

Recommandations techniques

*Surveillance des milieux aquatiques
Module spécifique DOM*

Contexte de programmation et de réalisation

Ce guide a été réalisé dans le cadre du programme d'activité AQUAREF pour l'année 2015, thème A «Recommandations, aide à la décision » - Action A3c – Appui AQUAREF aux DOM.

Auteurs

Jean-Philippe GHESTEM (BRGM)
Bénédicte LEPOT (INERIS)

Contact principal

Jean-Philippe GHESTEM (jp.ghestim@brgm.fr)

Référence du document

AQUAREF - Opérations d'échantillonnage d'eau pour la surveillance des milieux aquatiques - Module spécifique DOM - Recommandations techniques – Edition 2015

Droits d'usage

Accès public

Avec le soutien de



TABLE DES MATIÈRES

Préambule	6
1 Recommandations pour le transport des échantillons vers la métropole	6
1.1 Délais.....	6
1.2 Température	7
1.3 Conditionnement.....	7
1.4 Recommandations opérationnelles.....	7
2 Assurance qualité pour l'échantillonnage et l'analyse	9

Préambule

Les éléments ci-dessous précisent ou complètent certaines recommandations des guides techniques AQUAREF relatifs aux échantillonnages et analyses afin de prendre en compte les spécificités des DOM. Ces guides, dans leur intégralité, restent la base des recommandations AQUAREF pour la surveillance.

Les spécificités auxquelles ce document essaye de répondre sont principalement la nécessité de transporter des échantillons des DOM vers la métropole en l'absence de capacités analytiques locales (et les difficultés liées aux délais et à la chaîne du froid) mais aussi la difficulté encore plus grande en DOM de trouver des organismes accrédités sur les opérations d'échantillonnage.

1 Recommandations pour le transport des échantillons vers la métropole

Compte tenu de certaines durées incompressibles de transport, une attention toute particulière doit être portée aux étapes de transport et conservation des échantillons. Ces étapes doivent faire l'objet de discussions spécifiques avec les différents organismes concernés (préleveurs, bureaux d'étude, prestataires de transport et laboratoires) que ce soit au moment du choix des opérateurs et lors de la réalisation des campagnes de mesures. L'attention doit être portée à la fois sur les délais entre l'échantillonnage et le démarrage des opérations d'analyse et sur le respect de la chaîne du froid.

1.1 Délais

Les délais de conservation des échantillons sont un point clé de la qualité des résultats. Ces délais varient notamment en fonction des substances et de la matrice de l'échantillon. Des informations ou des exigences sur ces délais sont disponibles pour les laboratoires ou pour les préleveurs dans les normes d'analyse et dans la norme NF EN ISO 5667-3. Compte tenu de la diversité des substances à surveiller, un compromis est inévitable dans les recommandations pour la surveillance et notamment dans les guides AQUAREF. Ce compromis est basé par défaut sur les délais à respecter pour les substances les plus sensibles.

Dans les guides AQUAREF actuels, les recommandations sont de démarrer les opérations de laboratoire, incluant les étapes analytiques critiques destinées à éviter l'évolution de l'échantillon pour le paramètre considéré, à savoir :

- filtration et/ou stabilisation et/ou extraction pour les eaux,
- tamisage suivi d'une congélation éventuelle après tamisage, ou d'un séchage pour les sédiments,

au plus tard le lendemain de l'opération d'échantillonnage.

Une tolérance d'un jour supplémentaire pourra toutefois être acceptée dans des circonstances exceptionnelles si l'analyse de paramètres particulièrement sensibles n'est pas demandée (nitrites, ammonium, demande biologique en oxygène, chlorophylle, ...).

Afin d'assurer une cohérence entre les recommandations métropole et DOM, il est recommandé, dans la mesure du possible, de favoriser une analyse locale de ces substances. Cette liste n'est pas exhaustive. Elle est en cours de mise à jour, dans le cadre des actions AQUAREF dont l'objectif est de définir une liste de substances sensibles pour lesquelles un délai de mise en analyse doit être inférieur à 72h donc substances à analyser localement. Il est à noter également que, pour beaucoup de substances, le délai peut être augmenté par un prétraitement de l'échantillon ou l'ajout de réactifs de stabilisation sur site ou rapidement après échantillonnage. Des informations sur la nature des prétraitements et des stabilisants à utiliser sont disponibles dans la norme NF EN ISO 5667-3.

Compte tenu des retours d'expérience de l'étude prospective 2012, des échanges récents avec les Offices de l'Eau, DEAL, et des exigences techniques décrites ci-dessus, un compromis a été fait. Il s'agit d'un compromis technique qui pourra évoluer en fonction des travaux AQUAREF.

