

# Visites sur site destinées à évaluer l'application des guides techniques AQUAREF sur l'échantillonnage

## Améliorer les opérations d'échantillonnage

JP. Ghestem (BRGM) et B. Lepot (INERIS)  
avec la collaboration de F. GAL (BRGM)

Décembre 2015

Programme scientifique et technique  
Année 2015

Note de synthèse

En partenariat avec





## Contexte de programmation et de réalisation

---

Ce rapport a été réalisé dans le cadre du programme d'activité AQUAREF pour l'année 2015.

Auteur (s) :

*Jean-Philippe Ghestem*  
BRGM  
[jp.ghestim@brgm.fr](mailto:jp.ghestim@brgm.fr)

*Bénédicte Lepot*  
INERIS  
[b.lepot@ineris.fr](mailto:b.lepot@ineris.fr)

Avec la collaboration de Frédéric Gal  
BRGM  
[f.gal@brgm.fr](mailto:f.gal@brgm.fr)

---

Vérification du document :  
*Nathalie Guigues*  
LNE  
[nathalie.guiges@lne.fr](mailto:nathalie.guiges@lne.fr)

## Les correspondants

---

Onema : I. Barthe Franquin, DCIE, [isabelle.barthe-franquin@onema.fr](mailto:isabelle.barthe-franquin@onema.fr)  
Etablissement : JP. Ghestem, BRGM, [jp.ghestim@brgm.fr](mailto:jp.ghestim@brgm.fr)

Référence du document : JP. Ghestem, B. Lepot - Visites sur site destinées à évaluer l'application des guides techniques AQUAREF sur l'échantillonnage - Rapport AQUAREF 2015 - 20 pages.

Droits d'usage :	<b><i>Accès libre</i></b>
Couverture géographique :	<b><i>International</i></b>
Niveau géographique :	<b><i>National</i></b>
Niveau de lecture :	<b><i>Professionnels, experts</i></b>
Nature de la ressource :	<b><i>Document</i></b>

## **1. OBJECTIF DE L'ACTION**

Depuis sa création, AQUAREF a identifié l'échantillonnage comme une étape clé de la fiabilité des données. De nombreuses actions destinées à améliorer les opérations d'échantillonnage ont donc été menées dans ce cadre (études d'impact de matériel, essais collaboratifs, mise en place de formations, normalisation,...). Ces différentes actions ont abouti à la rédaction par AQUAREF de guides techniques pour les opérations d'échantillonnage dans le cadre de la DCE. Ces guides sont pour l'instant principalement à destination des agences de bassin pour aider à la rédaction des cahiers des charges techniques de leurs marchés.

Suite à la parution de ces guides en 2011 et à leur prise en compte progressive par les agences de bassin, AQUAREF a proposé en 2013 de démarrer une évaluation de l'application de ces guides et de leur applicabilité opérationnelle.

Pour atteindre l'objectif ci-dessus, depuis 2013, des visites sur site ont été proposées par AQUAREF, avec les prestataires des agences de bassin lors de leurs campagnes d'échantillonnage sur les réseaux de surveillance DCE. Ces visites ne sont en aucun cas des « audits » au sens par exemple « d'audits clients » effectués par certaines agences ou bien « d'audits » COFRAC pour l'accréditation. Il s'agit, dans un cadre de « routine », de pouvoir observer les pratiques d'échantillonnage et de mesures sur site, de vérifier si les spécifications techniques proposées par AQUAREF à travers ses guides sont appliquées ou applicables, si certaines doivent être renforcées, d'autres allégées, ... L'objectif général est une amélioration des guides techniques AQUAREF relatifs à l'échantillonnage. Ces visites concernent dans un premier temps l'échantillonnage des cours d'eau (hors eaux de transition) et des eaux souterraines.

En 2013 et 2014 des premiers bilans<sup>12</sup>, disponibles sur le site AQUAREF ont été dressés après avoir visité des prestataires d'opérations d'échantillonnage en cours d'eau retenus par les agences de bassin Rhône Méditerranée Corse, Seine Normandie, Loire Bretagne et Rhin Meuse et des équipes de prestataires des opérations d'échantillonnage en eau souterraine retenus par les agences de l'eau Seine Normandie, Rhin Meuse et Loire Bretagne.

