

# Campagne RSDE 2

## *Boîte à outils*

**Johan LAVIELLE**  
**DRIEE Ile-de-France**  
**Service Eau Sous-Sol**  
**17 mars 2011**

Ressources, territoires, habitats et logement  
Energies et climat Développement durable  
Prévention des risques Infrastructures, transports et mer

**Présent  
pour  
l'avenir**



Liberté • Égalité • Fraternité  
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

PRÉFET DE LA RÉGION  
D'ÎLE-DE-FRANCE

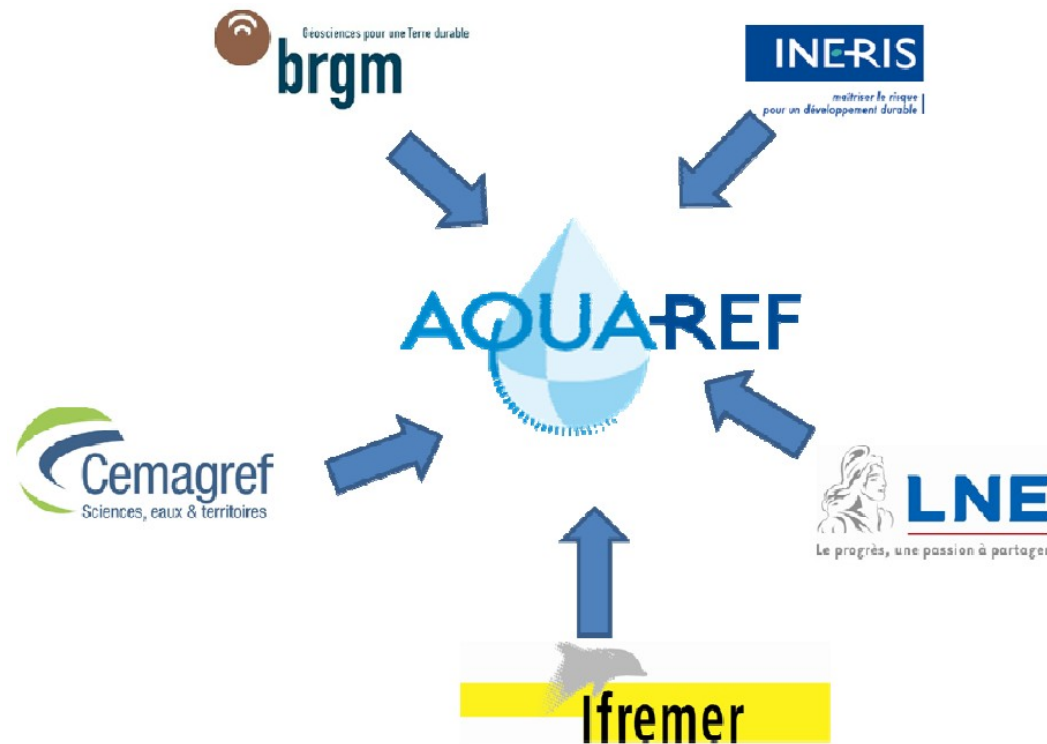
Direction régionale  
et interdépartementale  
de l'Environnement  
et de l'Énergie

ÎLE-DE-FRANCE

Direction régionale et interdépartementale de l'Environnement et de l'Énergie  
d'Ile-de-France

# AQUAREF

- Laboratoire national de référence pour la surveillance des milieux aquatiques (<http://www.aquaref.fr>)



- Élabore des règles relatives aux processus de mesure, de prélèvement et d'analyse afin de fiabiliser la qualité des données de surveillance

# AQUAREF

- Création d'un espace d'échanges entre les laboratoires, les experts et les donneurs d'ordres sur les pratiques d'échantillonnage/analyses en assainissement pour la mesure des micropolluants
  - Organisation de journées techniques : pratiques d'échantillonnage, de prélèvement, de conditionnement et d'analyses des micropolluants en assainissement  
<http://www.aquaref.fr/journee-echanges-avec-les-laboratoires-sur-les-analyses-des-substances-en-rejets-canalises>
- Groupes de travail :
  - Homogénéisation des échantillons lors du conditionnement
  - Blancs de prélèvement
  - Choix du matériel et procédure de nettoyage
  - Conservation des échantillons avant analyse
  - Incertitudes liées aux échantillonneurs automatiques
  - Pré-traitements des échantillons sur site

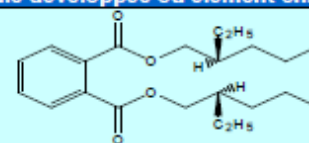




# SUBSTANCES DE LA DIRECTIVE CADRE EAU



Di(2-ethylhexyl)phthalate (DEHP)



Code Sandre

Numéro CAS

Log Kow

Solubilité dans eau [µg/L]

