

Direction départementale des territoires et de la mer du Nord  
Service eau nature et territoires - unité police de l'eau

## **Arrêté préfectoral spécifique relatif à la recherche de micropolluants et à leur réduction**

### **Agglomération d'assainissement de : Beuvrages**

Le préfet de la région Hauts-de-France  
préfet du Nord

Vu la directive n° 2000/60/CE du 23 octobre 2000 établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau ;

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

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

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

Vu le décret 2004-374 du 29 avril 2004 modifié relatif aux pouvoirs des préfets, à l'organisation et à l'action des services de l'État dans les régions et départements ;

Vu le décret du 30 juin 2021 nommant monsieur Georges-François LECLERC, préfet de la région Hauts-de-France, préfet de la zone de défense et de sécurité Nord, préfet du Nord ;

Vu le décret du 16 mai 2022 nommant madame Fabienne DECOTTIGNIES, secrétaire générale de la préfecture du Nord ;

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

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

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

Vu l'arrêté préfectoral de bassin du 21 mars 2022 portant approbation du schéma directeur d'aménagement et de gestion des eaux (SDAGE) du bassin Artois-Picardie pour la période 2016-2021 et arrêtant le programme pluriannuel de mesures, abrogeant l'arrêté du 23 novembre 2015 ;

Vu l'arrêté préfectoral du 7 février 2023 portant délégation de signature à madame Fabienne DECOTTIGNIES, secrétaire générale de la préfecture du Nord ;

Vu l'état des lieux du bassin Artois-Picardie de décembre 2019, et notamment le risque de non atteinte du bon état chimique de certaines masses d'eau pour certaines substances ;

Vu la note technique du 29 septembre 2020 relative aux objectifs nationaux de réduction à 2021 des émissions, rejets et pertes de substances dangereuses dans les eaux de surface et à leur déclinaison dans les SDAGE 2022-2027 ;

Vu la note technique du 24 mars 2022 relative à la recherche de micropolluants dans les eaux brutes et dans les eaux usées traitées de stations de traitement des eaux usées et à leur réduction ;

Vu le courriel de la direction départementale des territoires et de la mer du Nord adressé à la communauté d'agglomération de Valenciennes métropole (CAVM) le 06 mai 2022 et relatif à la liste des substances à rechercher ;

Vu l'absence de réponse en retour ;

Vu le courrier de la direction départementale des territoires et de la mer du Nord adressé à la communauté d'agglomération de Valenciennes métropole le 30 mai 2022 et confirmant les substances à rechercher ;

Vu la demande d'avis au pétitionnaire sur le présent projet d'arrêté préfectoral en date du 13 janvier 2023 ;

Vu l'absence de réponse de la communauté d'agglomération de Valenciennes métropole en retour ;

Vu le rapport du directeur départemental des territoires et de la mer en date du 15 mars 2023 ;

Considérant que la communauté d'agglomération de Valenciennes métropole est devenue maître d'ouvrage de l'agglomération d'assainissement de Beuvrages au 1<sup>er</sup> janvier 2021, suite à la dissolution du syndicat intercommunal d'assainissement de Beuvrages (SIARB) ;

Considérant la nécessité de compléter la phase de recherche des micropolluants par une nouvelle campagne de mesures et, le cas échéant par une phase de diagnostic à l'amont des stations de traitements des eaux usées (STEU) qui permet une meilleure compréhension des sources d'émissions et une identification des actions de réduction pertinentes ;

Sur proposition du directeur départemental des territoires et de la mer du Nord ;

## **ARRETE**

### **Article 1 : objet : campagne de recherche de la présence de micropolluants**

La communauté d'agglomération de Valenciennes métropole met en place en 2023, pour l'agglomération d'assainissement de Beuvrages, 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.

### **Article 2 : calendrier de la campagne de recherche de la présence de micropolluants**

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 sont échelonnées autant que faire se peut sur une année complète et sur les jours de la semaine.

La campagne suivante doit débuter dans le courant de l'année 2028. Les campagnes suivantes ont lieu en 2034 puis tous les 6 ans.

Un calendrier prévisionnel est transmis au service police de l'eau de la direction départementale des territoires et de la mer du Nord et à l'agence de l'eau avant la première intervention.

### **Article 3 : recherche dans les eaux brutes et dans les eaux traitées**

La communauté d'agglomération de Valenciennes métropole procède ou fait 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 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 dans les eaux rejetées par la station au milieu naturel.

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 des macropolluants sont reprises pour la reconstruction d'un résultat global pour le point réglementaire A3 d'une part et pour le point réglementaire A4 d'autre part.

Les mesures dans les eaux brutes et dans les eaux traitées sont réalisées le même jour.

La liste de micropolluants à mesurer se trouve en première partie de l'annexe 2.

Cette liste est identique à la liste établie dans le cadre de la note technique du 12 août 2016 et annexée à l'arrêté préfectoral du 13 juillet 2017

La communauté d'agglomération de Valenciennes métropole analyse le même jour les paramètres de suivi habituels de la station de traitement des eaux usées repris en seconde partie de l'annexe 2. Ils permettent de vérifier la représentativité de l'effluent le jour de la mesure.

#### **Article 4 : recherche dans les eaux traitées**

La troisième partie de l'annexe 2 reprend, par masse d'eau, la liste des substances considérées comme polluants spécifiques de l'état écologique.

L'agglomération d'assainissement mentionnée est concernée par une telle liste, la communauté d'agglomération de Valenciennes métropole procède ou fait procéder en sortie de station d'épuration (point A4) à une série de 6 mesures de ces substances.

L'évaluation du critère de significativité ne s'applique pas sur ces substances. Elles ne sont donc pas concernées par la démarche de diagnostic vers l'amont.

#### **Article 5 : 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, sont considérés comme significatifs les micropolluants présentant, à l'issue de la campagne de recherche, l'une des caractéristiques suivantes :

Eaux brutes en entrée de la station :

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

Eaux traitées en sortie de la station :

- la moyenne pondérée des concentrations mesurées pour le micropolluant est supérieure à 10xNQE-MA ;
- la concentration maximale mesurée est supérieure à NQE-CMA ;
- le flux moyen journalier pour le micropolluant est supérieur à 10% du flux journalier théorique admissible par le milieu récepteur (le flux journalier admissible étant calculé à partir du produit du débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale sèche (QMNA5) – ou, par défaut, d'un débit d'étiage de référence estimant le QMNA5 défini en concertation avec le maître d'ouvrage - et de la NQE-MA conformément aux explications ci-avant). <Cette condition ne s'applique pas dans le cas particulier de rejets en eaux côtières ou en milieu marin => à enlever si la station considérée est dans ce cas> ;
- les flux annuels estimés sont supérieurs aux seuils de déclaration dans l'eau prévus par l'arrêté du 31 janvier 2008 modifié (seuil Gerep) ;
- le micropolluant est déclassant pour la masse d'eau dans laquelle rejette la station de traitements des eaux usées (STEU), sur la base de l'état chimique et écologique de l'eau le plus récent, sauf dans le cas des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP). Le service de police de l'eau de la direction départementale des territoires et de la mer du Nord indique au maître d'ouvrage de la station de traitements des eaux usées (STEU) quels sont les micropolluants qui déclassent la masse d'eau.

