmo	O	(0,1)	-	-	Laboratoire
<pre><cdintervenant d="[SIRET ou SANDRE]" schemeagencyi=""></cdintervenant></pre>	sa_int	0	(1,1)	Caractère limité	17	Code de l'intervenant
<producteur></producteur>	sa_pmo	F	(0,1)	-	-	Producteur de l'analyse

				7 7		
<pre><cdintervenant d="[SIRET ou SANDRE]" schemeagencyi=""></cdintervenant></pre>	sa_int	О	(1,1)	Caractère limité	17	Code de l'intervenant
<finaliteanalys e&gt;</finaliteanalys 	sa_pmo	O	(1,1)	Caractère limité	2	Finalité de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 344)
<lqana></lqana>	sa_pmo	О	(0,1)	Numériq ue	-	Limite de quantification
<accreana></accreana>	sa_pmo	0	(0,1)	Caractère limité	1	Accréditation de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 299)
<agreana></agreana>		O	(0,1)	Caractère limité	1	Agrément de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre)
<comana></comana>	sa_pmo	F	(0,1)	Caractère illimité	-	Commentaires sur l'analyse
<incertana></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.

#### **ANNEXE 1**

# <u>Liste des micropolluants à considérer pour le déclenchement d'un diagnostic vers l'amont en 2017 ou 2018</u>

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
	Alkylphénols	Nonylphénols	SDP	84852-15-3	1958
	Autres	Chloroalcanes C <sub>10</sub> -C <sub>13</sub>	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
-100% en	HAP	Benzo (g,h,i) Pérylène	SDP	191-24-2	1118
2021	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	207122-10-3	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
	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
-30% en	Métaux	Nickel et ses composés	SP	7440-02-0	1386
2021	Métaux	Chrome	PSEE	7440-02-0	1389
	Pesticides	Chlorpyrifos	SP	2921-88-2	1083
	Pesticides	Chlortoluron	PSEE		1
	Pesticides Pesticides		PSEE	15545-48-9	1136 1141
MARK!		2,4D	SP	94-75-7	V250010000
	Pesticides Pesticides	Isoproturon		34123-59-6	1208
	Pesticides	Linuron (pour les DOM)	PSEE	330-55-2	1209
1 H. H.	Pesticides	2,4 MCPA	PSEE	94-74-6	1212
7	Pesticides	Oxadiazon	PSEE	19666-30-9	1667

et par délégation La Secrétaire Générale Adjointe

Vu pour être annexé à l'arrêté n°121-2016 €A du -8 FEV. 2018 PREFECTURE DES B-D-R