---

<sup>1</sup> GHESTEM JP, LEPOT B, Visites sur site destinées à évaluer l'application des guides techniques AQUAREF sur l'échantillonnage, Rapport AQUAREF 2013, 20 pages.

<sup>2</sup> GHESTEM JP, LEPOT B, Visites sur site destinées à évaluer l'application des guides techniques AQUAREF sur l'échantillonnage, Rapport AQUAREF 2014, 20 pages.

## **2. ORGANISATION DE L'ACTION**

En 2015, les agences de l'eau n'ayant pas bénéficié de visites soit en cours d'eau soit en eau souterraine en 2013 et 2014 ont été contactées. Seule l'agence de l'eau Adour Garonne n'a pas pu bénéficier de ces visites en 2015 (des visites pourront avoir lieu dans le cadre de la programmation AQUAREF 2016-2018).

Ces visites ont été effectuées par des représentants d'AQUAREF. Elles ont été préparées avec l'agence concernée. Les représentants de l'agence n'étaient pas présents pendant les visites à l'exception de l'agence de l'eau Rhône Méditerranée Corse.

Les types de contexte, de périodes ont été choisis en collaboration avec les agences puis AQUAREF a pris contact avec les prestataires en charge des opérations d'échantillonnage afin de déterminer les dates exactes de ces visites. L'objectif était de réaliser ces visites en impactant au minimum le travail du prestataire lors de sa tournée.

	<b>Eaux Superficielles</b>	<b>Eau souterraine</b>
<b>Agences</b>	AP	RMC, AP
<b>Nombre de prestataires</b>	1	2
<b>Nombre de préleveurs rencontrés</b>	5	2
<b>Nombre de stations visitées</b>	21	9
<b>Période des visites</b>	Avril-Mai	Septembre-Octobre
<b>Nombre de jours sur le terrain</b>	3	2

Dans le cas des eaux de surface, les échantillonnages sur les stations visitées ont concerné majoritairement des échantillonnages indirects dans les cours d'eau. Ce type d'échantillonnage (prélèvement indirect) est très pratiqué dans les secteurs géographiques étudiés.

En ce qui concerne les eaux souterraines, les échantillonnages ont été variés et ont concerné à la fois des stations de pompage de type AEP, des échantillonnages en piézomètre et en source. Le prélèvement de type AEP reste cependant majoritaire.

### 3. CONSTATS

Les constats observés sur le terrain durant les diverses visites réalisées auprès d'organismes de prélèvement travaillant dans le cadre du réseau de contrôle des eaux souterraines ou des eaux superficielles (uniquement les cours d'eau) ont été déclinés par thème. Les thèmes retenus sont :

- Agences de l'eau (constats réalisés relevant de la responsabilité de l'agence),
- Organisme de prélèvement,
- Personnel,
- Matériel utilisé durant l'échantillonnage,
- Flaconnage fourni par le laboratoire,
- Mesures in situ,
- Protocoles d'échantillonnage,
- Assurance qualité,
- Conservation, transport et chaîne du froid.

Les constats communs (points forts ou points faibles) c'est-à-dire observés dans les deux milieux (eaux superficielles et eaux souterraines) ont été regroupés. **Il est important de préciser que les points identifiés comme forts ou faibles n'ont pas été systématiquement observés pour tous les prestataires. Il s'agit donc d'observations qui peuvent être ponctuelles pour un prestataire. Elles sont mises en avant afin d'illustrer les points qui paraissent positifs dans les pratiques et les points à améliorer y compris pour certains dans les guides AQUAREF.**

De façon générale, ces constats ne s'appliquent bien évidemment qu'aux situations observées et ne doivent en aucun cas être généralisées aux différents préleveurs, stations, agences, ...

Il est à noter que les agences concernées par ces visites organisent dans le cadre de leur marché des audits et/ou des contrôles auprès de leurs prestataires d'échantillonnage. Il semble que ces audits améliorent les pratiques et donc la fiabilité des données.

