

PREFET DU PAS-DE-CALAIS

DIRECTION DEPARTEMENTALE DES TERRITOIRES ET DE LA MER
SERVICE EAU ET RISQUES
POLICE DE L'EAU

STATION D'EPURATION CALAIS COULOGNE

**ARRETE PREFECTORAL COMPLEMENTAIRE
A L'AUTORISATION DU 11 août 1999**

COMMUNAUTE D'AGGLOMERATION DE CAP CALAISIS TERRE D'OPALE

Le Préfet du Pas-de-Calais
Officier de la Légion d'Honneur
Officier de l'Ordre National du Mérite

VU le Code de l'Environnement, et notamment ses livres II pour les parties législatives et réglementaires ;

VU le Code Général des Collectivités Territoriales ;

VU le Code de la Santé Publique ;

VU le décret n°2004-374 du 29 avril 2004 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 8 janvier 2009 portant nomination de M. Pierre de BOUSQUET de FLORIAN en qualité de préfet du Pas-de-Calais ;

VU l'arrêté du 20 avril 2005 pris en application du décret n°2005-378 du 20 avril 2005 relatif au programme national d'action contre la pollution des milieux aquatiques par certaines substances dangereuses ;

VU l'arrêté du 22 juin 2007 relatif à la collecte, au transport et au traitement des eaux usées des agglomérations d'assainissement ainsi qu'à la surveillance de leur fonctionnement et de leur efficacité, et aux dispositifs d'assainissement non collectif recevant une charge brute de pollution organique supérieure à 1,2 kg/jour de DBO5 ;

VU l'arrêté du 31 janvier 2008 relatif au registre et à la déclaration mensuelle des émissions polluantes et des déchets ;

VU l'arrêté du 25 janvier 2010 relatif aux méthodes et critères d'évaluation de l'état écologique, de l'état chimique et du potentiel écologique des eaux de surface ;

VU le SDAGE Artois-Picardie approuvé le 20 novembre 2009 ;

VU l'arrêté préfectoral du 11 août 1999 autorisant l'ensemble du système concourant à l'assainissement de l'agglomération d'assainissement de CALAIS-COULOGNE;

VU le rapport et les conclusions de M le Directeur Départemental des Territoires et de la Mer,

VU, l'arrêté préfectoral n°2011-10-174 du 10 mars 2011 portant délégation de signature,

VU l'avis émis par le Conseil Départemental des Risques Sanitaires et Technologiques du Pas de Calais lors de la séance du 24 novembre 2011,

VU le porter à connaissance du pétitionnaire en date du 5 décembre 2011 du projet d'arrêté ;

VU l'absence de réponse du pétitionnaire

CONSIDERANT l'objectif de retour au bon état pour les masses d'eau dégradées au sens de la Directive Cadre sur l'Eau (DCE) ;

CONSIDERANT qu'il importe de quantifier l'évolution des pressions sur les milieux aquatiques, notamment pour ce qui concerne les émissions de substances prioritaires et dangereuses, prioritaires au sens de la DCE pour lesquelles des objectifs globaux ont été définis au niveau national,

SUR la proposition de M. le Secrétaire Général de la Préfecture du Pas de Calais et de M. le Directeur Départemental des Territoires et de la Mer;

ARRETE

Titre I : OBJET DE L'ARRETE

Article 1 : Surveillance de la présence de micropolluants dans les eaux rejetées vers les milieux aquatiques

Le bénéficiaire de l'autorisation est tenu de mettre en place une surveillance de la présence de micropolluants dans les eaux rejetées au milieu naturel par son installation dans les conditions définies ci-dessous.

Le bénéficiaire de l'autorisation doit procéder ou faire procéder dans le courant de l'année 2012 à une série de **4 mesures** permettant de quantifier les concentrations des micropolluants mentionnés en annexe 1 dans les eaux rejetées par la station au milieu naturel. Ces mesures constituent la campagne initiale de recherche.

Un rapport annexé au bilan des contrôles de fonctionnement du système d'assainissement, prévu à l'article 17 de l'arrêté du 22 juin 2007, comprend l'ensemble des résultats des mesures indiquées ci-avant. Ce rapport doit notamment permettre de vérifier le respect des prescriptions techniques analytiques prévues à l'annexe 2.