Direction de la citoyenneté de la légalité et de l'environnement

Maxime AHRWEILLER

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

SANOGO ANDRE Classement	g				1105 PSEE	1907 PSEE	1458 SDP				2919			2911 SDP	2910	ZU9 W 1815	4443 DOEE			1116 SOP	1118 SOP	1117 SDP			5526 PSEE	1388 SDP	C10- 1955 SDP	annexé	nº 127 - 2016 EA	2018
Substance à rechercher en entre station Substance à rechercher en sorti station			×	×	×	×	×	×			× >		×		×	×		< ×	× ×	×	×	×		×		× ×	×	Д	La Secrétaire	
Texte de référence pour la NΩE	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010		AND STREET	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	0	(B)	pr					
NQE MA Eaux de surface intérieures (I/g/I)	10	2,2	0,5		0,08	452	0,1	0,83	0,95								92	2 9	6				61	ස <sup>(</sup>	9,11	<ul> <li>≤ 0,08 (Classe 1)</li> <li>0,08 (Classe 2)</li> <li>0,09 (Classe 3)</li> <li>0,15 (Classe 4)</li> <li>0,25 (Classe 5)</li> <li>(1) (3)</li> </ul>	0,4		gation nérale Adiointe	
NQE MA aufres eaux de B Surface (Iggl) m	10			0,012			0,1											ω	1,7 × 104				0,0012			0'2 <b>(3)</b>	0,4	Δ.	Q	
NQE CMA Eaux de surface intérieures (µg/l)	sans objet			0,12			1,0			0,14 (4)	0,14 (4)	0,14(4)	0,14 (4)	0,14 (4)				90	0,27	0,017	8,2 × 10 <sup>-3</sup>	0,017	40,0			<ul> <li>≤ 0,45 (classe 1)</li> <li>0,45 (classe 2) 0,5 (classe 3) 0,9 (classe 4) 1,5 (classe 5)</li> <li>(3) (5)</li> </ul>	1,4	PREFECTURE	rection de	de la lég
ИQE CMA Autres eaux de sufface (IIgII)	sans objet			0,012			0,1			0,014 (4)	0,014 (4)	0,014 (4)	0,014 (4)	0,014 (4)				20	0,027	0,017	8,2 × 104	0,017	0,004			<ul> <li>S 0,45 (classe 1)</li> <li>0,45 (classe 2)</li> <li>0,6 (classe 3)</li> <li>0,9 (classe 4)</li> <li>1,5 (classe 5)</li> <li>(3) (5)</li> </ul>	4,	RE DES B-D-R	Direction de la citoyenneté	de la légalité et de
Flux GEREP annuel (kg/an)	9						<b>-</b>	Ŋ		1 (6)	1 (6)	6 6	1 (6)	1 (6)	1 (6)	1 (6)		200 (7)	5 (8)	5 (8)	~	5 (8)				~	•	-R	eté	
Fexte de référence pour LQ	Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015				Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015								Avis 08/11/2015		Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015		Avis 08/11/2015		Avis 08/11/2015	Aws 08/11/2015			
C. D. Seaux en Suria & seaux en Suria & seaux en en sues eèrinen (ligil) (ligil) arcitora festigations (ligil)	2	0,1	90'0	1,0	1,0	1,0	0,01	2	1,0	0,02	0,02	20,0	0,02	0,02	0,02	90'0	9	, , ,	0,0	0,005	900'0	0,005	0,1	0,05	0,1	-	S			
LQ Eaux en entrée avec séparation des fractions (lugil)	,	0,2	1,0	0,2	0,2	0,2	0.01	1	0,2	0,04	0,0	2 5	0.0	0,04	0,04	1,0	Č	- 5 \	0,01	0,01	0,01	0,01	0,2	90'0	0,2	1	9			
Substances and several	×							×										×								×				