Par ailleurs il a été noté lors des visites 2015 une volonté d'améliorer les pratiques pour fiabiliser les données.

### **3.1 CONSTATS RELATIFS AUX RESPONSABILITÉS DES AGENCES (STATIONS, DOCUMENTS À DESTINATION DES PRESTATAIRES)**

Les fiches station sont de qualité inégale en fonction des agences de l'eau. Certaines fiches fournies par les agences de l'eau sont très détaillées (accès, type de prélèvement à mettre en œuvre, photos présentant vue aval, vue amont de la station, coordonnées Lambert 93, extrait de cartes) permettant une grande sûreté sur le lieu du point de prélèvement. Dans d'autres cas, les fiches fournies semblent insuffisamment précises et peuvent conduire à des doutes sur le lieu exact d'échantillonnage (absence de coordonnées GPS, par exemple).

Les doutes du préleveur ou les modifications devraient systématiquement faire l'objet d'une formalisation par le préleveur puis d'une validation par l'agence. Ceci devrait faire l'objet d'un point important des échanges entre l'agence et le prestataire, lors du lancement du marché et régulièrement par la suite.

Par ailleurs, les stations devraient faire l'objet d'une visite régulière de la part de agences de l'eau afin d'en vérifier la pertinence et si besoin de faire évoluer la station ou le point d'échantillonnage sur la station.

Que ce soit par l'agence de l'eau ou par le prestataire, la mise à jour régulière de la fiche station est un élément clé de la fiabilité des données.

### **3.2 CONSTATS RELATIFS À L'ORGANISME DE PRÉLÈVEMENT**

Pour les cours d'eaux le prestataire rencontré était accrédité sur les opérations d'échantillonnage pour le milieu considéré et sur les essais physico chimiques sur site. Ce prestataire a en plus de son activité « échantillonnage » une activité de laboratoires.

Pour les eaux souterraines un prestataire est accrédité sur les eaux souterraines et possède une activité de laboratoire. L'autre possède également une activité de laboratoire mais n'est pas accrédité spécifiquement sur les eaux souterraines. Il est cependant accrédité sur l'échantillonnage de plusieurs autres milieux dont l'échantillonnage pour les eaux de consommation, incluant l'échantillonnage en station AEP.

De façon générale, il a été observé une bonne disponibilité sur site des procédures d'échantillonnage et de mesure sur site, des procédures qualité ainsi qu'une bonne disponibilité des fiches stations. Dans certains cas cependant la fiche station n'était pas disponible mais le préleveur connaissait bien le site.

Certains organismes avaient pris connaissance des précédents rapports de visite AQUAREF et avaient très certainement pris en compte certaines recommandations de ces rapports. Ceci peut être vu sous l'angle d'une modification des pratiques habituelles impactant les constats observés. Mais de façon beaucoup plus positive, cette action AQUAREF semble donc un moyen supplémentaire de diffuser les bonnes et les mauvaises pratiques auprès des organismes de prélèvement à partir d'observations très concrètes sur le terrain.

### 3.3 CONSTATS RELATIFS AU PERSONNEL

<p><b>Points forts</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>Commun</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Niveau élevé de formation initiale des préleveurs rencontrés (de Bac +2 à Bac +5).</li> <li>• Expérience des préleveurs rencontrés et/ou identification d'opérateurs référents.</li> <li>• Maintien régulière des compétences.</li> <li>• Réalisation d'essais d'intercomparaison sur les mesures in situ (en conditions maîtrisées).</li> </ul>
	<p style="text-align: center;"><b>Eaux superficielles</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Deux personnes sur le terrain : bonne organisation et définition des tâches dans l'équipe</li> <li>• Bonne sensibilisation aux risques de contamination et volonté d'améliorer les pratiques (avis critique sur le flaconnage réceptionné).</li> <li>• Port de gants adaptés (nitriles).</li> <li>• Avis critique lors des mesures in situ (réflexe de se rapprocher des données historiques et réflexe à utiliser les sondes de remplacement en cas de doute).</li> </ul>
	<p style="text-align: center;"><b>Eaux souterraines</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Bonne approche des stations (enquête auprès des gestionnaires, analyse du contexte notamment des sources, ...)</li> </ul>
<p><b>Points faibles</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>Eaux superficielles</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Manipulations inadaptées des flacons et des bouchons : contacts trop fréquents avec l'intérieur des flacons et surtout des bouchons.</li> </ul> <p style="text-align: center;"><b>Eaux souterraines</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Pas de port de gants. Même s'il est difficile de quantifier l'impact de l'absence de gants, la recommandation AQUAREF reste une utilisation systématique de gants nitriles à usage unique lors des opérations d'échantillonnage et de conditionnement compte tenu du large spectre de familles chimiques à rechercher (dont des familles très sensibles à la contamination) et des niveaux de concentration visés.</li> </ul>