- le micropolluant est déclassant pour la ou les masse(s) d'eau dans la(les)quelle(s) rejettent les déversoirs d'orage du réseau d'assainissement associé à la station de traitements des eaux usées (STEU), sur la base de l'état chimique et écologique de l'eau le plus récent, sauf dans le cas des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP). Le service de police de l'eau de la direction départementale des territoires et de la mer du Nord indique au maître d'ouvrage de la station de traitements des eaux usées (STEU) quels sont les polluants qui déclassent la (les) masse(s) d'eau.

Le débit mensuel d'étiage de fréquence quinquennale sèche (QMNA5) à prendre en compte pour les calculs ci-dessus est précisé dans le tableau en annexe 1.

La dureté de l'eau du milieu récepteur étant > 200 mg CaCo<sub>3</sub>/L sur l'ensemble du bassin Artois-Picardie, il est pris en compte la classe 5 pour la détermination des valeurs du NQE-CMA du cadmium et ses composés.

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.

### **Article 6 : analyse, transmission et représentativité des données**

L'ensemble des mesures de micropolluants prévues à l'article 1 est réalisée 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 1 de l'annexe 2. Il y a deux colonnes indiquant les limites de quantification à considérer dans ce tableau :

- 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.

Les limites de quantification minimales à respecter pour les substances pertinentes à surveiller sont indiquées dans le tableau 3 de l'annexe 2.

La communauté d'agglomération de Valenciennes métropole transmet 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 modifié, qui comprend l'ensemble des résultats des mesures indiquées ci-avant réalisées sur l'année. Ce rapport doit permettre, chaque année concernée, de vérifier le respect des prescriptions analytiques prévues par l'annexe 3 du présent arrêté.

L'année de fin de campagne de recherche, ce rapport synthétise en outre :

- les micropolluants qui ont été identifiés comme présents en quantité significative ;
- les substances détectées pour lesquelles la masse d'eau superficielle dans laquelle l'agglomération d'assainissement se rejette présente un risque de non atteinte du bon état chimique.

## Article 7 : diagnostic vers l'amont à réaliser suite à la campagne de recherche 2023

La communauté d'agglomération de Valenciennes métropole débute un diagnostic vers l'amont, en application de l'article 13 de l'arrêté du 21 juillet 2015 modifié, si, à l'issue de la campagne de recherche de micropolluants 2023, certains micropolluants sont identifiés comme significatifs.

Le diagnostic vers l'amont doit débiter dans l'année qui suit la campagne de recherche.

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 peut être réalisé en considérant l'ensemble des micropolluants pour lesquels des analyses ont été effectuées. A minima, il est 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.

Dans le cas où la communauté d'agglomération de Valenciennes métropole n'est pas l'unique maître d'ouvrage du système de collecte en amont de la station de traitement des eaux usées, le ou les maîtres d'ouvrage concernés contribuent au diagnostic. La communauté d'agglomération de Valenciennes métropole les informe de son calendrier et du type de diagnostic qu'ils doivent réaliser.

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.

Le rapport final et global du diagnostic doit être transmis, par la communauté d'agglomération de Valenciennes métropole, au service chargé de la police de l'eau, au service eau et nature de la DREAL, et à l'agence de l'eau le 31 décembre 2024 au plus tard.

La communauté d'agglomération de Valenciennes métropole transmet une copie du présent arrêté aux maîtres d'ouvrage du système de collecte en amont de la station de traitement des eaux usées.

#### **Article 8 : diagnostic vers l'amont complémentaire à réaliser suite à une nouvelle campagne de recherche**

Un diagnostic complémentaire est réalisé dès que de nouveaux micropolluants ont été identifiés comme significatifs à l'issue d'une campagne de recherche, au sens de l'article 2, et n'ont pas encore fait l'objet d'un diagnostic.

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

Si des micropolluants ayant déjà fait l'objet d'un diagnostic sont de nouveau retrouvés, le diagnostic n'est pas obligatoire mais un plan d'actions doit être présenté.

Un diagnostic complémentaire doit être réalisé dans les mêmes conditions suite aux campagnes de recherche des années 2028 et suivantes. Le rapport final du diagnostic complémentaire doit être transmis, au service chargé de la police de l'eau et à l'agence de l'eau, au plus tard au 31 décembre de l'année A+2, A étant l'année de démarrage de la campagne concernée.

#### **Article 9 : droit des tiers**

Les droits des tiers sont et demeurent expressément réservés.

#### **Article 10 : autres réglementations**

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

#### **Article 11 : publication**

Le présent arrêté est publié sur le site internet des services de l'État dans le Nord et au recueil des actes administratifs de la préfecture du Nord. Une copie du présent arrêté est adressée, par la direction départementale des territoires et de la mer du Nord, au président de la communauté d'agglomération de Valenciennes métropole, au sous-préfet de l'arrondissement de Valenciennes, au directeur général de l'agence de l'eau Artois-Picardie, au directeur de la DREAL – service eau et nature et au directeur de l'ARS Hauts-de-France.

## Article 12 : abrogation

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

## Article 13 : recours

Le présent arrêté est susceptible de recours devant le tribunal administratif de Lille, 5 rue Geoffroy Saint-Hilaire CS 62039 – 59014 cedex Lille, par le bénéficiaire de la présente décision dans un délai de deux mois suivant sa notification, et par les tiers dans un délai de deux mois suivant sa publication sur le site internet des services de l'État du Nord.

Le tribunal administratif peut être saisi par l'application « télérecours citoyen » sur le site [www.telerecours.fr](http://www.telerecours.fr).

## Article 14 : exécution et diffusion de l'arrêté

La secrétaire générale de la préfecture du Nord et le directeur départemental des territoires et de la mer du Nord sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté.

Fait à Lille, le **27 MARS 2023**

Pour le préfet et par délégation,  
la secrétaire générale



Fabienne DECOTTIGNIES

Annexe 1 : obligations réglementaires pour les agglomérations d'assainissement de la communauté d'agglomération de Valenciennes métropole.

Annexe 2 : liste des paramètres de suivi habituels et des micropolluants à mesurer lors de la campagne de recherche en fonction de la matrice (eaux traitées ou eaux brutes).