Le bénéficiaire de l'autorisation poursuit ou fait poursuivre les mesures au cours des années suivantes, selon le nombre prévu dans le tableau ci-dessous, au titre de la surveillance régulière, pour les micropolluants dont la présence est considérée comme significative.

Capacité nominale de traitement kg DBO5/j	>=600 et	>=1800 et	>=3000 et	>=12000 et	>=18000
	< 1800	< 3000	< 12000	<18000	
Nombre de mesures par année	3	4	6	8	10

Le Permissionnaire sera donc tenu de réaliser 4 analyses par an.

Sont considérés comme non significatifs, les micropolluants de la liste ci-dessous mesurés lors de la campagne initiale et présentant l'une des caractéristiques suivantes :

- Toutes les concentrations mesurées pour le micropolluant sont strictement inférieures à la limite de quantification LQ définie dans le tableau ci-dessous pour cette substance

- Toutes les concentrations mesurées pour le micropolluant sont inférieures à 10*NQE prévues dans l'arrêté du 25 janvier 2010 ou, pour celles n'y figurant pas, dans l'arrêté du 20 avril 2005, et tous les flux journaliers calculés pour le micropolluant sont inférieurs à 10% du flux journalier théorique admissible par le milieu récepteur. Ces deux conditions devant être réunies simultanément.

- Lorsque les arrêtés du 25 janvier 2010 ou du 20 avril 2005 ne définissent pas de NQE pour le micropolluant: les flux estimés sont inférieurs au seuils de déclaration dans l'eau prévus par l'arrêté du 31 janvier 2008 relatif au registre et à la déclaration annuelle des émissions polluantes et des déchets.

Le débit d'étiage de référence retenu pour la détermination des micropolluants classés non significatifs est : 0,2 m³/s.

Tous les trois ans, l'une des mesures de la surveillance régulière quantifie l'ensemble des micropolluants indiqués dans la liste ci-dessous. La surveillance régulière doit être actualisée l'année suivant cette mesure en fonction de son résultat et des résultats de la surveillance régulière antérieure selon les principes détaillés au paragraphe précédent.

L'ensemble des mesures de micropolluants prévues aux paragraphes ci-dessus sont réalisées conformément aux prescriptions techniques de l'annexe 2. Les limites de quantification minimales à atteindre par les laboratoires pour chaque molécule sont précisées en annexe 1.

Article 2 : Transmission

Les résultats des mesures relatives aux micropolluants reçues 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 dans le cadre du format informatique relatif aux échanges des données d'autosurveillance des systèmes d'assainissement du Service d'Administration Nationale des Données et Référentiels sur l'Eau (Sandre).

La liste des micropolluants à mesurer se trouve en annexe 1.

Article 3 : Domaine de référence

Charges hydrauliques de référence

Débit de référence :	17 952 m ³ /j
----------------------	--------------------------

Charges polluantes de référence et maximales admissibles

Paramètres	Charges polluantes (kg/j)
DBO5	2 560
DCO	6000
MES	3300
NTK	513
P total	112

Titre II : DISPOSITIONS GENERALES

Article 4 : Droits des tiers

Les droits des tiers sont et demeurent expressément réservés.

Article 5: Autres réglementations

Le présent arrêté ne dispense pas du respect des autres réglementations.

Article 6 : Publication et information des tiers

Le présent arrêté sera publié au recueil des actes administratifs de la préfecture et une copie en sera déposée aux mairies de Coquelles, Coulogne, et Calais.

En outre, un extrait du présent arrêté énumérant les principales prescriptions auxquelles l'ensemble du système d'épuration est soumis, sera affiché en mairies de Coquelles, Coulogne, et Calais, pendant une durée minimum d'un mois ; un procès-verbal de l'accomplissement de cette formalité sera dressé par les soins de MM. les Maires des communes précédemment citées.