Sur les visites réalisées, les préleveurs n'ont pas suivi une formation externe spécifique sur l'échantillonnage du milieu concerné. Les habilitations sont décernées par compagnonnage interne. Compte tenu de quelques points faibles observés, le contenu de ces compagnonnages devrait être renforcé le cas échéant. La participation à des formations externes est un moyen de répondre à certaines insuffisances de ces compagnonnages internes. Ce rapport pourra également donner quelques pistes sur les points sensibles à améliorer.

Par ailleurs, il est à noter qu'un compagnonnage décrit en général des procédures techniques standards mais n'aborde que rarement des spécificités techniques mentionnées par des clients spécifiques comme cela peut être le cas des marchés de surveillance environnementale.

### 3.4 CONSTATS RELATIFS AU MATÉRIEL UTILISÉ POUR L'ÉCHANTILLONNAGE

<p><b>Points forts</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>Eaux superficielles</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Mise en place des procédures de nettoyage hebdomadaire.</li> <li>• Seaux conformes aux exigences.</li> <li>• Seau dédié aux opérations d'échantillonnage et seau dédié aux mesures in situ. Ceci limite les risques d'utilisation de l'eau utilisée pour les mesures in situ pour remplir les flacons destinés à l'analyse.</li> </ul> <p style="text-align: center;"><b>Eaux souterraines</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Utilisation de cannes de prélèvement et de flacon collecteur adapté à certains prélèvements de source.</li> <li>• Bon rinçage du matériel intermédiaire (canne de prélèvement)</li> </ul>
	<p><b>Points faibles</b></p>

Durant ces visites en eau souterraine, il a été observé l'utilisation de tuyaux en silicone. Ce type de tuyau semble peu fréquent parmi les prestataires d'échantillonnage utilisant des pompes. Il n'a en conséquence pas été testé dans les études AQUAREF concernant l'impact du matériel d'échantillonnage en eau souterraine notamment sur des paramètres sensibles comme les phtalates, le bisphénol A, les alkylphénols, ... Il sera nécessaire dans l'avenir de vérifier la compatibilité de ce type de tuyau avec les substances recherchées en eau souterraine. Le rapport bibliographique AQUAREF 2011 (Nature des tuyaux utilisés en échantillonnage d'eau souterraine : impact sur la qualité des données.) présentait quelques études sur ce type de tuyau. De façon générale ce tuyau n'était pas recommandé. Toutefois il est parfois proche en termes de performance de tuyaux de type PVC qui sont souvent utilisés par les prestataires en eau souterraine. Il faut cependant rappeler que les conclusions du rapport sont notamment un faible nombre d'études dans la littérature et des questionnements sur la représentativité de ces études par rapport à des échantillonnages « réels » en eau souterraine.

