

Recommandations techniques

*Opérations d'échantillonnage d'eau en plan d'eau
dans le cadre des programmes de surveillance DCE*

Contexte de programmation et de réalisation

Ce guide a été réalisé dans le cadre du programme scientifique et technique AQUAREF pour l'année 2017, thème C « Amélioration des opérations d'échantillonnage » / action C2a « Guides techniques pour l'échantillonnage en milieu continental ».

Auteurs

Bénédicte LEPOT (INERIS)
Nathalie MARESCAUX (INERIS)

Guide rédigé avec la contribution de

Jean-Philippe GHESTEM (BRGM)
Anice YARI (Irstea)
Nathalie GUIGUES (LNE)

Contact principal

Bénédicte LEPOT (benedicte.lepot@ineris.fr)

Référence du document

AQUAREF - Opérations d'échantillonnage d'eau en plan d'eau dans le cadre des programmes de surveillance DCE - Recommandations techniques – Edition 2017

Droits d'usage

Accès public

Avec le soutien de :
**AGENCE FRANÇAISE
POUR LA BIODIVERSITÉ**
ÉTABLISSEMENT PUBLIC DE L'ÉTAT



Evolution 2016 → 2017

Le 30 mars 2018

Editoriales :

- Modification du préambule
- Ajout de 2 nouveaux guides : Guide conditionnement et transport des échantillons biote (poisson) en milieu continental (cours d'eau-plan d'eau) et Guide des opérations d'analyse physico-chimique du biote en milieu continental

Techniques :

- Précision sur l'habilitation du personnel - §2
- Matériel de réfrigération avec blocs eutectiques à usage professionnel - §4.2.1
- Arguments techniques à fournir par les laboratoires si le rinçage ne devait pas être réalisé 3 fois - §4.2.1 et -§8
- Rajout de la turbidité sur le terrain - §5.1
- Rajout des normes de référence pour les paramètres physico-chimiques - §5.3
- Précision sur les gants nitriles - §6 et - §7
- Précautions complémentaires lors de la filtration du paramètre chlorophylle a - §7
- Vidéo sur les opérations de filtration - §7
- Actions correctives en cas de dépassement de température dans les enceintes réfrigérées - §8

TABLE DES MATIÈRES

Préambule	5
1 Généralités.....	7
2 Qualification, habilitation du personnel.....	7
3 Démarche qualité	7
4 Préparation de la campagne.....	8
4.1 Station de mesure.....	9
4.1.1 Cas d'impossibilité d'échantillonner.....	9
4.1.2 Cas de la modification d'un point d'échantillonnage	9
4.2 Organisation des campagnes.....	10
4.2.1 Du ressort du laboratoire.....	10
4.2.2 Du ressort de l'opérateur d'échantillonnage.....	10
4.3 Matériel d'échantillonnage.....	11
4.3.1 Choix des matériaux.....	11
4.3.2 Conditionnement du matériel d'échantillonnage	13
5 Mesure des paramètres physico-chimiques et hydrologiques de terrain.....	13
5.1 Paramètres physico-chimiques à mesurer	13
5.2 Méthodologie selon la profondeur.....	15
5.3 Appareillage	15
5.4 Autres mesures	16
5.4.1 Bathymétrie	16
5.4.2 Hydromorphologie.....	16
6 Opérations d'échantillonnage d'eau	17
6.1 Échantillonnage d'eau	17
6.1.1 Échantillonnage intégré.....	18
6.1.2 Échantillonnage de fond.....	19
7 Conditionnement des échantillons d'eau.....	20
8 Conservation et transport de l'échantillon.....	22
9 Contrôle qualité.....	23
10 Expression des résultats et métadonnées.....	23
11 Références	25

Préambule

Les guides AQUAREF regroupent les recommandations techniques d'AQUAREF pour la réalisation des opérations d'échantillonnage et d'analyse dans les programmes de surveillance chimique liés à la Directive Cadre sur l'Eau (DCE) et la Directive Cadre « stratégie pour le milieu marin » (DCSMM). Ils portent sur les eaux superficielles (eau, sédiment, biote) continentales et marines, les eaux souterraines et les eaux résiduaires urbaines et industrielles. Ils intègrent les dispositions de l'arrêté « surveillance » du 7 août 2015, de l'arrêté « agrément des laboratoires » du 27 octobre 2011, de l'avis « limites de quantification » du 11 février 2017, et les textes relatifs à la surveillance des eaux résiduaires. Ils peuvent également être utilisés dans d'autres contextes de surveillance ou de diagnostic des milieux.