AQUAREF recommande donc, dans le cas d'un transport vers un laboratoire de métropole, un délai maximum de 72 heures entre l'échantillonnage et la prise en charge des échantillons par le laboratoire (incluant les premières étapes analytiques : filtration, stabilisation, extraction, ...). Cette position est une position provisoire dans l'attente des conclusions des études AQUAREF sur le sujet.

1.2 Température

La température des échantillons a un impact sur la stabilité des substances. Toutefois cet impact est difficile à estimer. Par défaut, les recommandations normatives pour garantir la fiabilité des données sont une réfrigération à $5 \pm 3^\circ\text{C}$ dès l'échantillonnage et ce jusqu'à l'analyse afin de limiter l'activité biologique au sein de l'échantillon.

En conformité avec la norme NF EN ISO 5667-3, AQUAREF recommande que les échantillons puissent être transportés dans une enceinte capable de maintenir une température de $5 \pm 3^\circ\text{C}$.

1.3 Conditionnement

Compte tenu des spécificités des DOM et des contraintes fortes en termes de température et délais de transport, il est particulièrement important que les échantillons soient parfaitement conditionnés et notamment que les flacons soient remplis à ras bord sauf exception dûment justifiée par le laboratoire. Le laboratoire doit fournir ses consignes de conditionnement (rinçage, remplissage) à l'organisme en charge du prélèvement et au demandeur.

1.4 Recommandations opérationnelles

Échanges entre les organismes impliqués dans la campagne

Pour ces étapes de la chaîne de mesure, une parfaite concertation entre le demandeur, l'organisme de prélèvement et le ou les laboratoires est indispensable. Elle devra faire l'objet d'échanges que ce soit au moment du choix des organismes et pendant la réalisation des campagnes de mesures.

La planification des campagnes de mesures est particulièrement importante pour optimiser le délai de prise en charge par le laboratoire et limiter les stockages prolongés. A réception, ces échantillons devront être pris en charge en priorité par le laboratoire (cette prise en charge inclut notamment les étapes d'extraction, de filtration,...).

La planification des campagnes de mesures devra également être organisée en fonction des horaires des vols vers la métropole et tenir compte de la date d'arrivée sur le sol de la métropole. Après prise en compte de l'ensemble des contraintes, les dates de prélèvements seront fixées. De façon

générale, il faut viser des échantillonnages principalement en tout début de semaine (lundi, mardi) afin de garantir une prise en charge impérative par le laboratoire en fin de semaine et éviter un stockage durant le week-end. L'équipe de prélèvement doit être impliquée dans l'ensemble des discussions et échanges avec le laboratoire.

Matériel de réfrigération

AQUAREF recommande que le matériel de réfrigération utilisé pour le transport des échantillons (glacière, blocs eutectiques) ait des performances thermiques conformes à la norme NF S 99-700¹ [a minima respect du profil de température sur 48 heures (annexe F n°ST-48-a) et idéalement respect du profil de température sur 96 heures (annexe G n°ST-96-a)].

Cette conformité est importante car elle permet une qualité minimale du matériel de réfrigération mais elle ne porte que sur la capacité globale de l'enceinte sans prise en compte de l'inertie thermique des échantillons. Une attention particulière devra être portée au suivi et au contrôle de la température durant le transport en conditions « réelles » (avec échantillons) afin d'adapter les consignes de conditionnement des glacières (augmentation éventuelle du nombre de blocs eutectiques). Idéalement ces essais devraient être menés avant le démarrage des opérations de surveillance.

L'organisme en charge du matériel de réfrigération devra fournir une notice explicative donnant les règles à respecter pour le bon conditionnement de la glacière et notamment le nombre, la qualité et le positionnement des blocs eutectiques en fonction du volume d'échantillons (les blocs eutectiques n'ont pas tous les mêmes performances), la durée de mise au froid des blocs eutectiques. Le matériel doit être envoyé suffisamment en avance afin que les organismes de prélèvement puissent respecter les durées de mise au froid des blocs eutectiques.

Il est recommandé que les glacières soient réfrigérées avant le début des opérations d'échantillonnage pour que les échantillons soient placés dans une enceinte déjà à température optimale.

A la fin de chaque journée de prélèvement, les échantillons sont regroupés et, pour ceux qui le nécessitent, sont expédiés en métropole. En fonction des circonstances, un reconditionnement dans de nouvelles glacières ou bien dans des glacières dont les blocs eutectiques auront été changés juste avant la prise en charge par le transporteur peut être réalisé afin de garantir le respect de la température durant le transport vers la métropole. En fonction des circonstances également, l'option suivante peut aussi être appliquée : après la journée de prélèvement, conservation en réfrigérateur pendant la nuit, puis envoi en glacière réfrigérée au plus tôt le lendemain matin. Cette solution a pour inconvénient d'ajouter un délai de 12 heures environ au délai d'acheminement des échantillons mais elle permet de garantir de façon quasi systématique une température conforme à l'arrivée des échantillons en métropole.