Article 7 : Voies et délais de recours

Le présent arrêté est susceptible de recours devant le tribunal administratif de LILLE dans un délai de 2 mois à compter de sa notification par le pétitionnaire, et dans un délai de un an par les tiers à compter de sa publication au recueil des actes administratifs, dans les conditions définies à l'article R. 514-3-1 du Code de l'Environnement.

Dans le même délai de deux mois, le pétitionnaire peut présenter un recours gracieux. Le silence gardé par l'administration pendant plus de deux mois sur la demande de recours gracieux emporte décision implicite de rejet de cette demande conformément à l'article R. 421-2 du code de justice administrative.

Article 8 : Exécution

M. le Secrétaire général de la préfecture du Pas-de-Calais et M. le Directeur Départemental des Territoires et de la Mer du Pas de Calais, sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté qui sera notifié à M. le Président de la Communauté d'Agglomération du Boulonnais.

Arras, le **26 JAN. 2012**

Pour le Préfet
Le Secrétaire Général,

Jacques WITROWSKI

Copie sera adressée à :

- MM les maires de Coquelles, Coulogne, et Calais.
- M le Sous-Préfet de Calais
- M le Directeur Départemental des Territoires et de la Mer du Pas-de-Calais,
- M le Directeur de l'Agence Régionale de Santé du Nord Pas de Calais,
- M le Directeur Régional de l'Environnement, de l'Aménagement et du Logement du Nord Pas de Calais,
- M le Chef de la Brigade de l'ONEMA du Pas de Calais,
- M. le Directeur de l'Agence de l'Eau Artois Picardie.

ANNEXE 1 : Liste des micropolluants à mesurer lors de la campagne initiale en fonction de la taille de la station de traitement des eaux usées

VU pour être annexé à l'arrêté préfectoral du

26 janvier 2012
Pour le Préfet,

Le Chef de Bureau délégué,

Christian ORBAN

Légende du tableau suivant :

1 : Les groupes de micropolluants sont indiqués en italique.

2 : Code Sandre du micropolluant : <http://sandre.eaufrance.fr/app/References/client.php>

3 : Correspondance avec la numérotation utilisée à l'annexe X de la DCE (Directive 2000/60/CE).

4 : N° UE : le nombre mentionné correspond au classement par ordre alphabétique issu de la communication de la Commission Européenne au Conseil du 22 juin 1982

Famille	Substances ¹	Code SANDRE ²	n° DCE ³	n° 76/464 ⁴	LQ à atteindre par substance par les laboratoires prestataires en µg/l	STEU traitant une charge brute de pollution supérieure ou égale à 6000 kg DBO5/j	STEU traitant une charge brute de pollution supérieure ou égale à 600 kg DBO5/j
Substances de l'état chimique DCE - Arrêté du 25 janvier 2010 - (dangereuses prioritaires DCE - et liste I de la directive 2006/11/CE)							
<i>HAP</i>	Anthracène	1458	2	3	0,02	X	X
<i>HAP</i>	Benzo (a) Pyrène	1115	28		0,01	X	X
<i>HAP</i>	Benzo (b) Fluoranthène	1116	28		0,005	X	X
<i>HAP</i>	Benzo (g,h,i) Pérylène	1118	28		0,005	X	X
<i>HAP</i>	Benzo (k) Fluoranthène	1117	28		0,005	X	X
<i>Métaux</i>	Cadmium (métal total)	1388	6	12	2	X	X
<i>Autres</i>	Chloroalcanes C ₁₀ -C ₁₃	1955	7		5	X	X
<i>Pesticides</i>	Endosulfan	1743	14		0,01	X	X
<i>Pesticides</i>	HCH	5537	18		0,02	X	X
<i>Chlorobenzènes</i>	Hexachlorobenzène	1199	16	83	0,01	X	X
<i>COHV</i>	Hexachlorobutadiène	1652	17	84	0,5	X	X
<i>HAP</i>	Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	1204	28		0,005	X	X
<i>Métaux</i>	Mercure (métal total)	1387	21	92	0,5	X	X

