

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

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

### **1. Echantillonnage**

#### **1.1 Dispositions générales**

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

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

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

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

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

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

Ces exigences sont considérées comme respectées pour un organisme accrédité.

## 1.2 *Opérations d'échantillonnage*

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

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

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

## 1.3 *Opérateurs d'échantillonnage*

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

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

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

## 1.4 *Conditions générales de l'échantillonnage*

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

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

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

- Flaconnage : nature, volume ;
- Etiquettes stables et ineffaçables (identification claire des flacons) ;
- Réactifs de conditionnement si besoin ;
- Matériel de contrôle qualité (flaconnage supplémentaire, eau exempte de micropolluants à analyser, etc.) si besoin ;
- Matériel de réfrigération (enceintes et blocs eutectiques) ayant la capacité de maintenir une température de transport de  $(5 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ .

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

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

Les échantillons seront répartis dans les différents flacons fournis par le laboratoire selon les prescriptions des méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux micropolluants à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3. A défaut d'information dans les normes pour les micropolluants organiques, le laboratoire retiendra les flacons en verre brun équipés de bouchons inertes (capsule téflon<sup>®</sup>). 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<sup>®</sup> de diamètre intérieur supérieur à 9 mm, d'un flacon collecteur d'un volume de l'ordre de 20 litres en verre. Dans le cas d'un échantillonneur à pompe péristaltique, le tuyau d'écrasement sera en silicone. Le remplacement du tuyau d'écrasement en silicone sera effectué dans le cas où celui-ci serait abrasé. Pour les échantillonneurs à pompe à vide, il est recommandé d'utiliser un bol d'aspiration en verre.

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

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

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

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

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

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

Tout matériel entrant en contact avec l'échantillon devra faire l'objet de contrôles qualité afin de s'assurer de l'absence de contamination et/ou de perte d'analytes. La méthodologie pour réaliser un blanc de système d'échantillonnage pour les opérations d'échantillonnage est fournie dans le FD T90-524.

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

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

### 1.7 *Echantillon*

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

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

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

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

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

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

## 1.8 *Blancs d'échantillonnage*

Le blanc de système d'échantillonnage est destiné à vérifier l'absence de contamination liée aux matériaux (flacons, tuyaux, système d'agitation) utilisés ou de contamination croisée entre échantillonnages successifs. Il appartient à l'organisme d'échantillonnage de mettre en œuvre les dispositions permettant de démontrer l'absence de contamination. La transmission des résultats vaut validation et le maître d'ouvrage de la station d'épuration sera donc réputé émetteur de tous les micropolluants retrouvés dans son rejet, aux teneurs correspondantes. Il lui appartiendra donc de contrôler toute absence de contamination avant transmission des résultats. Les résultats des analyses correspondant au blanc de système d'échantillonnage prélèvement seront à transmettre et devront être contrôlés par les agences de l'eau.

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

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

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

## 2. **Analyses**

### 2.1 *Dispositions générales*

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

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

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

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

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

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

d'échantillonnage et de ce fait, responsable solidaire de la qualité des résultats d'analyse avec le prestataire d'analyse.

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

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

## 2.2 *Prise en charge des échantillons*

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

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

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

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

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

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

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

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

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

### 2.3 Paramètres de suivi habituel de la STEU

Les paramètres de suivi habituel de la STEU (entrée et sortie) seront analysés systématiquement (sans séparation des fractions dissoutes et particulières) 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 DBO<sub>5</sub> (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>9</sup>
DBO <sub>5</sub>	1313	NF EN 1899-1 <sup>10</sup>
DCO	1314	NF T 90-101
ST-DCO	6396	ISO 15705 <sup>11</sup>
Carbone organique (COT)	1841, support 23 (eau brute non filtrée)	NF EN 1484

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

### 2.4 Les métaux

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

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

<sup>9</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>10</sup> Dans le cas de teneurs basses, inférieures à 3 mg/l, la norme NF EN 1899-2 est utilisable.

<sup>11</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.

## 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  $\mu\text{gorganoétaincation /L}$ .
- 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 particulières sont extraites et analysées séparément avec les méthodes adaptées. Dans ce cas, la concentration agrégée (ci-après  $C_{\text{agrégée}}$ ) est recalculée selon le protocole décrit ci-après.

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

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

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

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

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

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

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

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