Analyses eaux en entrée si taux	sans séparalos des ma fractions des fraction	×	: ×	(			×	×	×	×	×	į	×	×	×	×		×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	: ×		×	×	×	×		×	×
Analyse	Substances à analyser ses sensionales sens sensionales substantions substantial series su			×	×	< ×	(					×					×												×					×		
	DQ Eaux en entrée avec séparation des fractions (lgl/l)	0.2	0.05	-			0,05	0.04	0,1	7	0.04	. 1	0,1	0,1	0,1	0,05	1	0,0	0,2	0,04	0,04	1,0	0,02	5,0	1,0	0,01	0.2	0.05		0,2	1,0	0,04	0,05	1	0,1	9,0
g	LQ Eaux en sodie & eaux en entrée sans séparation des fractions (µg/l)	0.1	0,05	LC.	) m	) VC	0,025	0,02	90'0	٠	0.02	. ഗ	0,05	0,05	0,05	0,05	•	0,01	0,1	0,02	0,02	0,05	0,01	0,5	0,05	0,005	0.1	0.05	0.2	. 0	90'0	0,02	0,05	S	90'0	9'0
	Jaxte de référence pour LΩ		Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015				Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015	Aws 08/11/2015				Avis 08/11/2015	Aws 08/11/2015	Avis 08/11/2015		Avis 08/11/2015			Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015		Avis 08/11/2015		Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015			Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015	Avis 08/11/2015		Avis 08/11/2015
(ue	Flux GEREP annuel (kg/a			20	4	20	į.			, <del>C</del>	(6) 09	5				-	200 (7)	-		-			r	•		5 (8)			-			(6) 09	5	20		1 (10)
	NQE CMA Autres eaux de surface (µg/l)						0,016	6 × 10°s		sans objet		sans objet	$7 \times 10^{5}$	sans objet		1,8		0,12		$3 \times 10^5$ (2)	$3 \times 10^{5}$ (2)	0,05	90'0	9'0		sans objet		•	0,07 (3)				130	34 (3)		2
	NQE CMA Eaux de surface Inférieures (µg/l)						0,016	6 × 104		sans objet		sans objet	7×104	sans objet		1,8		0,12		$3 \times 10^4$ (2)	3×104(2)	9,5	0,05	9,0		sans objet		~	0,07 (3)				130	34 (3)		2
, and a	əb xusə səufres AM ∃QN surface (µg/l)						0,0025	8×10-6		<del>1</del> ق		20	$6 \times 10^{-5}$	$3.2 \times 10^{-5}$		0,2		0,0063		$1 \times 10^{8}$ (2)	$1 \times 10^8$ (2)	8×104						0,3					2	8,6 (3)		6,0
	NQE MA Eaux de surface intérieures (µg/l)	4	0,1	3,4	Néant	•	0,0025	8 × 10-5	0,026	6,1		20	6×104	$1,3 \times 10^3$	0,01	0,2		0,0063	28	$2 \times 10^{-7}$ (2)	$2 \times 10^{-7}$ (2)	0,0016			0,2		0,35	6,0		9'09	0,019		8	4 (3)	0,035	0,3
	Texte de référence pour Ia NQE	AM 27/07/2015	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010		AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010		AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010		AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 27/07/2015		AM 25/01/2010	AM 25/01/2010	AM 27/07/2015	AM 25/01/2010
eihoe	Substance à rechercher en station	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
entrée	Substance à rechercher en station	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
	Classement	PSEE	PSEE	PSEE		PSEE	SP	SP	PSEE	SDP		SP	SP	SDP	PSEE	SP		SP	PSEE	SDP	S G	g <sub>S</sub>	SDP	SDP	PSEE	SDP	PSEE	SP	SDP	PSEE	PSEE		SP	SP	PSEE	SDP
	Code	1474	1136	1389	1379	1392	1935	1140	1359	9016	7074	1168	1170	1172	1814	1177	1497	1191	1506	1197	1748	7128	1199	1652	1877	1204	1206	1208	1387	1796	1670	2542	1517	1386	1882	1958
	Substances	Chlorprophame	Chlortoluron	Chrome (métal total)	Cobalt	Cuivre (métal total)	Cybutrine	Cyperméthrine	Cyprodinil	Di(2-éthylhexyl)phtalate (DEHP)	Dibutylétain cation	Dichlorométhane	Dichlorvos	Dicofol	Diflufenicanil	Diuron	Ethylbenzène	Fluoranthène	Glyphosate		Heptachlore epoxide (exo)	Hexabromocyclododec ane (HBCDD)			Imidaclopride	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	prodione	Isoproturon	Mercure (métal total)	Métaldéhyde	Métazachlore	Monobutylétain cation	Naphtalène	Nickel (métal total)	Nicosulfuron	Nonylphénols
	Familie III	Pesticides	Pesticides	Métaux	Métaux	Métaux	Pesticides	Pesticides	Pesticides	Autres	Organétains	COHV	Pesticides	Pesticides	Pesticides	Pesticides	BTEX	HAP	Pesticides	Pesticides	Pesticides	Autres	Chlorobenzènes	COHV ou autres	Pesticides	HAP	Pesticides	Pesticides	Métaux	Pesticides	Pesticides	Organétains	HAP	Métaux	Pesticides	Alkylphénols