Annexe 3 : prescriptions techniques applicables aux opérations d'échantillonnage et d'analyses dans les eaux brutes en entrée de station de traitement des eaux usées et dans les eaux traitées en sortie de station de traitement des eaux usées.

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.

Annexe 5 : règles de transmission des données d'analyse.

## ANNEXE 1 :

Obligations réglementaires pour l'agglomération d'assainissement de Beuvrages.  
Communauté d'Agglomération de Valenciennes Métropole.

<i>Agglomération d'assainissement</i>	<i>Masse d'eau impactée</i>	<i>Substances déclassantes de la masse d'eau</i>	<i>QMNA5 (m3/s)</i>
Beuvrages	AR20	Fluoranthène PFOS	4

Vu pour être annexé à mon arrêté  
en date du .....**27 MARS 2023**.....

Pour le préfet et par délégation,  
La secrétaire générale



Fabienne DECOTTIGNIES



**ANNEXE 2 :**

**Liste des paramètres de suivi habituels et des micropolluants à mesurer lors de la campagne de recherche en fonction de la matrice (eaux traitées ou eaux brutes).**

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

**Vu pour être annexé à mon arrêté  
en date du ..... 27 MARS 2023**

**Pour le préfet et par délégation,  
La secrétaire générale**



**Fabienne DECOTTIGNIES**



Famille	Substances	Code Sandre	Classement	Substance à rechercher en entrée de station	Substance à rechercher en sortie de station	NQE					Flux GERP annuel (kg/an)	LQ			Analyses eaux en entrée si taux MES>250mg	
						NQE MA Eaux de surface inférieures (µg/l)	NQE MA Autres Eaux de surface (µg/l)	NQE CMA Eaux de surface inférieures (µg/l)	NQE CMA Autres Eaux de surface (µg/l)	Texte de référence pour la NQE		Texte de référence pour LQ	LQ Eau en sorte & eaux en entrée sans séparation des fractions (µg/l)	LQ Eau en entrée avec séparation des fractions (µg/l)		Substances à analyser sans séparation des fractions
Métaux	Cadmium	1388	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	≤ 0,08 (classe 1) 0,08 (classe 2) 0,09 (classe 3) 0,15 (classe 4) 0,25 (classe 5)	0,2 (5)	≤ 0,45 (classe 1) 0,45 (classe 2) 0,6 (classe 3) 0,9 (classe 4) 1,5 (classe 5)	≤ 0,45 (classe 1) 0,45 (classe 2) 0,6 (classe 3) 0,9 (classe 4) 1,5 (classe 5)	1	Avis du 21/08/2019	1	x	x	
Autres	Chloroalcane C10-C13	1955	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	0,4	0,4	1,4	1,4	1	Avis du 21/08/2019	5	10	x	x
Pesticides	Chlorprophame	1474	Etat écotoxique ESU	x	x	AM du 27/07/2015	4						0,1	0,2	x	x
Pesticides	Chlorotoluron	1136	Etat écotoxique ESU	x	x	AM du 27/07/2015	0,1					Avis du 21/08/2019	0,05	0,05	x	x
Métaux	Chrome	1389	Etat écotoxique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	3,4				50	Avis du 21/08/2019	5	/	x	x
Métaux	Cobalt	1379	Autres substances RSDE2	x	x		Néant				40	Avis du 21/08/2019	3	/	x	x
Métaux	Cuivre	1392	Etat écotoxique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	1				50	Avis du 21/08/2019	5	/	x	x
Pesticides	Cybutryne	1935	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	0,0025	0,0025	0,016	0,016			0,025	0,05	x	x
Pesticides	Cyperméthrine	1140	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	8 x 10 <sup>-5</sup>	8 x 10 <sup>-6</sup>	6 x 10 <sup>-4</sup>	6 x 10 <sup>-5</sup>			0,02	0,04	x	x
Pesticides	Cyprodinil	1359	Etat écotoxique ESU	x	x	AM du 27/07/2015	0,026						0,05	0,1	x	x
Autres	Di(2-éthylhexyl)phthalate (DEHP)	6616	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	1,3	1,3	sans objet	sans objet	1	Avis du 21/08/2019	1	2	x	x
Organétoins	Dibutylétiacation	7074	Autres substances RSDE2	x	x	AM du 25/01/2010					50 (9)	Avis du 21/08/2019	0,02	0,04	x	x
COHV	Dichlorométhane	1168	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	20	20	sans objet	sans objet	10	Avis du 21/08/2019	5	/	x	x
Pesticides	Dichlorvos	1170	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	6 x 10 <sup>-4</sup>	6 x 10 <sup>-5</sup>	7 x 10 <sup>-4</sup>	7 x 10 <sup>-5</sup>			0,05	0,1	x	x
Pesticides	Dicofof	1172	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	1,3 x 10 <sup>-3</sup>	3,2 x 10 <sup>-5</sup>	sans objet	sans objet			0,05	0,1	x	x
Pesticides	Diméthicanil	1814	Etat écotoxique ESU	x	x	AM du 27/07/2015	0,01						0,05	0,1	x	x
Pesticides	Diuron	1177	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	0,2	0,2	1,8	1,8	1	Avis du 21/08/2019	0,05	0,05	x	x
BTEX	Ethylbenzène	1497	Autres substances RSDE2	x	x						200 (7)	Avis du 21/08/2019	1	/	x	x
HAP	Fluoranthène	1191	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	0,0063	0,0063	0,12	0,12	1	Avis du 21/08/2019	0,01	0,01	x	x
Pesticides	Glyphosate	1506	Etat écotoxique ESU	x	x	AM du 27/07/2015	28						0,1	0,2	x	x
Pesticides	Heptachlore	1197	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	2x10 <sup>-2</sup>	1 x 10 <sup>-8</sup> (2)	3 x 10 <sup>-4</sup> (2)	3 x 10 <sup>-5</sup> (2)	1	Avis du 21/08/2019	0,02	0,04	x	x