### 3.5 CONSTATS RELATIFS AU FLACONNAGE

<b>Points forts</b>	<b>Commun</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Flaconnage conforme aux exigences.</li> <li>• Rinçage systématique des flacons et des bouchons.</li> </ul>
<b>Points faibles</b>	<b>Eaux souterraines</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Flacons remplis à ras bord.</li> </ul>
<b>Points faibles</b>	<b>Eaux superficielles</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Flacons non remplis à ras bord sur certaines stations. Le non-remplissage à ras bord peut entraîner une évolution des paramètres au cours du transport du fait des échanges air-eau pendant l'acheminement de l'échantillon jusqu'au laboratoire.</li> <li>• Rinçage parfois partiel des bouchons.</li> <li>• Les flacons de petite ouverture destinés à l'analyse des micropolluants ne sont pas adaptés pour l'échantillonnage direct (à pied dans cours d'eau) et indirect (seau ou canne) : ils conduisent à un échantillonnage laborieux (échantillonnage et/ou remplissage plus long) et à une modification des caractéristiques de l'eau échantillonnée du fait du dégazage systématique de l'eau prélevée. Ce type de flacon mis en œuvre pour l'échantillonnage direct risque de prélever des échantillons non représentatifs de la station de mesure pour les composés volatils, pour les matières en suspension, pour les composés très sensibles à une oxygénation (Nutriments, ....) Ce type de flacon mis en œuvre pour l'échantillonnage indirect rend le</li> </ul>

	<p>remplissage très laborieux pour le préleveur (oxygénation de l'échantillon durant le remplissage du flacon).</p> <p style="text-align: center;"><b>Eaux souterraines</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Il a été observé ponctuellement que le rinçage des flacons se faisait avec l'eau de débordement du seau dans lequel étaient plongées les électrodes de mesure des paramètres physico chimiques. Par ailleurs, le seau était en alimentation continue via un tuyau connecté au robinet de la station. Cette pratique ne semble pas nécessaire et présente un risque de contamination des flacons durant une opération destinée à limiter les éventuelles contaminations parasites du flaconnage.</li> <li>• Rinçage exceptionnellement trop rapide et incomplet. Il est rappelé que, sans remplir totalement le flacon, l'agitation pendant le rinçage doit permettre un contact de l'eau du site avec la totalité de la surface interne du flacon.</li> </ul>
--	--

Lors de ces visites, il n'a pas été constaté de flacons contenant des agents de conservation.

### 3.6 CONSTATS RELATIFS AUX MESURES IN SITU

<b>Points forts</b>	<b>Commun</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Disponibilité d'électrodes de remplacement.</li> <li>• Solution de vérification présente sur le terrain (pH, conductivité).</li> <li>• Déclaration d'étalonnage matin et vérification le soir.</li> <li>• Participation régulière aux essais d'intercomparaison sur les mesures sur site (en conditions maîtrisées).</li> </ul>
	<b>Eaux superficielles</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Utilisation de solutions pH et conductivité raccordées COFRAC.</li> <li>• Permutation des électrodes (entre l'électrode couramment utilisée et l'électrode de remplacement).</li> <li>• En cas de doute, comparaison possible aux données historiques.</li> <li>• Mesures sur site réalisées dans un seau dédié en parallèle</li> </ul>

	<p>de l'échantillonnage.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Isolement du seau dédié aux mesures sur site des contraintes extérieures. Les mesures sont réalisées dans le véhicule loin des rayons directs du soleil et des contaminations extérieures.</li> </ul> <p style="text-align: center;"><b>Eaux souterraines</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Solutions de vérification et d'étalonnage d'origine différentes.</li> <li>• Bonnes conditions de conservation des électrodes.</li> <li>• Bonne maîtrise de la méthode de mesure via l'utilisation de cellules à circulation, méthode « fond de seau » ou mesure directe dans le milieu. Attention cependant à veiller à limiter le caractère turbulent.</li> <li>• Equipe de prélèvement ayant à disposition du matériel permettant d'adapter sur la plupart des robinets des stations AEP un tuyau pour la mesure des paramètres terrain sans brassage de l'eau ni contact avec l'air. Ce tuyau est systématiquement retiré avant l'échantillonnage.</li> <li>• Utilisation de sondes optiques (plus robustes) pour la mesure de l'oxygène dissous. Les sondes à membrane donnent de très bons résultats mais nécessitent un entretien très régulier et précis.</li> </ul>
<p><b>Points faibles</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>Commun</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Vérification peu fréquente du zéro d'oxygène dissous.</li> <li>• Les vérifications journalières sont parfois faites à un seul pH (pH 7). Il n'y a pas d'obligation ni de règle spécifique sur ce point mais une vérification à un autre niveau semble préférable.</li> </ul> <p style="text-align: center;"><b>Eaux souterraines</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Connaissance à consolider concernant les unités pour la mesure du potentiel redox et notamment la référence utilisée pour les résultats. Il est rappelé que l'unité préconisée par les guides AQUAREF est l'unité mV H<sup>+</sup>/H<sub>2</sub> de code SANDRE 476. Le potentiel redox est classiquement mesuré en rapport à une électrode AgAgCl et donc nécessite une correction pour être exprimé en mV H<sup>+</sup>/H<sub>2</sub></li> <li>• Parfois absence de contrôles en fin de journée pour les mesures pH, conductivité, ... Il semble préférable d'effectuer un contrôle début et fin de journée.</li> </ul>