Les guides AQUAREF s'adressent aux opérateurs d'échantillonnage et d'analyse ainsi qu'aux maîtres d'ouvrages de prestations qui pourront utiliser les recommandations techniques pour élaborer leurs cahiers des charges.

Les recommandations techniques formulées sont basées sur l'état de l'art disponible à la date de rédaction, dont les retours d'expériences et les résultats des études AQUAREF. Elles visent à concilier l'objectif de fiabilité des données et la faisabilité opérationnelle de mise en œuvre.

Les termes « recommande », « doit » ou « recommandation » utilisés dans les guides AQUAREF indiquent que les pratiques décrites sont indispensables pour la qualité des données in fine. Des pratiques alternatives peuvent être mises en œuvre s'il est démontré que celles-ci conduisent à des résultats équivalents à la pratique recommandée. Les termes « propose » ou « proposition » sont utilisés pour des préconisations complémentaires, non indispensables, visant à répondre à des exigences qualitatives accrues/renforcées.

Pour les dispositions techniques non indiquées dans ses guides, AQUAREF recommande de s'appuyer sur les normes et documents techniques de référence en vigueur.

Certaines données techniques concernant les substances intégrées récemment dans les programmes de surveillance (arrêté du 7 août 2015), ne sont pas disponibles ou consolidées. Pour ces substances, les recommandations d'AQUAREF sont basées sur les bonnes pratiques génériques et sont susceptibles d'évoluer.

Les guides AQUAREF n'ont pas de valeur réglementaire. Leur utilisation, intégrale ou partielle, est faite sous la seule et entière responsabilité de l'utilisateur.

Les concepts et les définitions nécessaires à la lecture des guides sont regroupés dans un document unique « Opérations d'échantillonnages et d'analyses physico-chimiques pour la surveillance des milieux aquatiques – Définitions ».

http://www.aquaref.fr/system/files/Definitions_echantillonnage_analyse_VF.pdf

Les codes SANDRE indiqués sont applicables à la date de publication, mais susceptibles d'évolution ultérieure. Il appartient à l'utilisateur de vérifier leur actualisation :

<http://www.sandre.eaufrance.fr/Rechercher-une-donnee-d-un-jeu>.

Chaque guide est référencé par son année de mise à jour. La dernière version annule et remplace les versions précédentes.

Guides AQUAREF disponibles :

<http://www.aquaref.fr/guide-recommandations-techniques-aquaref>

Guides échantillonnage « milieu »

- Guide des opérations d'échantillonnage d'eau en eau souterraine
- Guide des opérations d'échantillonnage d'eau en cours d'eau
- Guide des opérations d'échantillonnage d'eau en plan d'eau
- Guide des opérations d'échantillonnage de sédiments en milieu continental
- Guide des opérations d'échantillonnage en milieu marin (eau, sédiment, biote)

Guides conditionnement transport « biote »

- Guide conditionnement et transport des échantillons biote (poisson) en milieu continental (cours d'eau - plan d'eau)

Guide analyse « milieu »

- Guide des opérations d'analyse physico-chimique des eaux et des sédiments en milieu continental
- Guide des opérations d'analyse physico-chimique du biote en milieu continental

Spécificité DROM

- Opérations d'échantillonnage d'eau pour la surveillance des milieux aquatiques - Module spécifique DROM

Eaux résiduaires

- Guide technique opérationnel des pratiques d'échantillonnage et de conditionnement en vue de la recherche de micropolluants prioritaires et émergents en assainissement collectif et industriel

1 Généralités

La bonne pratique de l'échantillonnage conditionne en très grande partie la fiabilité, la comparabilité des données de mesure et donc l'interprétation que l'on pourra en faire. L'opérateur d'échantillonnage prendra toutes les dispositions pour :

- assurer la représentativité et l'intégrité des échantillons réalisés depuis l'échantillonnage du milieu jusqu'au(x) laboratoire(s) d'analyses ;
- éviter la contamination du milieu lors de l'échantillonnage (wadereaux ou embarcation pouvant transporter des espèces invasives d'un site à un autre) en s'équipant de protections individuelles propres et en utilisant du matériel et une embarcation nettoyés.