Famille	Substances	Code Sandre	Classement	Substance à rechercher en entrée de st	Substance à rechercher en sortie de st	NOE					Flux GERP annuel (kg/an)	LQ			Analyses eaux en entrée si taux MES>250mg	
						Texte de référence pour la NOE	NQE MA Eaux de surface inférieures (µg/l)	NQE MA Autres Eaux de surface (µg/l)	NQE CMA Eaux de surface inférieures (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)	Séparation des fractions	Substances recommandées pour analyse avec séparation des fractions
Pesticides	Heptachlore epoxide (exo)	1748	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	2 x 10 <sup>-12</sup>	1 x 10 <sup>-8</sup>	3 x 10 <sup>-4</sup>	3 x 10 <sup>-6</sup>		0,04	0,02	x		
Autres	Hexabromocyclododecane (HBCDD)	7128	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	0,0016	0,0008	0,5	0,05		0,1	0,05	x		
Chlorobenzènes	Hexachlorobenzène	1199	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010			0,05	0,05	1	0,02	0,01	x		
COHV ou autres	Hexachlorobuta diène	1652	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010			0,6	0,6	1	0,5	0,5	x		
Pesticides	Imidaclopride	1877	Etat écologique ESU	x	x	AM du 27/07/2015	0,2 (13)					0,1	0,05	x		
HAP	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	1204	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010			sans objet	sans objet	5 (8)	0,01	0,005	x		
Pesticides	Iprodione	1206	Etat écologique ESU	x	x	AM du 27/07/2015	0,35					0,2	0,1	x		
Pesticides	Isoproturon	1208	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	0,3	0,3	1	1	1	0,05	0,05	x		
Métaux	Mercure (métal total)	1387	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010			0,07 (3)	0,07 (3)	1	/	0,2	x		
Pesticides	Méthaldéhyde	1796	Etat écologique ESU	x	x	AM du 27/07/2015	60,6					0,1	0,1	x		
Pesticides	Métazachlore	1670	Etat écologique ESU	x	x	AM du 27/07/2015	0,019 (13)					0,1	0,05	x		
Organétoins	Monobutylétain cation	2542	Autres substances RSDE 2	x	x						50 (9)	0,04	0,02	x		
HAP	Naphtalène	1517	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	2	2	130	130	10	0,05	0,05	x		
Métaux	Nickel (métal total)	1386	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	4 (3)	8,6 (3)	34 (3)	34 (3)	20	/	5	x		
Pesticides	Nicosulfuron	1882	Etat écologique ESU	x	x	AM du 27/07/2015	0,035 (13)					0,1	0,05	x		
Alkylphénols	Nonylphénols	1958	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	0,3	0,3	2	2	1 (10)	0,5	0,5	x		
Alkylphénols	NP1OE	6366	Autres substances RSDE 2	x	x						1 (10)	0,1	0,1	x		
Alkylphénols	NP2OE	6369	Autres substances RSDE 2	x	x						1 (10)	0,1	0,1	x		
Alkylphénols	Octylphénols	1959	Etat chimique ESU	x	x	AM du 25/01/2010	0,1	0,01	sans objet	sans objet	1 (11)	0,2	0,1	x		
Alkylphénols	OP1OE	6370	Autres substances RSDE 2	x	x						1 (11)	0,2	0,1	x		
Alkylphénols	OP2OE	6371	Autres substances RSDE 2	x	x						1 (11)	0,2	0,1	x		
Pesticides	Oxadiazon	1667	Etat écologique ESU	x	x	AM du 27/07/2015	0,09					0,05	0,03	x		