Famille  Alkylphénols  Alkylphénols  Alkylphénols  Alkylphénols  Alkylphénols  PCB  PCB  PCB  PCB  PCB  PCB  PCB  PC	Substances  NP10E  NP20E  Octyphénois  OP20E  OP20E  OP20E  OP20E  OP20E  OP20E  OP20E  OP20E  OP20E  PCB 103  PCB 103  PCB 138  PCB 138  PCB 138  PCB 138  PCB 138  PCB 148  PCB 160  Porationophénoi  Phosphate de tributy  (TBP)  Plomb (métal total)  Plomb (métal total)  Plomb (métal total)  Plomb (TBP)  Plomb (TBP)	ŭ		Substance à rechercher en entre x x x x x x x x x x x x x x x x x x x	Substance à rechercher en sort sation	AM 25/01/2010  AM 25/01/2015  AM 25/01/2015  AM 25/01/2010  AM 25/01/2010	0,0 0,0 0,0 0,0 0,0 0,0 0,0 0,0 0,0 0,0	A 10 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0	S S C T S S S C S S S S S S S S S S S S	Sans objet and E CMA Aufres eaux de surface (µg/l) (0.034 7, 2 4, 3.3)	0 50 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	Avis 08/11/2015	D	LQ Eaux en entrée avec es popologo popo	Substances à analyser	
COHV	Tétrachloroéthylène Tétrachlorure d	de 1276	Liste 1	××	××	AM 25/01/2010 AM 25/01/2010	5 5	5 5	sans objet sans objet	sans objet sans objet	우 -	Avis 08/11/2015 Avis 08/11/2015	o'o 0'2	1	××	
Pesticides Métaux	carbone Thiabendazole Titane (métal total)	1713	PSEE	. ××	× ×	AM 27/07/2015	i <u>5</u>	!			- 00	Avis 08/11/2015	5 6 5	0,2	< ×	
BTEX Organétains COHV	Toluène Tributylétain cation Trichloroéttylène Trichlorométhane	1278 2879 1286	SDP SDP	× × ×	× × ×	AM 27/07/2015 AM 25/01/2010 AM 25/01/2010	74 2 × 10 <sup>4</sup>	2 × 104	$1.5 \times 10^3$ sans objet	1,5 ×10³ sans objet	200 <b>(7)</b> 50 <b>(9)</b> 10	Avis 08/11/2015 Avis 08/11/2015 Avis 08/11/2015	0,02	0,02	××	
COHV	Inchloromethane (chloroforme) Triphénylétain cation	1135	85	××	× ×	AM 25/01/2010	2,5	2,5	sans objet	sans objet	10 50 (9)	Avis 08/11/2015 Avis 08/11/2015	1 0.02	, 0.04	×	
BTEX	Xyiènes (Somme o,m,p)		PSEE	×	×	AM 27/07/2015	<b>-</b> [				200 (7)	Avis 08/11/2015	. 8	,	×	
Métaux	Zinc (métal total)	1383	PSEE	×	×	AM 25/01/2010	7,8				100	Avis 08/11/2015	2	1	×	

(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 /1;</li>

- classe 2: 40 à < 50 mg CaCO3/1;</li>
- classe 3:50 à < 100 mg CaCO3/1;
- classe 4: 100 à < 200 mg CaCO3/1;</li>
- classe  $5 : \ge 200 \text{ mg CaCO}3/1$ .

(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 /1;</li>
- classe 2:40 à < 50 mg CaCO3/1;
- classe 3: 50 à < 100 mg CaCO3/1;
- classe 4: 100 à < 200 mg CaCO 3/1;
- classe  $5 : \ge 200 \text{ mg CaCO} 3/1$ .
- (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 Fributylétain 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 NP10E et du NP20E (somme des codes SANDRE 1958, 6366 et
- (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 OP10E et OP20E (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

vu pour être annexe à l'arrêté n° 127-2016 EA du 8 FEV. 2018

#### PREFECTURE DES B-D-R

Direction de la citoyenneté de la légalité et de l'environnement et par délégation La Secrétaire Générale Adjointe

Maxime AHRWEILLER

# ANNEXE 3: <u>Prescriptions techniques applicables aux opérations d'échantillonnage et</u> 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 ± 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	Nettoyage avec du détergent alcalin (type labwash)
labwash)	Nettoyage à l'eau déminéralisée acidifiée, la nature
Nettoyage à l'eau déminéralisée acidifiée (acide	de l'acide est du ressort du laboratoire (acide
acétique à 80 %, dilué au quart)	acétique, acide nitrique ou autre)
Rinçage à l'eau déminéralisée	Rinçage à l'eau déminéralisée
Rinçage au solvant de qualité pour analyse de	Rinçage au solvant de qualité pour analyse de
résidus uniquement pour les éléments en verre et	résidus uniquement pour les éléments en verre et en
en téflon (acétone ultrapur, par exemple)	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  $\pm$  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	<ul> <li>Fraction qui n'a subi aucun prétraitement pour les eaux de sortie de STEU</li> <li>Résultat agrégé pour les eaux d'entrée de STEU</li> </ul>

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 <sup>1</sup>
DBO <sub>5</sub>	1313	NF EN 1899-1 <sup>2</sup>
DCO	1314	NF T 90-101
ST-DCO	6396	ISO 15705 <sup>3</sup>
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 μg<sub>organoétaincation</sub> /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

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.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Dans le cas de teneurs basses, inférieures à 3 mg/l, la norme NF EN 1899-2 est utilisable.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> 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  $LQ_{eau\ brute\ agrégée}$ ) 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<sub>phase particulaire</sub> 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<sub>agrégée</sub>) 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<sub>eau brute agrégée</sub>). 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 (Cagrégée) :

Soient  $C_d$  la teneur mesurée dans la phase aqueuse en  $\mu g/L$  et  $C_p$  la teneur mesurée dans la phase particulaire en  $\mu g/kg$ .