Une bonne coordination entre le préleveur et le laboratoire est indispensable pour la fiabilité des données, notamment pour les étapes suivantes : respect des délais échantillonnage-analyse, respect des consignes relatives au flaconnage, conditionnement, conservation, transport....

Le présent guide formule différentes recommandations en matière d'opérations d'échantillonnage. En raison de la diversité de celles-ci, ce guide ne peut prétendre à un caractère exhaustif. AQUAREF recommande que pour les dispositions non indiquées dans ce guide, les opérateurs d'échantillonnage prennent comme référence les normes et guides en vigueur, notamment :

- la norme NF EN ISO 5667-3 « Qualité de l'eau – Échantillonnage - Partie 3 : Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau [1] ;
- le protocole standardisé d'échantillonnage, de conservation, d'observation et de dénombrement du phytoplancton en plan d'eau pour la mise en œuvre de la DCE [2] ;
- le guide FD T 90-524 « Contrôle Qualité - Contrôle qualité pour l'échantillonnage et la conservation des eaux » [3] ;
- le guide ISO 5667-4 « Qualité de l'eau - Échantillonnage - Partie 4 : Lignes directrices pour l'échantillonnage des eaux des lacs naturels et des lacs artificiels » [4].

2 Qualification, habilitation du personnel

L'opérateur d'échantillonnage devra avoir été qualifié et habilité par compagnonnage par son organisme d'appartenance, si besoin complété par une formation externe, tant en ce qui concerne l'échantillonnage lui-même que les mesures des paramètres physico-chimiques sur site.

Dans le cas d'une utilisation liée à une relation contractuelle entre un maître d'ouvrage et un prestataire, AQUAREF recommande que le prestataire apporte la preuve de la lecture de ce document et de tout autre document technique de référence attaché au programme de surveillance concerné (attestation de lecture par exemple).

3 Démarche qualité

AQUAREF recommande que les opérations d'échantillonnage soient réalisées sous accréditation (prélèvement ponctuel pour analyses physico-chimiques, référentiel LAB GTA 29 du COFRAC). AQUAREF recommande également que les mesures des paramètres physico-chimiques sur site soient réalisées sous agrément (pH, température de l'eau, conductivité à 25°C, oxygène dissous, taux de saturation en oxygène et transparence – disque de Secchi).

Si toutefois, l'organisme n'est pas accrédité pour les opérations d'échantillonnage et/ou n'est pas agréé pour les mesures des paramètres physico-chimiques sur site, celui-ci doit satisfaire aux exigences ci-dessous. Celles-ci sont considérées comme respectées pour un organisme accrédité/agréé.

- L'organisme d'échantillonnage doit établir et disposer de procédures écrites détaillant l'organisation d'une campagne d'échantillonnage, 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 doivent être accessibles à l'opérateur sur le terrain.
- L'organisme d'échantillonnage doit établir un plan d'assurance qualité (PAQ). Ce document précise notamment les moyens que l'organisme (ainsi que les sous-traitants et cotraitants) met à disposition pour assurer la réalisation des opérations d'échantillonnage dans les meilleures conditions. Il liste notamment les documents de référence à respecter et propose un synoptique des organismes habilités en précisant leur rôle et responsabilité dans le processus. Le PAQ détaille également les modalités de mise en œuvre des présentes recommandations techniques qui ne seraient pas prises en compte par le système d'assurance qualité du prestataire.
- La traçabilité documentaire des opérations de terrain (échantillonnage, mesure des paramètres physico-chimiques) 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. Cette fiche doit inclure *a minima* les éléments cités dans le présent document afin d'assurer la traçabilité documentaire. Un exemple de fiche mise en œuvre dans le cadre des relevés phytoplanctoniques en plan d'eau peut être utilisé (accessible depuis le site www.aquaref.fr > espace documentaire > guide technique) [5].
- L'organisme en charge de l'échantillonnage doit participer au minimum deux fois par an à des comparaisons interlaboratoires (CIL) pour les mesures des paramètres physico-chimiques sur site si ceux-ci existent.