Famille	Substances	Code Sandre	Classement	Substance à rechercher en entrée de st	Substance à rechercher en sortie de st	NQE					Flux GERP annuel (kg/an)	LQ			Analyses eaux en entrée si taux MES>250mg	
						NQE MA Eaux de surface inférieures (µg/l)	NQE MA Autres Eaux de surface (µg/l)	NQE CMA Eaux de surface inférieures (µg/l)	NQE CMA Autres Eaux de surface (µg/l)	Texte de référence pour la NQ		NQE MA Eaux de surface inférieures (µg/l)	NQE MA Autres Eaux de surface (µg/l)	NQE CMA Eaux de surface inférieures (µg/l)	NQE CMA Autres Eaux de surface (µg/l)	Texte de référence pour LQ
PCB	PCB 028	1239	Etat écologique ESU	x	x						0,1 (12)	Avis du 21/08/2019	0,005	0,01	x	
PCB	PCB 052	1241	Etat écologique ESU	x	x						0,1 (12)	Avis du 21/08/2019	0,005	0,01	x	
PCB	PCB 101	1242	Etat écologique ESU	x	x						0,1 (12)	Avis du 21/08/2019	0,005	0,01	x	
PCB	PCB 118	1243	Etat écologique ESU	x	x						0,1 (12)	Avis du 21/08/2019	0,005	0,01	x	
PCB	PCB 138	1244	Etat écologique ESU	x	x						0,1 (12)	Avis du 21/08/2019	0,005	0,01	x	
PCB	PCB 153	1245	Etat écologique ESU	x	x						0,1 (12)	Avis du 21/08/2019	0,005	0,01	x	
PCB	PCB 180	1246	Etat écologique ESU	x	x						0,1 (12)	Avis du 21/08/2019	0,005	0,01	x	
Pesticides	Pendi méthaline	1234	Etat écologique ESU	x	x		0,02					AM du 27/07/2015	0,05	0,1	x	
Chlorobenzènes	Pentachlorobenzène	1888	Etat écologique ESU	x	x		0,007	0,0007	sans objet	sans objet	1	Avis du 21/08/2019	0,01	0,02	x	
Chlorophénols	Pentachlorophénol	1235	Etat écologique ESU	x	x		0,4	0,4	1	1	1	Avis du 21/08/2019	0,1	0,2	x	
Autres	Phosphate de tributyle (TBP)	1847	Etat écologique ESU	x	x		82				20	Avis du 21/08/2019	0,1	0,2	x	
Métaux	Piomb (métal total)	1382	Etat écologique ESU	x	x		1,2 (3)	1,3 (3)	1,4 (3)	1,4 (3)	20	Avis du 21/08/2019	2	/	x	
Pesticides	Quinoxylène	2028	Etat écologique ESU	x	x		0,15	0,015	2,7	0,54	0	Avis du 21/08/2019	0,1	0,2	x	
Autres	Sulfonate de perfluorooctane (PFOS)	6560	Etat écologique ESU	x	x		6,5 x 10 <sup>-4</sup>	1,3 x 10 <sup>-4</sup>	36	7,2	0	Avis du 21/08/2019	0,05	0,1	x	
Pesticides	Tebuconazole	1694	Etat écologique ESU	x	x		1					AM du 27/07/2015	0,1	0,2	x	
Pesticides	Terbutryne	1269	Etat écologique ESU	x	x		0,065	0,0065	0,34	0,034			0,1	0,2	x	
COHV	Tétrachloroéthylène	1272	Etat écologique ESU	x	x		10	10	sans objet	sans objet	10	Avis du 21/08/2019	0,5	/	x	
COHV	Tétrachlorure de carbone	1276	Etat écologique ESU	x	x		12	12	sans objet	sans objet	1	Avis du 21/08/2019	0,5	/	x	
Pesticides	Thiabendazole	1713	Etat écologique ESU	x	x		1,2						0,1	0,2	x	
Métaux	Titane (métal total)	1373	Autres substances RSDE 2	x	x						100	Avis du 21/08/2019	10	/	x	
BTEX	Toluène	1278	Etat écologique ESU	x	x		74				200 (7)	Avis du 21/08/2019	1	/	x	
Organétams	Tributylétain cation	2879	Etat écologique ESU	x	x		0,0002	0,0002	0,0015	0,0015	50 (9)	Avis du 21/08/2019	0,02	0,02	x	
COHV	Trichloroéthylène	1286	Etat écologique ESU	x	x		10	10	sans objet	sans objet	10	Avis du 21/08/2019	0,5	/	x	
COHV	Trichlorométhane (chloroforme)	1135	Etat écologique ESU	x	x		2,5	2,5	sans objet	sans objet	10	Avis du 21/08/2019	1	/	x	
Organétams	Triphénylétaïn cation	6372	Autres substances RSDE 2	x	x						50 (9)	Avis du 21/08/2019	0,02	0,04	x	
BTEX	Xylène (Somme o, m,p)	1780	Etat écologique ESU	x	x		1				200 (7)	Avis du 21/08/2019	2	/	x	
Métaux	Zinc (métal total)	1383	Etat écologique ESU	x	x		7,8				100	Avis du 21/08/2019	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 CaCO<sub>3</sub> /l ;
  - classe 2 : 40 à < 50 mg CaCO<sub>3</sub>/l ;
  - classe 3 : 50 à < 100 mg CaCO<sub>3</sub>/l ;
  - classe 4 : 100 à < 200 mg CaCO<sub>3</sub>/l ;
  - classe 5 : ≥ 200 mg CaCO<sub>3</sub>/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 Diphenyléthers 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 CaCO<sub>3</sub> /l ;
  - classe 2 : 40 à < 50 mg CaCO<sub>3</sub>/l ;
  - classe 3 : 50 à < 100 mg CaCO<sub>3</sub>/l ;
  - classe 4 : 100 à < 200 mg CaCO<sub>3</sub>/l ;
  - classe 5 : ≥ 200 mg CaCO<sub>3</sub>/l.
- (6) La valeur de flux GERE<sub>P</sub> indiquée de 1 kg/an est valable pour la somme des masses des diphenyléthers bromés suivants : penta-BDE, octa-BDE et déca-BDE, soit la somme de BDE 47, BDE 99, BDE 100, BDE 154, BDE 183 et BDE 209 (somme des codes SANDRE 1815, 2910, 2911, 2912, 2915, 2916, 2919 et 2920) ;
- (7) La valeur de flux GERE<sub>P</sub> indiquée de 200 kg/an est valable pour la somme des masses de benzène, de toluène, d'éthylbenzène et de xylènes (somme des codes SANDRE 1114, 1278, 1497, 1780).
- (8) La valeur de flux GERE<sub>P</sub> indiquée de 5 kg/an est valable pour la somme des masses de Benzo (k) fluoranthène, d'Indeno (1,2,3-cd) pyrène, de Benzo (a) pyrène et de Benzo (b) fluoranthène (somme des codes SANDRE 1115, 1116, 1117 et 1204).
- (9) La valeur de flux GERE<sub>P</sub> indiquée de 50 kg/an est valable pour la somme des masses de Dibutylétain cation, de Monobutylétain cation, de Triphenylétain cation et de Tributylétain cation (somme des codes SANDRE 25
3. Liste des substances pouvant être suivies de façon optionnelle 42, 2879, 6372 et 7074).
- (10) La valeur de flux GERE<sub>P</sub> indiquée de 1 kg/an est valable pour la somme des masses de Nonyphénols, du NP1OE et du NP2OE (somme des codes SANDRE 1958, 6366 et 6369).
- (11) La valeur de flux GERE<sub>P</sub> indiquée de 1 kg/an est valable pour la somme des masses de Octylphénols et des éthoxylates d'octylphénols OP1OE et OP2OE (somme des codes SANDRE 1959, 6370 et 6371).
- (12) La valeur de flux GERE<sub>P</sub> 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).
- (13) Valeurs en cours de modification dans l'arrêté du 25 janvier 2010 modifié relatif aux méthodes et critères d'évaluation de l'état écologique, de l'état chimique et du potentiel écologique des eaux de surface pris en application des articles R. 212-10, R. 212-11 et R. 212-18 du code de l'environnement. Se référer à la version en vigueur.

2) Tableau 2 : Liste des paramètres de suivi habituel de la STEU (entrée et sortie)

Paramètres	Code Sandre	Texte de référence pour la LQ	LQ (limite de quantification) (mg/L)
Demande chimique en oxygène (DCO)*	1314	Avis du 19/10/2019	30
Carbone organique total (COT)*	1841	Avis du 19/10/2019	2
Indice ST DCO*	6396	Avis du 19/10/2019	10
Demande biochimique en oxygène en cinq jours (DBO5)	1313	Avis du 19/10/2019	3
Matières en suspension (MES)	1305	Avis du 19/10/2019	2

\*Un seul des trois paramètres (DCO, ST-DCO ou COT) est à mettre en œuvre. Le paramètre retenu sera celui qui est fonction de l'arrêté préfectoral en vigueur.

3.1) Liste des substances faisant partie des substances pertinentes à surveiller en fonction des masses d'eau

AR09	
Code SANDRE	Nom substances
1092	Propulfocarbe
1221	Métolachlore total
1268	Terbutylazine
1406	Lénacile
1480	Dicamba
1940	Thiaflumide
5349	Diclofenac
5350	Ibuprofène

AR10	
Code SANDRE	Nom substances
1092	Propulfocarbe
1379	Cobalt
1406	Lénacile
1414	Propyzamide
1940	Thiaflumide
5349	Diclofenac
5350	Ibuprofène

AR17	
Code SANDRE	Nom substances
1092	Propulfocarbe
1414	Propyzamide
5349	Diclofenac
5350	Ibuprofène

AR19	
Code SANDRE	Nom substances
1092	Propulfocarbe
1221	Métolachlore total
1406	Lénacile
1414	Propyzamide
1528	Pirinicarbe
1940	Thiaflumide
5349	Diclofenac
5350	Ibuprofène

AR20	
Code SANDRE	Nom substances
1084	Cyanures libres
1092	Propulfocarbe
1221	Métolachlore total
1379	Cobalt
1406	Lénacile
1414	Propyzamide
1678	Diméthénamide
1709	Piperonyl butoxyde
1940	Thiaflumide
2555	Thallium
5296	Carbamazépine
5349	Diclofenac
5350	Ibuprofène
5353	Ketoprofène
5354	Paracetamol
5356	Sulfaméthoxazole
5369	Acide fenofibrique
5375	Oxazepam
6725	Carbamazépine epoxide

