

Annexe 1 : Liste des micropolluants à mesurer lors de la campagne de recherche en fonction de la matrice (eaux traitées ou eaux brutes)

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

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

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

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

- classe 1 : < 40 mg CaCO₃ /l ;

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

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

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

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

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

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

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

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

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

(9) La valeur de flux GEREP indiquée de 50 kg/an est valable pour la somme des masses de Dibutylétain cation, de Monobutylétain cation, de Triphénylétain cation et de Tributylétain cation (somme des codes SANDRE 2542, 2879, 6372 et 7074).

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

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

(12) La valeur de flux GEREP indiquée de 0,1 kg/an est valable pour la somme des masses de PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153, 180 (somme des codes SANDRE 1239, 1241, 1242, 1243, 1244, 1245, 1246).

ANNEXE 2 : Prescriptions techniques applicables aux opérations d'échantillonnage et d'analyses dans les eaux brutes en entrée de STEU et dans les eaux traitées en sortie de STEU

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

1. Echantillonnage

1.1 Dispositions générales

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

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

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

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

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

Ces éléments sont à transmettre aux services de police de l'eau en amont du début de la campagne de recherche.

Ces exigences sont considérées comme respectées pour un organisme accrédité.

1.2 Opérations d'échantillonnage

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

- la norme NF EN ISO 5667-3 « Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 3 : Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau » ;
- le guide FD T90-524 « Contrôle Qualité - Contrôle qualité pour l'échantillonnage et la conservation des eaux » ;
- le guide FD T 90-523-2 « Qualité de l'eau - Guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement - Prélèvement d'eau résiduaire » ;
- le Guide technique opérationnel AQUAREF (2011) « Pratiques d'échantillonnage et de conditionnement en vue de la recherche de micropolluants émergents et prioritaires en assainissement collectif et industriel » accessible sur le site AQUAREF (<http://www.aquaref.fr>).

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

1.3 Opérateurs d'échantillonnage

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

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

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

1.4 Conditions générales de l'échantillonnage

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

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

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

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

- Matériel de réfrigération (enceintes et blocs eutectiques) ayant la capacité de maintenir une température de transport de $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$.

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

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

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

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

1.5 Mesure de débit en continu

La mesure de débit s'effectuera en continu sur une période horaire de 24 heures, suivant les normes en vigueur figurant dans le FD T90-523-2 et/ou le guide technique opérationnel AQUAREF (2011) et les prescriptions techniques des constructeurs des systèmes de mesure.

Afin de s'assurer de la qualité de fonctionnement de ces systèmes de mesure, des contrôles métrologiques périodiques devront être effectués par des organismes accrédités, se traduisant par :

- pour les systèmes en écoulement à surface libre :
 - un contrôle de la conformité de l'organe de mesure (seuil, canal jaugeur, venturi, déversoir, etc.) vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs ;
 - un contrôle de fonctionnement du débitmètre en place par une mesure comparative réalisée à l'aide d'un autre débitmètre.
- pour les systèmes en écoulement en charge :
 - un contrôle de la conformité de l'installation vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs ;
 - un contrôle de fonctionnement du débitmètre par mesure comparative exercée sur site (autre débitmètre, jaugeage, etc.) ou par une vérification effectuée sur un banc de mesure au sein d'un laboratoire accrédité.

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

1.6 Echantillonnage continu sur 24 heures à température contrôlée

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

Les échantillonneurs qui devront être utilisés seront des échantillonneurs réfrigérés monoflacons fixes ou portatifs, constituant un seul échantillon moyen sur toute la période considérée. La température du groupe froid de l'échantillonneur devra être à $5\pm 3^{\circ}\text{C}$.

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

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

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

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

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

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

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

- justesse et répétabilité du volume unitaire prélevé (écart toléré entre volume théorique et réel 5 %) ;
- vitesse de circulation de l'effluent dans les tuyaux supérieure ou égale à 0,5 m/s.

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

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

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

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

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

1.7 Echantillon

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

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

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

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

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

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

1.8 Blancs d'échantillonnage

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

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

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

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

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

2. Analyses

2.1 Dispositions générales

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

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

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

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

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

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

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

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

2.2 Prise en charge des échantillons

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

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

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

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

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

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

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

- le résultat agrégé des 2 phases (en $\mu\text{g/L}$) ;
- le résultat obtenu pour la phase aqueuse (en $\mu\text{g/L}$) ;
- le résultat obtenu pour la phase particulaire (en $\mu\text{g/kg}$).

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

2.3 Paramètres de suivi habituel de la STEU

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

Les paramètres de suivi habituels de la STEU à analyser sont :

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

- les MES (matières en suspension).

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

Paramètre à analyser	Code SANDRE	Norme de référence
Matières en suspension totales (MES)	1305	NF EN 872 ¹
DBO ₅	1313	NF EN 1899-1 ²
DCO	1314	NF T 90-101
ST-DCO	6396	ISO 15705 ³
Carbone organique (COT)	1841, support 23 (eau brute non filtrée)	NF EN 1484

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

2.4 Les métaux

Dans le cas des métaux hors mercure, l'analyse demandée est une détermination de la concentration en métal total contenu dans l'eau brute (aucune séparation), obtenue après digestion de l'échantillon selon la norme suivante : norme ISO 15587-1 « Qualité de l'eau – Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau – Partie 1 : digestion à l'eau régale ».