1461

117-81-7

7,5

3

Support de surveillance, fraction à analyser et codes Sandre associés

Support	Code Support	Fraction	Code Fraction	Support	Code Support	Fraction	Code Fraction
Eau	3	Eau brute	23	Sédiment	6	Particules < 2 mm	32

NQE [µg/L]

Au laboratoire - Matrice eau

Au laboratoire - Matrice sédiment

Eaux souterraines	Eaux de surface intérieures	Autres eaux surface
non applicable	1,3	1,3

Analyse : Exemples Extraction/Digestion	
Minéralisation/Extraction - Norme	Minéralisation/Extraction - Intitulé
NF EN ISO 18856 (Qualité de l'eau)	Dosage de certains phtalates par chromatographie phase gazeuse/spectrométrie de masse après extraction sur phase solide (SPE)
NF EN ISO 6468 §7.2 "Extraction et séparation" (Qualité de l'eau)	Utilisation de la procédure d'extraction de la norme NF EN ISO 6468 Dosage de certains insecticides organochlorés, des polychlorobiphényles et des chlorobenzènes - Extraction liquide-liquide
EPA 3510 & EPA 3520	Extraction liquide/ liquide & extraction liquide / liquide en continu

Analyse : Exemples Extraction / Digestion	
Minéralisation/Extraction - Norme	Minéralisation/Extraction - Intitulé
Projet Horizontal CSS99042 **	Détermination des phtalates dans les déchets solides, boues, sédiments, sols . Extraction liquide / solide et quantification des phtalates par chromatographie phase gazeuse / spectrométrie de masse
EPA 3540 & EPA 3541	Extraction Soxhlet & Extraction Soxhlet automatisé
EPA 3545	Extraction sous pression, à haute température (ASE)

Néant

Sur le terrain - Matériel de prélèvement

Analyse - Exemples Méthodes analytiques			
Analyse - Norme	Analyse - Intitulé	LQ usuelles [µg/L]	Atteinte NQ/3 [O/N]
NF EN ISO 18856 (Qualité de l'eau)	Dosage de certains phtalates par chromatographie phase gazeuse / spectrométrie de masse (GC/MS)	0,1 à 1 (par extraction liquide / solide selon la norme NF EN ISO 18856) 0,1 à 0,5 (par extraction liquide / liquide selon la norme NF EN ISO 6468)	O / N (extraction liquide/solide) O (extraction liquide/liquide)
EPA 8061A***	Détermination des phtalates par chromatographie en phase gazeuse / détection par capture d'électron (GC/ECD)	0,9	N

Analyse - Exemples Méthodes analytiques			
Analyse - Norme	Analyse - Intitulé	LQ usuelles [µg/kg] matière sèche	Atteinte NQ/3 [O/N]
Projet Horizontal CSS99042 **	Détermination des phtalates dans les déchets solides, boues, sédiments, sols . Extraction liquide / solide et quantification des phtalates par chromatographie phase gazeuse / spectrométrie de masse (GC/MS)	100 à 500	O
EPA 8061A***	Détermination des phtalates par chromatographie en phase gazeuse, détection par capture d'électron (GC/ECD)	30 à 100	O

.. Choisir son matériel en fonction de l'objectif du prélèvement, la nature de l'eau et de la quantité à prélever  
 .. Eviter l'utilisation de matériels intermédiaires (entonnoirs, louches etc...) pour le remplissage des flacons  
 .. Système de prélèvement en inox ou en verre  
 .. Bannir système de prélèvement en matériaux plastiques (typ polychlorure de vinyle PVC et polyéthylène téréphtalate PET) reconnu comme pouvant relarguer des phtalates  
 .. Si des parties en matériaux plastiques sont inévitables dans système de prélèvement, rincer le système avec au moins 5 fois le volume de l'échantillon \*  
 .. Dans tous les cas, s'assurer de l'absence de relargage du système de prélèvement (blanc du système de prélèvement)