AR31	
Code SANDRE	Nom substances
1092	Propulfocarbe
1221	Métolachlore total
1379	Cobalt
1406	Lénacile
1414	Propyzamide
1940	Thiaflumide
5349	Diclofenac
5350	Ibuprofène

AR22	
Code SANDRE	Nom substances
1092	Propulfocarbe
1221	Métolachlore total
1268	Terbutylazine
5349	Diclofenac
5350	Ibuprofène

AR32	
Code SANDRE	Nom substances
1084	Cyanures libres
1092	Propofol
1129	Carbendazime
1221	Métolachlore total
1379	Cobalt
1406	Lénacil
1414	Propyzamide
1678	Diméthénamide
1940	Thiaflumide
2555	Thallium
5296	Carbamazépine
5349	Didofenac
5350	Ibuprofène
5353	Ketoprofène
5356	Sulfaméthoxazole
5369	Acide fenofibrigue
5375	Qxazéпам
6725	Carbamazépine epoxide

AR34	
Code SANDRE	Nom substances
1092	Propofol
1221	Métolachlore total
1406	Lénacil
1414	Propyzamide
1678	Diméthénamide
1709	Piperonyl butoxyde
1940	Thiaflumide
5349	Didofenac
5350	Ibuprofène

AR41	
Code SANDRE	Nom substances
1092	Propofol
1940	Thiaflumide
5349	Didofenac
5350	Ibuprofène

AR49	
Code SANDRE	Nom substances
1092	Propofol
1221	Métolachlore total
1406	Lénacil
1414	Propyzamide
5349	Didofenac
5350	Ibuprofène

AR50	
Code SANDRE	Nom substances
1092	Propofol
1221	Métolachlore total
1940	Thiaflumide
5349	Didofenac
5350	Ibuprofène

AR61	
Code SANDRE	Nom substances
1092	Propofol
1221	Métolachlore total
1268	Terbuthylazine
1406	Lénacil
1414	Propyzamide
1678	Diméthénamide
1940	Thiaflumide
5350	Ibuprofène

AR64	
Code SANDRE	Nom substances
1084	Cyanures libres
1379	Cobalt
1414	Propylamide
5296	Carbamazepine
5349	Didofenac
5350	Ibuprofene
5356	Sulfamethoxazole
5375	Oxazepam
6725	Carbamazepine epoxide

B2R24	
Code SANDRE	Nom substances
1084	Cyanures libres
1379	Cobalt
5296	Carbamazepine
5349	Didofenac
5350	Ibuprofene
5354	Paracetamol
5356	Sulfamethoxazole
5375	Oxazepam
6725	Carbamazepine epoxide
6853	Metolchlor OXA
6854	Metolchlor ESA

B2R25	
Code SANDRE	Nom substances
1084	Cyanures libres
1221	Metolchlor total
1368	Argent
1379	Cobalt
2555	Thallium
5296	Carbamazepine
5349	Didofenac
5350	Ibuprofene
5354	Paracetamol
5375	Oxazepam
6725	Carbamazepine epoxide
6854	Metolchlor ESA

B2R46	
Code SANDRE	Nom substances
1084	Cyanures libres
1221	Metolchlor total
1379	Cobalt
5296	Carbamazepine
5349	Didofenac
5350	Ibuprofene
5353	Ketoprofene
5354	Paracetamol
5356	Sulfamethoxazole
5369	Acide fenofibrigue
5375	Oxazepam
6725	Carbamazepine epoxide
6853	Metolchlor OXA
6854	Metolchlor ESA

3.2) Tableau 3 : Limites de quantification minimales à respecter pour les substances pertinentes à surveiller

Famille	Substances	Code Sandre	LQ minimale à respecter en µg/L pour la matrice Eau de sortie
Autres éléments minéraux	Cyanures libres*	1084	10
Pesticides	Prosulfoarbe	1092	0,1
Pesticides	Carbendazime	1129	0,1
Pesticides	Métolachlore	1221	0,05
Pesticides	Terbutylazine	1268	0,05
Métaux	Argent	1368	2
Pesticides	Lénacile	1406	0,1
Pesticides	Propyzamide	1414	0,1
Pesticides	Dicamba	1480	0,1
Pesticides	Pirimicarbe	1528	0,05
Pesticides	Flurochloridone	1675	0,1
Pesticides	Diméthénamide	1678	0,1
Pesticides	Fenpropidine	1700	0,1
Pesticides	Pipéronyl butoxyde	1709	0,1
Amides (hors acétamides)	Flufenacet (=Thiaflumide)	1940	0,1
Métaux	Thallium	2555	2
Divers (autres organiques)	Carbamazépine	5296	0,025
Divers (autres organiques)	Diclofénac	5349	0,05
Divers (autres organiques)	Ibuprofène	5350	0,1
Divers (autres organiques)	Kétoprofène	5353	0,05
Divers (autres organiques)	Paracétamol	5354	0,1
Divers (autres organiques)	Sulfaméthoxazole	5356	0,05
Acides carboxyliques	Acide fénofibrique	5369	0,05
Divers (autres organiques)	Oxazépam	5375	0,05
Divers (autres organiques)	Carbamazépine époxyde	6725	0,025
Acétamides et métabolites	Métolachlore OXA	6853	0,1
Acétamides et métabolites	Métolachlore ESA	6854	0,1

\*Dans le contexte de la surveillance des eaux résiduaires, il est recommandé de réaliser une évaluation globale de l'ensemble des cyanures (« cyanures totaux » de code Sandre

1390) et non uniquement la forme libre « cyanures libres ou aisément libérables ». Se référer à la norme NF EN ISO 14403-2.



## ANNEXE 3 :

### 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 modifié 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 FD T 90-523-2 « Qualité de l'eau - Guide d'échantillonnage pour le suivi de la qualité des eaux dans l'environnement - Partie 2 : échantillonnage d'eaux résiduaires » (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 d'échantillonnage pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement – Partie 2 : échantillonnage d'eaux résiduelles » ;

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 résiduelles » 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. À 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 (FD T 90-523-2) :

<b>Nettoyage du matériel dans un local équipé a minima d'une zone ventilée</b>	<b>Nettoyage du matériel dans un local équipé de moyens de protection (hotte, four à calcination, etc)</b>
Nettoyage grossier à l'eau chaude du robinet	Nettoyage grossier à l'eau chaude du robinet

Nettoyage avec du détergent alcalin (type labwash) Rinçage à l'eau du robinet	Nettoyage avec du détergent alcalin (type labwash) Rinçage à l'eau du robinet
Nettoyage à l'eau déminéralisée acidifiée (acide acétique à 80 %, dilué au quart) Rinçage à l'eau déminéralisée (3 fois)	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 (3 fois)
Rinçage au solvant de qualité pour analyse de résidus uniquement pour les éléments en verre et en téflon (acétone ultrapur, par exemple) Rinçage à l'eau déminéralisée (3 fois)	Rinçage au solvant de qualité pour analyse de résidus uniquement pour les éléments en verre et en téflon (acétone ultrapur, par exemple), suivi d'un rinçage à l'eau déminéralisée (3 fois) ou séchage sous hotte 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.