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

2.5 Les micropolluants organiques

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

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

2.6 Les blancs analytiques

¹ En cas de colmatage, c'est-à-dire pour une durée de filtration supérieure à 30 minutes, la norme NF T 90-105-2 est utilisable.

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

³ Il convient que le prestataire d'analyse s'assure que la mesure a été faite avec un réactif dont la plage d'utilisation correspond exactement à la valeur mesurée. Cette vérification doit être rapportée avec le résultat de mesure.

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

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

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

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

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

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

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

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

Protocole de calcul de la concentration agrégée ($C_{\text{agrégée}}$) :

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

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

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

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

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

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

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

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

- si l'incertitude sur la phase particulaire est supérieure à la LQ de la phase aqueuse, alors le résultat affiché correspond à celui mesuré sur la phase particulaire (C_p (équivalent)).
- si l'incertitude de la phase 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 3 – Règles de calcul pour déterminer si un micropolluant ou une famille de micropolluants est significatif dans les eaux brutes ou les eaux traitées

Les calculs présentés ci-après sont ceux à réaliser pour déterminer si un micropolluant ou une famille de micropolluants est significativement présent 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 II**. Ce document est à jour à la date de publication de la présente note technique.

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

C_i : Concentration mesurée

C_{max} : Concentration maximale mesurée dans l'année

CR_i : Concentration Retenue pour les calculs

CMP : Concentration Moyenne Pondérée par les débits

FMJ : flux moyen journalier

FMA : flux moyen annuel

V_i : volume journalier d'eau traitée rejeté au milieu le jour du prélèvement

V_A : volume annuel d'eau traitée rejeté au milieu⁴

i : $i^{\text{ème}}$ prélèvement

NQE-MA : norme de qualité environnementale exprimée en valeur moyenne annuelle

NQE-CMA : norme de qualité environnementale exprimée en concentration maximale admissible

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

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

Dans cette partie on considèrera :

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

Calcul de la concentration moyenne pondérée par les débits :

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

Calcul du flux moyen annuel :

- Si le micropolluant est quantifié au moins une fois (au moins une $CB \geq LQ_{\text{laboratoire}}$) :
 $FMA = CMP \times V_A$
- Si le micropolluant n'est jamais quantifié :
 $FMA = 0$.

Calcul du flux moyen journalier :

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

Un micropolluant est significatif dans les eaux brutes si :

- Le micropolluant est quantifié au moins une fois **ET**

⁴ Lorsque les analyses sont réalisées sur deux années civiles consécutives, calcul du volume annuel par cumul des volumes journaliers rejetés entre la date de réalisation du dernier prélèvement et les 364 journées précédentes.

- $CMP \geq 50 \times NQE-MA$ **OU**
- $C_{max} \geq 5 \times NQE-CMA$ **OU**
- $FMA \geq \text{Flux GEREP annuel}$

Un micropolluant est significatif dans les eaux traitées si :

- Le micropolluant est quantifié au moins une fois **ET**
- $CMP \geq 10 \times NQE-MA$ **OU**
- $C_{max} \geq NQE-CMA$ **OU**
- $FMJ \geq 0,1 \times \text{Flux journalier théorique admissible par le milieu}$ **OU**
- $FMA \geq \text{Flux GEREP annuel}$ **OU**
- La masse d'eau dans laquelle les eaux traitées sont rejetées est déclassée pour la substance considérée.

Avec :

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

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 QA/QC⁵, 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 2015⁶.

2.2 Cas où le flux GEREP est défini pour une famille

Il s'agit des familles suivantes :

- 1- HAP : somme de Benzo (k) fluoranthène, Indeno(1,2,3-cd)pyrène, Benzo(a)pyrène, Benzo (b) fluoranthène,
- 2- BTEX : somme de benzène, toluène, éthylbenzène et de xylènes,
- 3- Composés organostanniques (en tant que Sn total) : somme de Dibutylétain cation, Monobutylétain cation, Triphénylétain cation, Tributylétain cation,
- 4- Nonylphénols et éthoxylates de nonylphénol (NP/ NPE),

⁵ DIRECTIVE 2009/90/CE DE LA COMMISSION du 31 juillet 2009 établissant, conformément à la directive 2000/60/CE du Parlement européen et du Conseil, des spécifications techniques pour l'analyse chimique et la surveillance de l'état des eaux – JOUE L 201 du 01/08/2009

⁶ 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 En cas de colmatage, c'est à dire pour une durée de filtration supérieure à 30 minutes, la norme NF T 90-105-2 est utilisable.

- 5- Octylphénols et éthoxylates d'octylphénol,
- 6- Diphényléthers bromés : pour le flux annuel, somme de penta-BDE (BDE 28, 47, 99, 100, 153, 154), octa-BDE (BDE 183) et déca-BDE (BDE 209).

2.3 Calculs à appliquer pour ces familles de micropolluants

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

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

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

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

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

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

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

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

2.4 Une famille est significative dans les eaux brutes si :

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

2.5 Une famille est significative dans les eaux traitées si :

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

ANNEXE 4 : Règles de transmission des données d'analyse

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

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

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

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