Dans le cas où l'organisme d'échantillonnage est doté d'un système d'assurance qualité (accréditation, agrément par exemple), les résultats devront, sauf exception dûment justifiée, être remis sous couvert de ce système qualité.

4 Préparation de la campagne

Pour des raisons de sécurité et de qualité des opérations, chaque opération de terrain doit être assurée par une équipe composée *a minima* de 2 personnes.

La préparation de la campagne d'échantillonnage doit faire l'objet d'un dialogue étroit entre l'organisme d'échantillonnage et le laboratoire en charge des analyses.

L'opérateur d'échantillonnage doit disposer, suffisamment en amont de la campagne, des informations relatives aux stations de mesure où les prélèvements seront effectués et aux périodes prévisionnelles d'échantillonnage, ainsi que les fiches signalétiques des stations de mesure (localisation précise, carte, photos, conditions d'accès, contact éventuel, contraintes particulières, dernières conditions d'échantillonnage...).

Les opérations d'échantillonnage seront regroupées en campagnes de mesure.

L'opérateur d'échantillonnage veille notamment à conserver une cohérence d'ensemble dans ses campagnes de mesure.

Pour des échantillonnages effectués en aval d'un ouvrage hydroélectrique, l'opérateur doit informer le gestionnaire de l'ouvrage de sa présence sur le milieu, afin de garantir la sécurité de son personnel.

4.1 Station de mesure

L'opérateur d'échantillonnage doit prendre toutes les dispositions pour s'assurer :

- au préalable, de la cohérence des coordonnées et de la faisabilité des opérations demandées sur la station ;
- que l'échantillonnage est réalisé au bon endroit (utilisation d'un GPS, exploitation des photos mises à disposition, lecture rigoureuse des observations inscrites sur les fiches signalétiques...).

L'opérateur doit relever les coordonnées géographiques de son point d'échantillonnage (par exemple projection Lambert 93 ou GPS WGS84) et reporter ces coordonnées dans la fiche terrain [5].

L'opérateur d'échantillonnage doit caractériser la station de mesure **avant** de procéder à toute prise d'échantillon et ensuite renseigner cette partie dans la fiche.

L'échantillonnage doit être réalisé systématiquement sur la même station de mesure, au point défini par les coordonnées indiquées. En cas d'impossibilité, ou si l'emplacement de la station de mesure doit être modifié afin d'assurer la qualité du prélèvement, l'opérateur doit le préciser.

4.1.1 Cas d'impossibilité d'échantillonner

Dans le cas où un échantillonnage ne pourrait pas être effectué pour des raisons indépendantes de la volonté de l'opérateur d'échantillonnage (vent, ...), l'opérateur d'échantillonnage note la date et l'heure de son passage et les raisons de l'impossibilité d'échantillonner.

4.1.2 Cas de la modification d'un point d'échantillonnage

Face à une situation d'impossibilité d'échantillonner aux coordonnées géographiques indiquées (notamment en cas de vent ou de travaux rendant impossible l'accès ou l'échantillonnage dans des conditions convenables de représentativité), le lieu de l'échantillonnage pourra être exceptionnellement modifié de façon à obtenir des résultats fiables dans les conditions représentatives de la situation de la station de mesure.

Toute modification, même mineure du point d'échantillonnage doit être mentionnée et documentée dans la fiche terrain : emplacement du nouveau point d'échantillonnage (coordonnées) et méthode d'échantillonnage, schéma des lieux. Ces indications doivent permettre de localiser avec précision le site exact d'échantillonnage.