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 fascicule FD T 90-523-2. 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. La méthode d'homogénéisation doit être validée par un contrôle initial de ses performances (Cf FD T 90-523-2) avant sa première mise en œuvre.

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.

Les résultats des blancs d'échantillonnage seront à bancariser en respectant les règles indiquées en annexe VIII.

Des compléments sont disponibles sous la foire aux questions sur le site <https://www.ineris.fr/fr/faq-surveiller-rejets-milieu>. Cette FAQ apporte des informations sur la fréquence de réalisation des blancs d'échantillonnage, la méthode à mettre en œuvre si l'échantillonnage asservi au débit n'est pas techniquement réalisable, des informations spécifiques sur le volet analytique (alkylphénols, chloroalcanes, rendu des résultats...).

## **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 III.1 (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).

Concernant les analyses des substances optionnelles (annexe III.3) : au regard du délai nécessaire pour le développement et la validation des méthodes analytiques par les laboratoires en vue d'être accrédités selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour une substance dans les eaux résiduaires, il est *a minima* demandé de respecter les limites de quantification telles que définies de façon consensuelle avec Aquaref, ceci afin de s'assurer de l'exploitabilité/comparabilité des résultats. Une note spécifique Aquaref sur les limites de quantification à atteindre sera produite et mise à disposition au cours du premier semestre 2022.

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.

Des recommandations sont présentes dans le guide AQUAREF - Opérations d'analyse physico-chimique des eaux résiduaires urbaines et industrielles dans le cadre des programmes de surveillance - Recommandations techniques - Edition 2018; guide accessible sous <https://www.aquaref.fr/guides-recommandations-chimie> pour la réalisation des analyses.

## **2.2 Prise en charge des échantillons**

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

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

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

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

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

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

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

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

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

### 2.3 Paramètres de suivi habituel de la STEU

Les paramètres de suivi habituel de la STEU (entrée et sortie) détaillés en annexe III.2 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 5815-1 <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.

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

<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>2</sup> Dans le cas de teneurs basses, inférieures à 3 mg/l, la norme NF EN 5815-1 est utilisable.

<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.

exceptions stipulées dans l'annexe III.1 (composés volatils, métaux, paramètres indiciaires, etc.). Les performances analytiques à atteindre pour les eaux résiduaires sont indiquées dans l'annexe III.1 et III.2.

## 2.4 Les métaux

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

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

## 2.5 Les micropolluants organiques

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

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

## 2.6 Les blancs analytiques

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Soient  $C_d$  la teneur mesurée dans la phase aqueuse en  $\mu\text{g/L}$  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  $LQ_{phase\ particulaire}$  est en  $\mu\text{g/kg}$  et on a :

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

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

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

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

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

Vu pour être annexé à mon arrêté  
en date du ..... 27 MARS 2023 .....

Pour le préfet et par délégation,  
La secrétaire générale  
  
Fabienne DECOTTIGNIES



## ANNEXE 4 :

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

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

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

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

$C_i$  : Concentration mesurée

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

$CR_i$  : Concentration Retenue pour les calculs

CMP : Concentration Moyenne Pondérée par les volumes journaliers

FMJ : flux moyen journalier

FMA : flux moyen annuel

$V_i$  : volume journalier d'eau en entrée pour les calculs entrée et volume journalier d'eau traitée rejeté au milieu (en sortie) pour les calculs sortie le jour du prélèvement

$V_A$  : volume annuel d'eau traitée rejeté au milieu<sup>1</sup>

$i$  :  $i^{\text{ème}}$  prélèvement

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

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

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

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

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

Dans cette partie on considèrera :

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

#### Calcul de la concentration moyenne pondérée par les volumes journaliers :

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

#### Calcul du flux moyen annuel :

- Si le micropolluant est quantifié au moins une fois (au moins une  $C_i \geq LQ_{\text{laboratoire}}$ ) :  
 $FMA = CMP \times V_A$
- 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**
- ✓  $CMP \geq 50 \times NQE\text{-MA}$  **OU**

<sup>1</sup> 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.

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

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

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

Certains micropolluants ne disposent pas de NQE ou de flux GEREP. Dans ce cas, seules les autres conditions sont examinées.

De plus, du fait des difficultés d'analyse de la matrice eau, les LQ associées à certains micropolluants sont parfois relativement élevées. La règle générale issue de la directive 2009/90/CE<sup>2</sup>, 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>.

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

Il s'agit des familles suivantes :

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

**2.3. Calculs à appliquer pour ces familles de micropolluants**

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

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

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

$$CMP_{\text{Famille}} = \sum CR_i \text{ Famille} V_i / \sum V_i$$

<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 Conseil, des spécifications techniques pour l'analyse chimique et la surveillance de l'état des eaux – JOUE L 201 du 01/08/2009

<sup>3</sup> 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

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

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

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

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

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

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

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

### 3. Cas d'entrées et de sorties de multiples

Cette présente note technique relative à la mise en œuvre du RSDE demande de travailler sur un résultat agrégé en cas d'entrées et de sorties multiples au niveau de la STEU. En cas d'entrées ou sorties multiples, il est préférable de privilégier l'utilisation d'une règle commune : les résultats agrégés au point A3 ou A4 seront reconstitués en pondérant les concentrations mesurées par les flux transitant dans chaque branche.

A titre d'exemple, les règles de calculs à intégrer dans l'outil Measurestep par l'exploitant sont les suivantes dans le cas de deux branches :

- Si  $C_1 > LQ$  et  $C_2 > LQ$  alors  $C_r = \frac{(C_1 \times \%1 V_i + C_2 \times \%2 V_i)}{V_i}$

- Si  $C_1 > LQ$  et  $C_2 < LQ$  alors  $C_r = \frac{\left(C_1 \times \%1 V_i + \frac{LQ}{2} \times \%2 V_i\right)}{V_i}$

- Si  $C_1 < LQ$  et  $C_2 < LQ$  alors  $C_r = \frac{LQ}{2}$

- Avec  $C_i$  la concentration mesurée sur la branche  $i$  et  $\%i$  le flux transitant dans la branche  $i$  et  $C_r$  la concentration retenue au point réglementaire A3 ou A4 et  $V_i$  le volume journalier d'eau en entrée pour les calculs entrée et volume journalier d'eau traitée rejeté au milieu (en sortie)

Pour déterminer si la substance est quantifiée, la concentration retenue est ensuite comparée à la limite de quantification (LQ) du laboratoire. Dans le cas où les limites de quantification rendues par le laboratoire, sur chacune des branches, seraient différentes, le calcul reste le même mais la quantification de la substance sera évaluée sur la base de la LQ associée à la branche présentant le flux le plus important.