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

 $LQ_{phase\ particulaire\ (\'equivalent)}\ (\mu g/L) = 10^{-6}\ x\ MES\ (mg/L)\ x\ LQ_{phase\ particulaire}\ (\mu g/kg)$ 

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

Si			Alors	Résult	at affiché
$C_d$	C <sub>p (équivalent)</sub>	Incertitude résultats MES	C <sub>agrégée</sub>	Résultat	Code remarque

< LQphase aqueuse	< LQphase particulaire (équivalent)		< LQ <sub>eau brute</sub>	LQ <sub>eau</sub> brute agrégée	10
$\geq$ $LQ_{ ext{phase aqueuse}}$	< LQphase particulaire (équivalent)		$C_d$	$C_d$	1
< LQ <sub>phase aqueuse</sub>	≥ LQphase particulaire (équivalent)	> LQ <sub>phase aqueuse</sub>	C <sub>p</sub> (équivalent)	C <sub>p (équivalent)</sub>	1
< LQphase aqueuse	≥ LQphase particulaire (équivalent)	$\leq$ $LQ_{phase\ aqueuse}$	C <sub>p (équivalent)</sub> + LQ <sub>phase aqueuse</sub>	C <sub>p (équivalent)</sub> + LQ <sub>phase aqueuse</sub>	1
$\geq$ $LQ_{ exttt{phase aqueuse}}$	≥ LQ <sub>phase particulaire</sub> (équivalent)		C <sub>d</sub> + C <sub>p (équivalent)</sub>	$C_d + C_{p  (\text{\'equivalent})}$	1

Dans la situation où un résultat est quantifié sur la phase particulaire ( $\geq$  LQ<sub>phase particulaire (équivalent)</sub>) et non quantifié sur la phase aqueuse (< LQ<sub>phase aqueuse</sub>), 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<sub>p (équivalent)</sub>).
- 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<sub>i</sub>: Concentration mesurée

C<sub>max</sub>: Concentration maximale mesurée dans l'année

CR<sub>i</sub>: Concentration Retenue pour les calculs

CMP: Concentration Moyenne Pondérée par les volumes journaliers

FMJ: flux moyen journalier FMA: flux moyen annuel

V<sub>i</sub>: volume journalier d'eau traitée rejeté au milieu le jour du prélèvement

V<sub>A</sub>: volume annuel d'eau traitée rejeté au milieu<sup>1</sup>

i : ième prélèvement

NOE-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  $C_i \ge LQ_{laboratoire}$ 

Flux journalier théorique admissible par le milieu = Débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale (QMNA<sub>5</sub>) 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  $C_i \ge LQ_{laboratoire}$  alors  $CR_i = C_i$ 

Calcul de la concentration moyenne pondérée par les volumes journaliers :

 $CMP = \sum CR_i V_i / \sum V_i$ 

à l'arrêté n° 127 - 2016 EA

Direction de la citoyenneté

de la légalité et de

l'environnement

PREFECTURE DES B-D-R

Pour le Préfet et par délégation La Secrétaire Générale Adjointe

41

Maxime AHRWEILLER

#### Calcul du flux moyen annuel:

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

#### Calcul du flux moyen journalier :

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

# Un micropolluant est significatif dans les eaux brutes si :

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

# Un micropolluant est significatif dans les eaux traitées si :

- $\checkmark$  Le <u>micropolluant</u> est quantifié au moins une fois ET
- ✓ CMP  $\geq$  10 x NQE-MA *OU*
- $\checkmark$  C<sub>max</sub>  $\geq$  NQE-CMA OU
- ✓ FMJ  $\geq$  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/CE², 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<sup>3</sup>.