DEVIS TYPE		Coût unitaire	Nbre de points	Nb Analyse	Coût global (€ HT)
Eaux de rejet	<b>Conception</b>		<b>Liste des questions à poser aux prestataires</b>		
	· Visite préliminaire Forfait		<b>Appareil de prélèvement</b>		
	· Déplacement Forfait		Dans le cadre de cette étude, quels sont les matériaux utilisés pour les organes de l'appareil de prélèvement ? (type de tuyau pour la ligne d'échantillonnage, nature des flacons de collecte, nature bol ou type tuyau d'écrasement etc...)		
	<b>Rejet : Opérations de prélèvement</b>				
	<b>Type de Prélèvement :</b>		Sur quels points, assurez-vous le contrôle métrologique de l'appareil de prélèvement ? A quelle fréquence ?		
	· Continu sur 24 heures à température contrôlée (y compris homogénéisation...) asservi temps				
	· Continu sur 24 heures à température contrôlée (y compris homogénéisation...) asservi débit				
	· Discontinu à partir de ponctuels multiples (bachées)		Comment vous assurez-vous que les organes de l'appareil de prélèvement n'apportent pas de contamination ?		
	· Ponctuel				
	<b>Mesure de débit :</b>		Comment garanzissez-vous une température contrôlée au sein de l'appareil de prélèvement ?		
	· Mesure Débitmètre exploitant				
	· Mesure Débitmètre prestataire		<b>Débitmètre</b>		
	· Estimation (compteurs d'eau, bilan hydrique)				
	· Supplément installation mesure de débit "déversoir"		Dans le cadre de cette étude, le débitmètre mis en œuvre sera-t-il celui de l'exploitant ou le votre ?		
	<b>Constitution de(s) l'échantillon(s) en vue de l'analyse :</b>		Si vous utilisez votre propre débitmètre, à quelle fréquence, réalisez-vous le contrôle métrologique de celui-ci ?		
	Transport de(s) l'échantillon(s) sous 24 heures dans une enceinte maintenue à une température égale à 5±3°C conformément à l'annexe 5 (§3.5) de la circulaire.		Quels points sont réellement étudiés lors du contrôle métrologique ? Qui le réalise ?		
	<b>Assurance Qualité liée au prélèvement :</b>				
	· Contrôle métrologique de l'appareil automatique conformément à l'annexe 5 (§3.4) de la circulaire.		Si vous utilisez le débitmètre de l'exploitant, quel type de contrôle métrologique allez-vous réaliser en absence de justificatif d'étalonnage auprès d'un organisme accrédité ? A quelle fréquence ?		
	· Contrôle débitmètre par organisme accrédité conformément à l'annexe 5 (§3.3) de la circulaire.				
	· Contrôle débitmètre par mesure comparative conformément à l'annexe 5 (§3.3) de la circulaire.				
	· Blanc de système de prélèvement (3 heures)		<b>Constitution de(s) l'échantillon(s) en vue de l'analyse</b>		
	· Blanc d'atmosphère (si besoin)		Où assurez-vous l'homogénéisation de l'échantillon avant constitution des échantillons destinés à l'analyse ? sur site, au laboratoire ?		
	<b>Rejet : Analyse des substances (selon secteurs de la circulaire 5 janv)</b>				
	Contrôle de la température à réception de l'enceinte		Quelle méthodologie mettez-vous en œuvre afin d'assurer une homogénéisation de l'échantillon collecté ?		
Analyse : MES [ ], DCO [ ], COT [ ] (cochez la mention utile)					
Valeur MES attendue dans le (s) rejet (s) : (cocher la mention utile)		Quelles précautions mettez-vous en œuvre lors de l'homogénéisation afin de limiter les risques de contamination ?			
· MES ≤ 50 mg/l [ ]					
· 50 mg/l < MES < 250 mg/l [ ]		Comment assurez-vous la répartition dans les différents flacons destinés à l'analyse en garantissant une représentativité de l'échantillon collecté ?			
· MES ≥ 250 mg/l [ ]					
Analyse PBDE dans MES (si prescrite) quand MES ≥ 50 mg/l		<b>Transport de(s) l'échantillon(s)</b>			
Analyses Blanc de système de prélèvement		Quels moyens avez-vous mis en œuvre pour respecter les exigences de la circulaire en terme de délai (sous 24 heures) et de température (enceinte à 5±3°C) ?			
Analyses Blanc d'atmosphère					
Sous traitance analytique		Comment vérifiez-vous la température à réception de l'enceinte ? Quels sont vos critères d'acceptation de vos échantillons pour la température ?			
Substances demandées par exploitant (n'entrant pas dans son APC)					
<b>Sous total Eaux de rejet</b>				<b>0,00 €</b>	

# CCTP du SIAAP

## Prélèvement et analyses micropolluants sur eaux résiduaires

- Échelles STEU et ICPE
- Reprend les recommandations techniques des annexes 2 (STEU) et 5 (ICPE) :
  - norme « échantillonnage » et guide « prélèvement d'eau résiduaire »
  - délai de 24 heures entre fin du prélèvement et envoi au laboratoire pour analyse
  - type d'échantillonneurs à utiliser, réfrigérés à  $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$
  - contrôle métrologique de l'appareil de prélèvement
  - blanc du système de prélèvement et blanc d'atmosphère
  - protocole si effluents trop concentrés en MES (supérieur à 50 mg/l)
- Délai de 3 semaines entre la date de prélèvement et la date de restitution des résultats
- Absence d'accréditation acceptée pour certains paramètres : chloroalcanes, diphényléthers bromés, alkylphénols et hexachloropentadiène.
- Rappel des exigences de la directive 2009/90/CE du 31 juillet 2009 dite QA/QC (spécifications techniques pour l'analyse chimique du milieu)
  - incertitudes inférieures à 50% et LQ inférieures à 1/3 de la NQE
- Modèle de format de document à rendre en annexe