Les métadonnées (caractéristiques des balises présentées à l'annexe VIII) associées au résultat agrégé au A3 ou A4 seront celles de la branche présentant le flux le plus important.

Ces règles de calculs permettent de restituer un résultat agrégé mais peuvent aussi masquer des tendances par branches, en particulier sur des entrées multiples, dont les résultats seraient utiles pour la réalisation du diagnostic et notamment dans le cadre de la recherche des contributeurs potentiels. Ainsi il est proposé d'appliquer, dans l'outil Autostep, les règles de quantification et les calculs de significativité également à l'échelle de chaque branche afin de garder une analyse du caractère significative sur une maille plus fine. Ces calculs seront effectués à titre d'information et ne seront pas repris dans le calcul final de l'évaluation du caractère significatif.

Vu pour être annexé à mon arrêté  
en date du .....**27 MARS 2023**.....

Pour le préfet et par délégation,  
La secrétaire générale

  
Fabienne DECOTTIGNIES

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

CARACTERISTIQUES DES BALISES (ELEMENTS)				CARACTERISTIQUES DES DONNEES		
Nom des éléments	Type de l'élément	Caractère Obligatoire / Facultatif de l'élément	Nombre (minimal, maximal) d'occurrence de l'élément	Format	Longueur maximale (nombre de caractères)	Commentaires / Valeur(s)
<PointMesure>	-	O	(1,N)	-	-	
<NumeroPointMesure>	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 <a href="http://id.eaufrance.fr/nsa/47">http://id.eaufrance.fr/nsa/47</a> )
<Prlvt>	-	F	(0,N)	-	-	Structure de l'élément XML relatif à une analyse physico-chimique ou microbiologique
<Prlvt>	-	F	(0,N)	-	-	Prélèvement
<Preleveur>	-	O	(0,1)	-	-	Préleveur
<CdIntervenant schemeAgencyID= "[SIRET ou SANDRE]">	sa_int	O	(1,1)	Caractère limité	17	Code de l'intervenant
<DatePrlvt>	sa_pmo	O	(1,1)	Date	-	Date du prélèvement format AAAA-MM-JJ
<HeurePrlvt>	-	O	(0,1)	Heure	-	L'heure du prélèvement est l'heure à laquelle doit débuter ou a débuté une opération de prélèvement

<DureePrel>								8	Durée du prélèvement, le format à appliquer étant hh:mm:ss (exemple : 99:00:00 pour 99 heures)
<ConformitePrel>								1	Conformité du prélèvement : <b>Valeur/libellé</b> : 0 : NON 1 : OUI
<AccredPrel>								1	Accréditation du prélèvement <b>Valeur/libellé</b> : 1 : prélèvement accrédité 2 : prélèvement non accrédité
<Support>								-	Support prélevé
<CdSupport>								3	Code du support Valeurs fréquemment rencontrées Code/Libellé « 3 » : EAU
<Analyse>								-	Structure de l'élément XML relatif à une analyse physico-chimique ou microbiologique
<Analyse>								-	
<DateReceptionEchant>								-	Date, au jour près, à laquelle l'échantillon est pris en charge par le laboratoire chargé d'y effectuer des analyses (format AAAA-MM-JJ)
<HeureReceptionEchant>								-	Heure à laquelle l'échantillon est pris en charge par le laboratoire pour y effectuer des analyses (format hh:mm:ss)
<DateAnalyse>								-	Date de l'analyse (format AAAA-MM-JJ)
<HeureAnalyse>								-	Heure de l'analyse (format hh:mm:ss)
<RsAnalyse>								15	Résultat de l'analyse
<CdRemAnalyse>								2	Code remarque de l'analyse (cf nomenclature de code Sandre 155 <a href="http://id.eaufrance.fr/nsa/155">http://id.eaufrance.fr/nsa/155</a> )
<InSituAnalyse>								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 Prend la valeur par défaut « A » pour « Données brutes »
<QualRsAnalyse>	sa_pmo	O	(1,1)	Caractère limité	1	Qualification de l'acquisition du résultat de l'analyse prend la valeur par défaut « 4 » pour « Donnée non qualifiée »
<FractionAnalysee>	sa_par	O	(1,1)	-	-	Fraction analysée du support
<CdFractionAnalysee>	sa_par	O	(1,1)	Caractère limité	3	Code Sandre de la fraction analysée
<MethodeAna>	sa_par	O	(0,1)	-	-	Méthode d'analyse utilisée
<CdMethode>	sa_par	O	(1,1)	Caractère limité	5	Code Sandre de la méthode
<Parametre>	sa_par	O	(1,1)	-	-	Paramètre analysé
<CdParametre>	sa_par	O	(1,1)	Caractère limité	5	Code Sandre du paramètre
<UniteMesure>	sa_pmo	O	(1,1)	-	-	Unité de mesure
<CdUniteMesure>	sa_pmo	O	(1,1)	Caractère limité	5	Code Sandre de l'unité de référence
<Laboratoire>	sa_pmo	O	(0,1)	-	-	Laboratoire
<CdIntervenant schemeAgencyID= "[SIRET ou SANDRE]">	sa_int	O	(1,1)	Caractère limité	17	Code de l'intervenant
<Producteur>	sa_pmo	F	(0,1)	-	-	Producteur de l'analyse
<CdIntervenant schemeAgencyID= "[SIRET ou SANDRE]">	sa_int	O	(1,1)	Caractère limité	17	Code de l'intervenant

<FinaliteAnalyse>	sa_pmo	O	(1,1)	Caractère limité	2	Finalité de l'analyse prend la valeur « 11 » par défaut pour la finalité RSDE
<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 <a href="http://id.eaufrance.fr/nsa/299">http://id.eaufrance.fr/nsa/299</a> )
<AgreAna>		O	(0,1)	Caractère limité	1	Agrément de l'analyse La valeur « 1 » indique que le laboratoire est agréé tandis que la valeur « 0 » indique qu'il ne l'est pas.
<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.

Pour le préfet et par délégation,  
La secrétaire générale

  
Fabienne DECOTTIGNIES

Vu pour être annexé à mon arrêté  
en date du ..... 27 MARS 2023