<i>Alkylphénols</i>	Nonylphénols	5474	24		0,3	X	X
<i>Alkylphénols</i>	NP10E	6366			0,3	X	X
<i>Alkylphénols</i>	NP20E	6369			0,3	X	X
<i>Chlorobenzènes</i>	Pentachlorobenzène	1888	26		0,01	X	X
<i>Organétains</i>	Tributylétain cation	2879	30	115	0,02	X	X
<i>COHV</i>	Tétrachlorure de carbone	1276		13	0.5	X	X
<i>COHV</i>	Tétrachloroéthylène	1272		111	0.5	X	X
<i>COHV</i>	Trichloroéthylène	1286		121	0.5	X	X
<i>Pesticides</i>	Endrine	1181			0.05	X	X
<i>Pesticides</i>	Isodrine	1207			0,05	X	X
<i>Pesticides</i>	Aldrine	1103			0.05	X	X
<i>Pesticides</i>	Dieldrine	1173			0.05	X	X
PESTICIDES	DDT 24'	1147			0.05	X	X
<i>Pesticides</i>	DDT 44'	1148				X	X
<i>Pesticides</i>	DDD 24'	1143				X	X
<i>Pesticides</i>	DDD 44'	1144				X	X
<i>Pesticides</i>	DDE 24'	1145				X	X
<i>Pesticides</i>	DDE 44'	1146				X	X
Substances de l'état chimique DCE - Arrêté du 25 janvier 2010 (Substances prioritaires DCE)							
<i>COHV</i>	1,2 dichloroéthane	1161	10	59	2	X	X
<i>Chlorobenzènes</i>	1,2,3 trichlorobenzène	1630	31	117	0,2	X	X
<i>Chlorobenzènes</i>	1,2,4 trichlorobenzène	1283	31	118	0,2	X	X
<i>Chlorobenzènes</i>	1,3,5 trichlorobenzène	1629		117	0,1	X	X
<i>Pesticides</i>	Alachlore	1101	1		0.02	X	X
<i>Pesticides</i>	Atrazine	1107	3		0.03	X	X
<i>BTEX</i>	Benzène	1114	4	7	1	X	X
<i>Pesticides</i>	Chlorfenvinphos	1464	8		0.05	X	X
<i>COHV</i>	Trichlorométhane	1135	32	23	1	X	X
<i>Pesticides</i>	Chlorpyrifos	1083	9		0,02	X	X
<i>COHV</i>	Dichlorométhane	1168	11	62	5	X	X
<i>Pesticides</i>	Diuron	1177	13		0.05	X	X
<i>HAP</i>	Fluoranthène	1191	15		0.01	X	X
<i>Pesticides</i>	Isoproturon	1208	19		0,1	X	X

<i>HAP</i>	Naphtalène	1517	22	96	0.05	X	X
<i>Métaux</i>	Nickel (métal total)	1386	23		10	X	X
<i>Alkylphénols</i>	Octylphénols	1959	25		0,1	X	X
<i>Alkylphénols</i>	OP1OE	6370			0,1	X	X
<i>Alkylphénols</i>	OP2OE	6371			0,1	X	X
<i>Chlorophénols</i>	Pentachlorophénol	1235	27	102	0.1	X	X
<i>Métaux</i>	Plomb (métal total)	1382	20		2	X	X
<i>Pesticides</i>	Simazine	1263	29		0.03	X	X
<i>Pesticides</i>	Trifluraline	1289	33		0,01	X	X
<i>Autres</i>	Di(2-éthylhexyl)phtalate (DEHP)	6616	12		1	X	X
Substances spécifiques de l'état écologique DCE - Arrêté du 25 janvier 2010							
<i>Pesticides</i>	2,4 D	1141			0,1	X	X
<i>Pesticides</i>	2,4 MCPA	1212			0,05	X	X
<i>Métaux</i>	Arsenic (métal total)	1369		4	5	X	X
<i>Pesticides</i>	Chlortoluron	1136			0,05	X	X
<i>Métaux</i>	Chrome (métal total)s	1389		136	5	X	X
<i>Métaux</i>	Cuivre (métal total)	1392		134	5	X	X
<i>Pesticides</i>	Linuron	1209			0,05	X	X
<i>Pesticides</i>	Oxadiazon	1667			0,02	X	X
<i>Métaux</i>	Zinc (métal total)	1383		133	10	X	X
Autres substances - Arrêté du 31 janvier 2008							
<i>Anilines</i>	Aniline	2605			50	X	
<i>Autres</i>	AOX	1106			10	X	
<i>BTEX</i>	Ethylbenzène	1497		79	1	X	
<i>BTEX</i>	Toluène	1278		112	1	X	
<i>BTEX</i>	Xylènes (Somme o,m,p)	1780		129	2	X	
<i>COHV</i>	Chlorure de vinyle	1753		128	5	X	
<i>Autres</i>	Titane (métal total)	1373			10	X	
<i>Métaux</i>	Chrome hexavalent et composés (exprimé en tant que Cr VI)	1371			10	X	
<i>Métaux</i>	Fer (métal total)	1393			25	X	