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

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,
- 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 
$$C_{i \text{ Micropolluant}} < LQ_{laboratoire} \rightarrow CR_{i \text{ Micropolluant}} = 0$$

$$\begin{split} & CRi_{Famille} = \sum CR_{iMicropolluant} \\ & CMP_{Famille} = \sum CR_{iFamille}V_i \ / \ \sum V_i \\ & FMA_{Famille} = CMP_{Famille} \ x \ V_A \\ & FMJ_{Famille} = FMA_{Famille} \ / \ 365 \end{split}$$

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	
Dibutylétain cation	7074	0,02	0,51	50 (en tant que Sn
Monobutylétain cation	2542	0,02	0,68	total)
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<sub>Famille</sub>  $\geq$  50 x NQE-MA OU
- ✓  $C_{\text{maxFamille}} \ge 5 \text{ x NQE-CMA } OU$
- ✓ FMA<sub>Famille</sub> > Flux GEREP

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

 $\checkmark$  Au moins un micropolluant de la famille est quantifié une fois ET

- ✓  $CMP_{Famille} \ge 10 \text{ x NQE-MA } OU$
- $\checkmark$  C<sub>maxFamille</sub>  $\geq$  NQE-CMA OU
- ✓ FMJ<sub>Famille</sub>  $\geq$  0,1 x Flux journalier théorique admissible par le milieu OU
- ✓  $FMA_{Famille} \ge Flux GEREP OU$
- ✓ 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 et dans les eaux traitées en sortie de sTEU et dans les eaux traitées en sortie de sTEU et dans les eaux traitées en sortie de sTEU et dans les eaux traitées en sortie de sTEU et dans les eaux traitées en sortie de sTEU et dans les eaux traitées en sortie de sTEU et dans les eaux traitées en steur et dans les eaux et dans les ea</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  $(5 \pm 3)$ °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  $5\pm3$ °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	Nettoyage avec du détergent alcalin (type labwash)
labwash)	Nettoyage à l'eau déminéralisée acidifiée, la nature
Nettoyage à l'eau déminéralisée acidifiée (acide	de l'acide est du ressort du laboratoire (acide
acétique à 80 %, dilué au quart)	acétique, acide nitrique ou autre)
Rinçage à l'eau déminéralisée	Rinçage à l'eau déminéralisée
Rinçage au solvant de qualité pour analyse de	Rinçage au solvant de qualité pour analyse de
résidus uniquement pour les éléments en verre et	résidus uniquement pour les éléments en verre et en
en téflon (acétone ultrapur, par exemple)	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  $\pm$  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
		- Fraction qui n'a subi aucun
23	Eau Brute	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 <sup>4</sup>
DBO <sub>5</sub>	1313	NF EN 1899-1 <sup>5</sup>
DCO	1314	NF T 90-101
ST-DCO	6396	ISO 15705 <sup>6</sup>
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.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> 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.

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Dans le cas de teneurs basses, inférieures à 3 mg/l, la norme NF EN 1899-2 est utilisable.

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup> 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.

- Organoétains cation : une grande vigilance doit être portée sur ce point afin d'assurer que le résultat soit rendu en μg<sub>organoétaincation</sub> /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  $LQ_{phase\ aqueuse} + LQ_{phase\ particulaire}$ ) avec  $LQ_{eau\ brute\ agrégée} = LQ_{phase\ aqueuse} + LQ_{phase\ particulaire}$ 

La détermination de la LQ sur la phase particulaire de l'eau doit répondre aux mêmes exigences que sur les fractions liquides. La LQ<sub>phase particulaire</sub> 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<sub>agrégée</sub>) 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<sub>cau brute agrégée</sub>). 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 (Cagrégée):

Soient C<sub>d</sub> la teneur mesurée dans la phase aqueuse en μg/L et C<sub>p</sub> la teneur mesurée dans la phase particulaire en μg/kg.