Durant les visites pour les eaux souterraines, des discussions ont eu lieu concernant la mesure de la température de l'eau. Cette mesure présente

semble-t-il dans quelques cas, des biais liés à l'influence de la température de surface. Il est difficile de résoudre cette difficulté mis à part par l'utilisation de mesures in situ par sondes directement dans le milieu souterrain ; ce type de mesure n'est pas habituel en conditions de surveillance réglementaire. Il est possible cependant d'informer les prestataires sur ce biais possible et de recommander une attention particulière en veillant à limiter le réchauffement ou refroidissement des récipients dans lesquels sont introduits les sondes de mesure et le fluide en circulation.

Il a également été observé des différences dans les critères de validation des contrôles des étalonnages pour la mesure du pH. Des critères de  $\pm 0.05$  ou  $\pm 0.1$  u pH ont été observés. La norme NF EN ISO 10523 indique des acceptations de  $\pm 0.03$  qui en pratique sont très difficiles à respecter. Des tolérances jusqu'à 0.05 u pH sont en général acceptées dans le cadre notamment de l'accréditation. Des acceptations de  $\pm 0.1$  u pH semblent donc élevées. Il est à noter que la norme 10523 propose un résultat rendu avec un chiffre après la virgule.

### 3.7 CONSTATS SUR LES PROTOCOLES D'ÉCHANTILLONNAGE

<p><b>Points forts</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>Eaux superficielles</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Le prélèvement à pied dans le cours d'eau est privilégié quand cela est possible (cas très peu fréquent dans le bassin étudié).</li> <li>• Positionnement correct du préleveur dans le cours d'eau.</li> <li>• Bonne gestion des eaux de rinçage (rejetées en aval du lieu de prélèvement pour l'échantillonnage à pied dans le cours d'eau et hors de la zone d'échantillonnage pour l'échantillonnage indirect).</li> <li>• Bonne sensibilisation des opérateurs aux risques de contamination : rinçage systématique des flacons.</li> <li>• Soucis de protection de l'échantillon de la contamination liée au trafic routier (isolement de l'eau échantillonnée).</li> <li>• Remplissage fractionné dans le cas du prélèvement au seau.</li> </ul>
	<p style="text-align: center;"><b>Eaux souterraines</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Questionnement complet et précis des opérateurs en charge de la station concernant la mise en marche des pompes, la chloration, ... (cf aussi points faibles).</li> <li>• Disponibilité de matériel pour la mesure du chlore résiduel en cas de besoin.</li> <li>• Purge effectuée complètement conformément aux guides AQUAREF mais aussi en application directe du cahier des charges de l'agence. Bonne traçabilité des conditions de purge dans les fiches station.</li> <li>• Remplissage des flacons directement à la sortie du tuyau sans matériel intermédiaire.</li> <li>• Suivi des paramètres physico chimique et du niveau piézométrique durant la purge.</li> <li>• Diminution du débit pour l'échantillonnage des volatils.</li> <li>• Soucis d'un prélèvement sous la surface et sans agitation pour le prélèvement à la canne (quand ce type de prélèvement se révèle nécessaire)</li> </ul>
<p><b>Points faibles</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>Eaux superficielles</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Pratique d'échantillonnage inadaptée depuis une berge : mise en œuvre d'un seau au lieu d'une canne. Aquaref recommande l'utilisation d'une canne de prélèvement dans le cas d'un échantillonnage de la berge afin d'avoir un échantillonnage représentatif de la veine principale de la station et non un échantillonnage représentatif des effets</li> </ul>

de bords de la station.