<i>Métaux</i>	Etain (métal total)	1380					X	
					5			
<i>Métaux</i>	Manganèse (métal total)	1394				5	X	
<i>Métaux</i>	Aluminium (métal total)	1370				20	X	
<i>Métaux</i>	Antimoine (métal total)	1376				5	X	
<i>Métaux</i>	Cobalt (métal total)	1379				3	X	
<i>Organétains</i>	Dibutylétain cation	1771		49,50,51		0.02	X	
<i>Organétains</i>	Monobutylétain cation	2542				0.02	X	
<i>Organétains</i>	Triphénylétain cation	6372		125,126,127		0.02	X	
<i>PCB</i>	PCB 28	1239					X	
				101		0,005		
<i>PCB</i>	PCB 52	1241				0,005	X	
<i>PCB</i>	PCB 101	1242				0,005	X	
<i>PCB</i>	PCB 118	1243				0,005	X	
<i>PCB</i>	PCB 138	1244				0,005	X	
<i>PCB</i>	PCB 153	1245				0,005	X	
<i>PCB</i>	PCB 180	1246				0,005	X	
<i>Pesticides</i>	Chlordane	1132				0,01	X	
<i>Pesticides</i>	Chlordécone	1866				0,15	X	
<i>Pesticides</i>	Heptachlore	1197				0,02	X	
<i>Pesticides</i>	Mirex	5438				0,05	X	
<i>Pesticides</i>	Toxaphène	1279				0,05	X	
<i>Autres</i>	Hexabromobiphényle	1922				0,02	X	
<i>Autres</i>	Hydrazine	6323				100	X	
<i>Autres</i>	Hydrocarbures	2962				50	X	
<i>Autres</i>	Méthanol	2052				10 000	X	
<i>Autres</i>	Indice phénol	1440				25	X	
<i>Autres</i>	Sulfates	1338				10000	X	
<i>Autres</i>	Fluorures totaux	1391				170	X	
<i>Autres</i>	Cyanures	1390				50	X	
<i>Autres</i>	Chlorures	1337				10000	X	
<i>Pesticides</i>	Lindane	1203				0,02	X	
<i>Autres</i>	Sulfonate de perfluorooctane (SPFO)	6560				0.05	X	

ANNEXE 2 : Prescriptions techniques applicables aux opérations de prélèvements et d'analyses

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

1 OPERATIONS DE PRELEVEMENT

Les opérations de prélèvement et 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 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 »

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

1.1 CONDITIONS GENERALES DU PRELEVEMENT

➤ 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 sous accréditation.

➤ En cas d'intervention de l'exploitant ou d'un sous-traitant pour le prélèvement, le nombre, le volume unitaire, le flaconnage, la préservation éventuelle et l'identification des échantillons seront obligatoirement définis par le prestataire d'analyse et communiqués au préleveur. Le laboratoire d'analyse fournira les flaconnages (prévoir des flacons supplémentaires pour les blancs du système de prélèvement).

➤ 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 5667-3¹.

➤ Le prélèvement doit être adressé afin d'être réceptionné par le laboratoire d'analyse au plus tard 24 heures après la fin du prélèvement.

1.2 PRELEVEMENT CONTINU SUR 24 HEURES A TEMPERATURE CONTROLEE

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

Les matériels permettant la réalisation d'un prélèvement automatisé en fonction du débit ou du volume écoulé, sont :

1. Soit des échantillonneurs monoflacons fixes ou portatifs, constituant un seul échantillon moyen sur toute la période considérée.