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

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

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

	Si		Alors	Alors Résultat affiché		
$C_d$	C <sub>p (équivalent)</sub>	Incertitude résultats MES	C <sub>agrégée</sub>	Résultat	Code remarque	
< LQ <sub>phase aqueuse</sub>	< LQphase particulaire (équivalent)		< LQ <sub>eau</sub> brute	LQ <sub>cau brute agrégée</sub>	10	
$\geq$ $LQ_{ exttt{phase aqueuse}}$	< LQphase particulaire (équivalent)		$C_d$	C <sub>d</sub>	1	
< LQ <sub>phase aqueuse</sub>	$\geq$ $LQ_{ ext{phase particulaire}}$ (équivalent)	$>$ $ m LQ_{phaseaqueuse}$	C <sub>p (équivalent)</sub>	C <sub>p (équivalent)</sub>	1	
< LQ <sub>phase aqueuse</sub>	$\geq$ $LQ_{ ext{phase particulaire}}$ (équivalent)	$\leq$ $LQ_{ exttt{phase}}$ aqueuse	C <sub>p (équivalent)</sub> + LQ <sub>phase aqueuse</sub>	C <sub>p (équivalent)</sub> + LQ <sub>phase aqueuse</sub>	1	
$\geq$ LQ <sub>phase aqueuse</sub>	$\geq$ LQ <sub>phase particulaire</sub> (équivalent)		$C_d + C_{p  (\acute{e}quivalent)}$	$C_d + C_{p  (\acute{e}quivalent)}$	1	

Dans la situation où un résultat est quantifié sur la phase particulaire ( $\geq$  LQ<sub>phase particulaire</sub> (équivalent)) et non quantifié sur la phase aqueuse (< LQ<sub>phase aqueuse</sub>), 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<sub>p (équivalent)</sub>).
- 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.

vu pour être annexe à l'arrêté n°121-2016-EA du -8 FEV. 2018

# PREFECTURE DES B-D-R

Pour le Préfet et par délégation La Secrétaire Générale Adjointe

Direction de la citoyenneté de la légalité et de l'environnement

Maxime AHRWEILLER

# 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></pointmesure>		0	(1,N)			
<numeropoint Mesure&gt;</numeropoint 	sa_pmo	0	(1,1)	Caractère limité	10	Code point de mesure
<lbpointmesur e=""></lbpointmesur>	sa_pmo	О	(1,1)	Caractère limité	25	Libellé du point de mesure
<locglobalepo intMesure&gt;</locglobalepo 	sa_pmo	О	(1,1)	Caractère limité	4	Localisation globale du point de mesure (cf nomenclature de code Sandre 47)
<prlvt></prlvt>	Е	F	(0,N)	-		Structure de l'élément XML relatif à une analyse physicochimique ou microbiologique
<prlvt></prlvt>	i i de electrici	F	(0,N)			Prélèvement
<preleveur></preleveur>		F	(0,1)	-	-	Préleveur
<pre><cdintervenant d="[SIRET ou SANDRE]" schemeagencyi=""></cdintervenant></pre>	sa_int	О	(1,1)	Caractère limité	17	Code de l'intervenant
<dateprlvt></dateprlvt>	sa_pmo	О	(1,1)	Date	7944	date du prélèvement
<heureprel></heureprel>		O	(0,1)	Heure		L'heure du prélèvement est l'heure à laquelle doit débuter ou a débuté une opération de prélèvement
<duréeprel> <conformitepre< td=""><td></td><td>0</td><td>(0,1)</td><td>Texte</td><td>8</td><td>Durée du prélèvement, le format à appliquer étant hh:mm:ss (exemple : 99:00:00 pour 99 heures)  Conformité du</td></conformitepre<></duréeprel>		0	(0,1)	Texte	8	Durée du prélèvement, le format à appliquer étant hh:mm:ss (exemple : 99:00:00 pour 99 heures)  Conformité du
~Comomitte		U	(0,1)	Couc	Α	Comornic du