- Représentativité insuffisante des échantillons liée à une décantation de l'échantillon dans le seau (et malgré le remplissage fractionné des flacons).
- Echanges trop importants de l'échantillon avec l'air durant le remplissage des flacons (bullage, réoxygénation de l'échantillon d'où modification des caractéristiques chimiques de celui-ci).

#### Eaux souterraines

- Occasionnellement questionnement incomplet auprès du gestionnaire de site concernant la mise en fonctionnement de la pompe ou l'arrêt de la chloration. Ce questionnement est fondamental en station AEP afin d'appréhender correctement le mode de fonctionnement de l'ouvrage, son activité, les besoins de purge longue ou pas, les risques de présence de chlore dans l'échantillon, ...
- Pratique de filtration sur site uniquement sur demande de l'agence de l'eau (demandes très peu fréquentes).
- Ponctuellement la purge s'est révélée difficile à mener à son terme en raison d'une pompe dont le débit était trop faible pour la station étudiée. En conséquence le temps de purge pour respecter les exigences a été long. Dans ce cas, l'utilisation d'une pompe à plus haut débit (disponible au laboratoire mais non sur le site pour cette station) aurait été préférable.
- Pour certaines stations de type « Source », l'échantillonnage a été réalisé trop en aval de l'émergence. Il est rappelé que pour ce type de stations, il est nécessaire d'échantillonner au plus près de l'émergence afin de limiter l'impact des conditions de surface (oxygénation, ruissellement, ...).
- Certains prestataires semblent utiliser, pour certaines stations (cuves, puits, ...), des systèmes de portes-flacons afin de prélever directement l'eau dans le flacon. Ces pratiques sont appliquées avec l'objectif de remplir directement les flacons pour laboratoire avec l'eau du site dès lors qu'une purge paraît impossible compte tenu des volumes d'eau à purger. Ces pratiques semblent cependant peu adaptées notamment car il est impossible d'échantillonner à une profondeur donnée. Il semble préférable d'utiliser une pompe permettant de prélever à la profondeur voulu, même si les conditions de purge ne peuvent exceptionnellement pas être respectées.
- Dans de rares cas, la purge s'est effectuée de façon rapide et les critères de purge n'ont pas été strictement respectés

	<p>ou bien de façon qualitative. Il est rappelé que des critères de purge doivent être précisément définis par l'organisme (le guide AQUAREF ESO fait des propositions sur ce point). Une fois définis par l'organisme ces critères doivent être diffusés à l'ensemble des opérateurs puis appliqués complètement sur le terrain sauf exception liée au contexte local.</p>
--	---

### 3.8 CONSTATS SUR LA CONSERVATION, LE TRANSPORT ET LA CHAÎNE DU FROID

<b>Points forts</b>	<b>Commun</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Mise au frais rapide des échantillons.</li> <li>• Bonne sensibilisation à la chaîne du froid.</li> </ul>
	<b>Eaux superficielles</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Présence d'un thermo bouton dans chaque glacière pour assurer le suivi de température de la mise en glacière jusqu'à la réception au laboratoire.</li> <li>• Ajout de conservateur sur le terrain : acidification de certains échantillons (NTK, DCO) par le préleveur à l'aide d'un compte-goutte contenant de l'acide sulfurique. Cette pratique est maîtrisée par les préleveurs.</li> <li>• Vérification et changement des pains de glace avant expédition des glacières par transporteur.</li> <li>• Transports différenciés en fonction des saisons (transports frigorifiques de mai à septembre).</li> </ul>
	<b>Eaux souterraines</b>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Véhicules correctement équipés pour le refroidissement des échantillons (avec frigos internes ou véhicules réfrigérés).</li> <li>• Surveillance en continu de la température interne des enceintes.</li> <li>• Réflexion en cours sur des modes de surveillance en continu de la température des glacières à faible coût.</li> </ul>
<b>Points faibles</b>	<b>Eaux superficielles</b>