2. Soit des échantillonneurs multiflacons fixes ou portatifs, constituant plusieurs échantillons (en général 4, 6, 12 ou 24) pendant la période considérée. Si ce type d'échantillonneurs est mis en œuvre, les échantillons devront être homogénéisés pour constituer l'échantillon moyen avant transfert dans les flacons destinés à l'analyse.

Les échantillonneurs utilisés devront maintenir les échantillons à une température de $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ pendant toute la période considérée.

Les échantillonneurs automatiques constitueront un échantillon moyen proportionnel au débit recueilli dans un flacon en verre ayant subi une étape de nettoyage préalable :

-nettoyage grossier à l'eau,

-puis nettoyage avec du détergent alcalin puis à l'eau acidifiée (acide acétique à 80 %, dilué au ¼)

-nettoyage en machine possible,-

-complété par un rinçage au solvant de qualité pour analyse de résidus (acétone ultrapur),

-et enfin un triple rinçage à l'eau exempte de micropolluants.

L'échantillonneur doit être nettoyé avant chaque campagne de prélèvement. L'échantillonneur sera connecté à un tuyau en Téflon® de diamètre intérieur supérieur à 9 mm, qu'il est nécessaire de nettoyer – cf ci-avant - avant chaque campagne de prélèvement. Dans le cas d'un bol d'aspiration (bol en verre recommandé), il faut nettoyer le bol avec une technique équivalente à celle appliquée au récipient collecteur. Avant la mise en place d'un tuyau neuf, il est indispensable de le laver

¹ La norme NF EN ISO 5667-3 est un Guide de Bonne Pratique. Quand des différences existent entre la norme NF EN ISO 5667-3 et la norme analytique spécifique à la micropolluant, c'est toujours les prescriptions de la norme analytique qui prévalent.

abondamment à l'eau exempte de micropolluants (deminéralisée) pendant plusieurs heures. Il est fortement recommandé de dédier du flaconnage et du matériel de prélèvement bien précis à chaque point de prélèvement.

Un contrôle métrologique de l'appareil de prélèvement doit être réalisé périodiquement sur les points suivants (recommandations du guide FD T 90-523-2) :

-Justesse et répétabilité du volume prélevé (volume minimal : 50 ml, 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

Un contrôle des matériaux et des organes de l'échantillonneur seront à réaliser (voir blanc de système de prélèvement). Dans le cas de systèmes d'échantillonnage comprenant des pompes péristaltiques, le remplacement du tuyau d'écrasement en silicone sera effectué dans le cas où celui-ci serait abrasé.

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.

1.3 ECHANTILLON

La représentativité de l'échantillon est difficile à obtenir dans le cas du fractionnement de certaines eaux résiduaires en raison de leur forte hétérogénéité, de leur forte teneur en MES ou en matières flottantes. L'utilisation d'un système d'homogénéisation mécanique est vivement recommandée dès lors que le volume de l'échantillon du récipient collecteur à répartir dans les flacons destinés aux laboratoires de chimie est supérieur à 5 litres. Le système d'homogénéisation ne devra pas modifier l'échantillon, pour cela il est recommandé d'utiliser une pale Téflon® ne créant pas de phénomène de vortex).

La répartition du contenu de l'échantillon moyen 24 heures dans les flacons destinés aux laboratoires d'analyse sera réalisée à partir du flacon de collecte préalablement bien homogénéisé, voire maintenu sous agitation. Les flacons sans stabilisant seront rincés deux fois. Puis un remplissage par tiers de chaque flacon destiné aux laboratoires est vivement recommandé. Attention : Les bouchons des flacons ne doivent pas être interchangés en raison des lavages et prétraitement préalablement reçus.

Le conditionnement des échantillons devra être réalisé dans des contenants conformes aux méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux micropolluants à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-31.

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 est vivement recommandé. 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 $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$, et être accompli dans les 24 heures qui suivent la fin du prélèvement, afin de garantir l'intégrité des échantillons.