La mise en place de bonnes conditions de transport des échantillons implique également fortement le prestataire de transport. Si cela est possible, l'utilisation de chambres froides pour le stockage des glacières lors des phases de transit est un plus pour le respect de la chaîne du froid. Certains prestataires de transport proposent ce type de prestation en aérien et certains laboratoires proposent des transports réfrigérés dès la réception à l'aéroport en métropole.

AQUAREF recommande que la température de l'enceinte soit contrôlée et enregistrée de façon systématique à l'arrivée au laboratoire. Dans le contexte DOM, il est recommandé que ces données

¹ NF S 99-700 : Emballages isothermes et emballages réfrigérants pour produits de santé – Méthode de qualification des performances techniques.

soient restituées systématiquement au demandeur afin d'optimiser rapidement et régulièrement les conditions de transport et conditionnement des échantillons (actions correctives).

Il est recommandé que l'organisme en charge du matériel de réfrigération propose également une méthodologie de suivi en continu de la température interne des enceintes (type d'enregistreurs, fréquence, positionnement dans l'enceinte).

En lien avec les exigences de maintien en température mais aussi afin de diminuer les coûts de transport, il est recommandé de demander aux laboratoires de proposer spécifiquement pour les opérations en DOM des volumes de flaconnage optimisés minimisés tout en respectant les performances analytiques (LQ). Il est recommandé de prendre en compte ces éléments relatifs au volume global à échantillonner pour chaque station lors de la sélection du laboratoire.

2 Assurance qualité pour l'échantillonnage et l'analyse

La loi sur l'Eau et les Milieux Aquatiques impose que les laboratoires, opérant dans le cadre de la surveillance des masses d'eaux, soient agréés et de ce fait restituent leurs résultats sous couvert de l'agrément et de l'accréditation. Ces exigences sont générales pour la surveillance nationale. Dans le contexte DOM, AQUAREF recommande que les laboratoires précisent les conditions pour lesquelles un paramètre accrédité ne serait pas rendu sous accréditation notamment pour des raisons liées au délai de transport.

L'arrêté du 27/10/2011, relatif à l'agrément des laboratoires par le Ministère chargé de l'Environnement, impose aux laboratoires agréés de faire appel à un organisme accrédité pour les opérations d'échantillonnage. AQUAREF recommande donc que les organismes d'échantillonnage soient accrédités pour les opérations d'échantillonnage et pour les mesures sur site.

Dans le cas où l'organisme revendique un système d'assurance qualité (accréditation par exemple), les résultats devront, sauf exception dûment justifiée, être remis sous couvert de ce système qualité. Si toutefois, notamment en contexte DOM, les organismes ne sont pas accrédités, il est recommandé de satisfaire aux exigences ci-dessous :

- Établir et disposer de procédures écrites détaillant l'organisation d'une campagne de mesures, le suivi métrologique des appareillages de terrain, 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 seront accessibles aux préleveurs sur le terrain.
- Assurer la traçabilité documentaire des opérations d'échantillonnage à toutes les étapes de la préparation de la campagne de mesure jusqu'à la restitution des données. Une « fiche de terrain » sera mise en place pour la réalisation des échantillonnages et le recueil des mesures et observations de terrain (cf exemples dans les guides techniques AQUAREF).
- Préciser les moyens que l'organisme (ainsi que sous-traitants et cotraitants) mettra à disposition pour assurer la bonne réalisation des échantillonnages ainsi que les documents de référence à respecter et les intervenants habilités (nominatif) en précisant leur rôle et responsabilité dans le processus de l'opération.
- Participer à des comparaisons interlaboratoires sur les mesures sur site (pH, conductivité au minimum mais aussi éventuellement turbidité) pendant la durée des campagnes de surveillance (exemples d'organismes d'essais d'intercomparaison : AGLAE, BIPEA).
- Justifier pour chaque opérateur de terrain d'une formation, habilitation au sein de son organisme ou via des formations externes.

- Disposer des équipements de protection individuels adéquats (par exemple : gants en nitrile et bottes) et s'en équiper avant toute intervention et toute manipulation afin de prévenir les risques de contamination des échantillons par le préleveur et du préleveur par le milieu.
- Fournir une attestation de lecture des guides techniques AQUAREF relatifs aux échantillonnages ou du cahier des charges concerné.

www.aquaref.fr