	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Certains véhicules insuffisamment équipés pour le refroidissement ou le maintien au froid des pains de glace (absence de frigos dans le véhicule, juste une glacière contenant l'ensemble des pains de glace).</li> </ul> <p style="text-align: center;"><b>Eaux souterraines</b></p> <p>Absence de traitement de l'échantillon (ajout de conservateur : par exemple thiosulfate de sodium) dans le cas de stations pour lesquelles le traitement par chloration ne peut être arrêté. Le taux résiduel de chlore observé est important (supérieur à 2 mg/l). L'échantillon et les substances éventuellement présentes restent en contact pendant 24h avec le chlore présent. Des transformations sont possibles. (Diffuser aux agences de l'eau le rapport AQUAREF BRGM (2013) - Impact des opérations de chloration sur les données de surveillance des masses d'eau souterraine).</p>
--	--

Le constat suivant est un des principaux constats faits lors des visites. Il a été partagé par les préleveurs. Le maintien de la chaîne du froid est un exercice délicat et le respect strict des exigences normatives est difficile. Des insuffisances demeurent dans quelques cas (qualité des glacières et des pains de glace, rapport pains de glace/ volume d'échantillons, pains de glace partiellement congelés lors de l'envoi) mais des efforts, améliorations ont été constatées. Il n'a pas été possible de vérifier la température finale des échantillons à réception. L'objectif doit rester la présence d'une enceinte capable de maintenir une température de 5+/-3°C.

### 3.9 CONSTATS RELATIFS À L'ASSURANCE QUALITÉ

<p><b>Points forts</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>Commun</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Des contrôles qualité relatifs aux opérations d'échantillonnage commencent à être réalisés par certains organismes. Des exemples de blancs de matériel d'échantillonnage, blancs terrain ont été cités lors des visites. Ils concernent dans certains cas, l'ensemble des systèmes d'échantillonnage mis en œuvre. C'est une évolution récente et favorable pour la qualité des données, venant en conséquence notamment de rapports et recommandations AQUAREF et de la parution de la norme FD T90-524. <u>Ces contrôles restent cependant peu fréquents pour l'instant.</u> Ces contrôles sont réalisés uniquement à la demande de l'agence de l'eau.</li> <li>• Traçabilité des données terrain assurée (par transfert des données par PDA ou par fiches terrain).</li> <li>• Participation à des essais d'intercomparaison pour les mesures sur site.</li> <li>• Documentation qualité existante et disponible dans le véhicule.</li> </ul>
	<p><b>Points faibles</b></p>

#### **4. BILAN**

Les préleveurs ont bien accueilli les représentants d'AQUAREF malgré parfois une crainte de visite de type « audit ». Ils ont apparemment apprécié pouvoir échanger sur leur travail, sur leurs difficultés techniques.

Ces échanges et les visites ont également été très fructueux pour AQUAREF.

A la suite de ces visites, il semble ressortir le caractère très bénéfique des audits terrain pour la qualité des opérations d'échantillonnage et de façon plus générale des échanges réguliers entre l'agence et le prestataire.

De façon générale et par rapport aux actuels guides techniques AQUAREF, les constats faits sont très majoritairement du ressort d'une mauvaise application que de lacunes dans les consignes techniques. Quelques observations conduiront à modifier, renforcer certains points techniques mais il semble prioritaire d'insister sur la connaissance par les organismes et les préleveurs, des exigences des cahiers des charges et des recommandations des guides AQUAREF et sur leur application.

Concernant les eaux de surface des efforts semblent à porter sur l'échantillonnage indirect (d'un pont au seau mais également de la berge) et sur le remplissage des flacons.

Les conclusions et propositions à l'issue des années 2013-2015 seront formalisées dans un document de synthèse séparé à paraître fin 2015.