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

1.4 BLANCS DE PRELEVEMENT

Blanc du système de prélèvement :

Le blanc de système de prélèvement est destiné à vérifier l'absence de contamination liée aux matériaux (flacons, tuyaux) utilisés ou de contamination croisée entre prélèvements successifs. Il appartient au préleveur de mettre en œuvre les dispositions permettant de démontrer l'absence de contamination. La transmission des résultats vaut validation et l'exploitant sera donc réputé émetteur de toutes les micropolluants retrouvées dans son rejet, aux teneurs correspondantes. Il lui appartiendra donc de contrôler cette absence de contamination avant transmission des résultats.

Si un blanc du système de prélèvement est réalisé, il devra être fait obligatoirement sur une durée de 3 heures minimum. Il pourra être réalisé en laboratoire en faisant circuler de l'eau exempte de micropolluants dans le système de prélèvement.

Les critères d'acceptation et de prise en compte du blanc seront les suivants :

- Les valeurs du blanc seront mentionnées dans le rapport d'analyse et en aucun cas soustraites des résultats de l'effluent.
- Dans le cas où une valeur du blanc est supérieure à l'incertitude de mesure attachée au résultat : **la présence d'une contamination est avérée. Les résultats d'analyse ne seront pas considérés**

comme valides. Un nouveau prélèvement et une nouvelle analyse devront être réalisés dans ce cas.

2 ANALYSES

Toutes les procédures analytiques doivent être démarrées si possible dans les 24h et en tout état de cause 48 heures au plus tard après la fin du prélèvement.

Toutes les analyses doivent rendre compte de la totalité de l'échantillon (effluent brut, MES comprises) en respectant les dispositions relatives au traitement des MES reprises ci-dessous, hormis pour les diphényléthers polybromés.

Dans le cas des métaux, l'analyse demandée est une détermination de la concentration en métal total contenu dans l'effluent (aucune filtration), 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.

Dans le cas des paramètres suivants, les méthodes listées ci-dessous seront mises en œuvre :

Paramètre	Méthode
COT	NF EN 1484
Hydrocarbures totaux	Somme des résultats fourni par l'application des normes : NF EN ISO 9377-2 XP T 90-124
Phénols (en tant que C total) indice phénol	NF T90-109 ou NF EN ISO 14402
AOX	NF EN ISO 9562
Cyanures totaux	NF T90-107 ou NF EN ISO 14403

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 quels que soient la STEU considérée et le moment de la mesure.

Dans le cas des alkylphénols, il est demandé de rechercher simultanément les nonylphénols, les octylphénols ainsi que les deux premiers homologues d'éthoxylates² de nonylphénols (NP1OE et NP2OE) et les deux premiers homologues d'éthoxylates³ d'octylphénols (OP1OE et OP2OE). La recherche des éthoxylates peut être effectuée conjointement à celle des nonylphénols et des octylphénols par l'utilisation du projet de norme ISO/DIS 18857-2.

Les paramètres de suivi habituel de la station de traitement des eaux usées, à savoir la DCO (Demande Chimique en Oxygène), ou la DBO5 (Demande Biochimique en Oxygène en 5 jours) ou le COT (Carbone Organique Total), ainsi que les formes minérales de l'azote (NH₄⁺ et NO₃⁻) et du phosphore (PO₄³⁻) en fonction de l'arrêté préfectoral en vigueur, et les MES (Matières en Suspension) seront analysés systématiquement dans chaque effluent selon les normes en vigueur afin de vérifier la représentativité de l'activité de l'établissement le jour de la mesure.

Les performances analytiques à atteindre pour les eaux résiduaires sont indiquées dans l'annexe 1.

² Les éthoxylates de nonylphénols et d'octylphénols constituent à terme une source indirecte de nonylphénols et d'octylphénols dans l'environnement

³ ISO/DIS 18857-2 : Qualité de l'eau – Dosage d'alkylphénols sélectionnés- Partie 2 : Détermination des alkylphénols, d'éthoxylates d'alkylphénol et bisphénol A – Méthode pour échantillons non filtrés en utilisant l'extraction sur phase solide et chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse après dérivation.