1>						prélèvement : Valeur/libellé : 0 : NON 1 : OUI
<accredprel></accredprel>		O	(0,1)	Code	1	Accréditation du prélèvement  Valeur/libellé:  1: prélèvement accrédité  2: prélèvement non accrédité
<support></support>	<b>-</b> 9	O	(1,1)	-	-	Support prélevé
<cdsupport></cdsupport>	sa_par	O	(1,1)	Caractère illimité	3	Code du support Valeurs fréquemment rencontrées Code/Libellé « 3 » : EAU
<analyse></analyse>	sa_pmo	F	(0,N)	-	=	Structure de l'élément XML relatif à une analyse physicochimique ou microbiologique
						mercereregique
<analyse></analyse>		F	(0,N)			
<analyse> <pre> <datereceptio- nechant=""></datereceptio-></pre></analyse>	-	F O	(0,N) (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)
<datereceptio-< td=""><td></td><td></td><td></td><td></td><td>-</td><td>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)  Heure à laquelle l'échantillon est pris en charge par le laboratoire pour y effectuer des analyses (format hh:mm:ss)</td></datereceptio-<>					-	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)  Heure à laquelle l'échantillon est pris en charge par le laboratoire pour y effectuer des analyses (format hh:mm:ss)
<datereceptio- nEchant&gt;</datereceptio- 	sa_pmo	О	(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)  Heure à laquelle l'échantillon est pris en charge par le laboratoire pour y effectuer des analyses (format hh:mm:ss)  Date de l'analyse (format YYYY-MM-JJ)
<datereceptio- nEchant&gt; <heurerecep- tionEchant&gt;</heurerecep- </datereceptio- 		0	(0,1)	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)  Heure à laquelle l'échantillon est pris en charge par le laboratoire pour y effectuer des analyses (format hh:mm:ss)  Date de l'analyse (format YYYY-

<cdremanalys< td=""><td>sa_pmo</td><td>О</td><td>(1,1)</td><td>Caractère limité</td><td>2</td><td>Code remarque de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 155)</td></cdremanalys<>	sa_pmo	О	(1,1)	Caractère limité	2	Code remarque de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 155)
<insituanalyse &gt;</insituanalyse 	sa_pmo	О	(1,1)	Caractère limité	1	Analyse in situ / en laboratoire (cf nomenclature de code Sandre 156) Code / Libellé: « 1 »: in situ « 2 »: en laboratoire
<statutrsanaly se=""></statutrsanaly>	sa_pmo	О	(1,1)	Caractère limité	1	Statut du résultat de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 461)
<qualrsanalys e&gt;</qualrsanalys 	sa_pmo	Ο	(1,1)	Caractère limité	1	Qualification de l'acquisition du résultat de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 414)
<pre><fractionanal ysee=""></fractionanal></pre>	sa_par	O	(1,1)	-	-	Fraction analysée du support
<cdfractionan alysee=""></cdfractionan>	sa_par	О	(1,1)	Caractère limité	3	Code Sandre de la fraction analysée
<methodeana></methodeana>	sa_par	О	(0,1)	-	_	Méthode d'analyse utilisée
<cdmethode></cdmethode>	sa_par	О	(1,1)	Caractère limité	5	Code Sandre de la méthode
<parametre></parametre>	sa_par	О	(1,1)	H	-	Paramètre analysé
<cdparametre></cdparametre>	sa_par	0	(1,1)	Caractère limité	5	Code Sandre du paramètre
<unitemesure></unitemesure>	sa_pmo	О	(1,1)	-	ш.	Unité de mesure
<cdunitemesur e&gt;</cdunitemesur 	sa_pmo	О	(1,1)	Caractère limité	5	Code Sandre de l'unité de référence
<laboratoire></laboratoire>	sa_pmo	O	(0,1)	-	-	Laboratoire
<pre><cdintervenant d="[SIRET ou SANDRE]" schemeagencyi=""></cdintervenant></pre>	sa_int	0	(1,1)	Caractère limité	17	Code de l'intervenant
<producteur></producteur>	sa_pmo	F	(0,1)	-	-	Producteur de l'analyse

				1		1
<pre><cdintervenant d="[SIRET ou SANDRE]" schemeagencyi=""></cdintervenant></pre>	sa_int	O	(1,1)	Caractère limité	17	Code de l'intervenant
<finaliteanalys< td=""><td>sa_pmo</td><td>О</td><td>(1,1)</td><td>Caractère limité</td><td>2</td><td>Finalité de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 344)</td></finaliteanalys<>	sa_pmo	О	(1,1)	Caractère limité	2	Finalité de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 344)
<lqana></lqana>	sa_pmo	О	(0,1)	Numériq ue	-	Limite de quantification
<accreana></accreana>	sa_pmo	Ο	(0,1)	Caractère limité	1	Accréditation de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 299)
<agreana></agreana>		O	(0,1)	Caractère limité	1	Agrément de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre)
<comana></comana>	sa_pmo	F	(0,1)	Caractère illimité		Commentaires sur l'analyse
<incertana></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.