# Le raccordement des eaux non domestiques

- Réseaux et STEU non dimensionnés pour traiter les micropolluants : sécurité du personnel, dysfonctionnement, contamination du rejet et des boues, etc.
- Régularisation des autorisations de rejets non domestiques dans les réseaux au titre du L.1331-10 du code de la santé publique et de l'article 6 de l'arrêté ministériel du 22 juin 2007 (conditions de déversement d'eaux usées non domestiques dans les réseaux eu égard à leur incidence sur la composition des rejets de stations au regard des NQ milieux et celle des boues d'épuration)
- Amélioration de l'échange de données ICPE – Collectivité à travers un accès à GIDAF



# Le raccordement des eaux non domestiques

- Obligatoire pour tout déversement d'eaux usées non domestiques dans le réseau public de collecte
- Relève du droit public : autorisation délivrée par la collectivité qui reçoit l'effluent, après avis de la personne publique en charge du transport et de l'épuration à l'aval. Demande considérée comme rejetée à défaut de réponse dans un délai de 4 mois
- Est une mesure nominative et à durée déterminée. Elle est révoquée à tout moment pour motif d'intérêt général.
- Fixe les paramètres techniques et notamment :
  - les caractéristiques quantitatives et qualitatives que doivent présenter les effluents pour être admis
  - les modalités de surveillance et de contrôle des effluents rejetés
  - les dépenses et participations aux investissements liés au service rendu
  - les sanctions en cas de non respect
- Données incorporées au rapport annuel d'exploitation du système d'assainissement adressé par le gestionnaire au SPE et à l'AE
- Peut être complétée par une convention de déversement (facultatif, droit privé)

# Le raccordement des eaux non domestiques

- L. 1337-2 du Code de la Santé Publique :

« Est puni de 10 000 euros d'amende le fait de déverser des eaux usées autres que domestiques dans le réseau public de collecte des eaux usées sans l'autorisation visée à l'article L.1331-10 ou en violation des prescriptions de cette autorisation »

- Code Général des Collectivités Territoriales :

« Les articles L. 2224-12-2 et R. 2224-19-1 à R. 2224-19-6 fixent les règles relatives aux redevances d'assainissement perçues par les collectivités locales, notamment celles concernant les effluents industriels raccordés »

**Police des réseaux = police du Maire ou du Président de l'EPCI si transfert**

- Circulaire du 18 avril 2005 : recommandations relatives aux contrôles du respect de la réglementation pour les SPE et à l'information du public
  - Annexe 6 : Modèle d'arrêté municipal d'autorisation de déversement d'eaux usées non domestiques
- SPI Vallée de Seine : Brochure sur les autorisations de déversement (2010)  
<http://www.spi-vds.org/documents/plaquettes/Drire%20SPI-liens%201%20planches.pdf>
- Action 8 du Plan micropolluants : Réduire les déversements de substances dans les réseaux de collecte des eaux usées
  - Appui méthodologique du MEDDTL aux collectivités pour la réalisation des diagnostics de pollution dans les réseaux et pour la démarche d'autorisation des rejets non domestiques
  - 2010 : Conclusions de la mission d'inspection du CGEDD sur la problématique de raccordements non domestiques aux réseaux d'assainissement collectif  
[http://www.cgedd.developpement-durable.gouv.fr/IMG/pdf/007088-01\\_rapport\\_cle2b1a11.pdf](http://www.cgedd.developpement-durable.gouv.fr/IMG/pdf/007088-01_rapport_cle2b1a11.pdf)
  - Calendrier :
    - ✓ 2011 : Identification des besoins et de la méthodologie à suivre
    - ✓ mi 2012 : Guide méthodologique destiné aux collectivités pour diagnostiquer / gérer les rejets de micropolluants dans leurs réseaux
    - ✓ mi 2012 : Référentiels « type » pour la rédaction des autorisations de déversement, convention, règlements de service, etc.

# Merci de votre attention

Ressources, territoires, habitats et logement  
Énergies et climat Développement durable  
Prévention des risques Infrastructures, transports et mer

Présent  
pour  
l'avenir



PRÉFET DE LA RÉGION  
D'ÎLE-DE-FRANCE

Direction régionale  
et interdépartementale  
de l'Environnement  
et de l'Énergie

ÎLE-DE-FRANCE

Direction régionale et interdépartementale de l'Environnement et de l'Énergie  
d'Île-de-France

[www.driee.ile-de-france.developpement-durable.gouv.fr](http://www.driee.ile-de-france.developpement-durable.gouv.fr)