AQUAREF recommande d'insister sur le rôle d'alerte des opérateurs d'échantillonnage quant à la qualité de la station, notamment sur tout élément susceptible d'impacter les résultats d'analyses (travaux sur les berges, activités nautiques, ...).

4.2 Organisation des campagnes

4.2.1 Du ressort du laboratoire

AQUAREF recommande que la fourniture des éléments cités ci-dessous soit de la responsabilité du laboratoire en charge des analyses. Comme déjà mentionné, un dialogue étroit entre opérateur d'échantillonnage et laboratoire doit être mis en place préalablement à la campagne d'échantillonnage.

Les éléments qui doivent être fournis par le laboratoire au préleveur sont :

- flaconnage : nature, volume ;
- étiquette stable et ineffaçable (identification claire des flacons) ;
- réactifs de conditionnement si besoin ;
- matériel de filtration si besoin ainsi qu'un protocole détaillé ;
- matériel de contrôle qualité (flaconnage supplémentaire, eau de blanc, ...) si besoin ;
- matériel de réfrigération (enceintes et blocs eutectiques, propres de qualité professionnelle) 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.

À ces éléments, le laboratoire en charge des analyses doit fournir des consignes spécifiques sur le maniement, le rinçage, le remplissage (ras-bord, ...), le conditionnement (ajout de conservateur (quantité), filtration), l'utilisation des réactifs, les délais préconisés entre l'échantillonnage et la réception au laboratoire ainsi que sur l'identification des flacons et des enceintes.

AQUAREF recommande que le laboratoire soit responsable des consignes de conditionnement des échantillons sur site et notamment des éventuelles consignes de rinçage des flacons.

En l'absence de consignes par le laboratoire concernant le rinçage, le préleveur doit rincer un nombre minimum de 3 fois les flacons (et les bouchons) avec l'eau de la station de mesure avant la constitution de l'échantillon destiné au laboratoire. AQUAREF recommande que le laboratoire des analyses apporte des arguments techniques si le rinçage ne devait pas être réalisé 3 fois. Ce rinçage doit être effectué en veillant à ce que la totalité de la surface interne du flacon soit rincée.

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

4.2.2 Du ressort de l'opérateur d'échantillonnage

À réception de l'ensemble de ces éléments, l'opérateur d'échantillonnage doit s'assurer qu'il dispose de tous les éléments pour mettre en œuvre la campagne d'échantillonnage. En cas de défaut, l'opérateur d'échantillonnage doit avertir rapidement le laboratoire en charge des analyses afin que celui-ci lui envoie le complément dans les meilleurs délais.

Sur le terrain, l'opérateur doit assurer la traçabilité précise de l'échantillon en mentionnant ou en complétant les informations ci-après sur l'étiquette des flacons. L'utilisation de feutres ou de marqueurs contenant des solvants sont à proscrire afin d'éviter toute contamination de l'échantillon.

Les informations principales à mentionner sont :

- la station concernée ou un code permettant d'identifier la station ;
- la date et l'heure de l'échantillonnage ;
- le cas échéant, indication de la réalisation d'une filtration sur site ;
- le cas échéant, présence et nature de l'agent de conservation.

4.3 Matériel d'échantillonnage

L'opérateur doit disposer d'une embarcation et du matériel lui permettant de réaliser les opérations d'échantillonnage en toute circonstance (préleveurs manuels, sondes destinées aux mesures des paramètres physico-chimiques *in situ*) et dans de bonnes conditions de sécurité.

Afin d'optimiser l'espace de travail disponible sur l'embarcation, l'opérateur doit définir des endroits dédiés pour entreposer le matériel et assurer une bonne répartition des tâches avec son binôme (limitation des contaminations). Il doit s'assurer de stocker toute source potentielle de contamination (exemple : bidon de carburant, moteur) loin du matériel d'échantillonnage.

Le choix de l'outil d'échantillonnage dépend de plusieurs facteurs : protocole d'échantillonnage prévu, accessibilité du site, familles de paramètres.

Le matériel d'échantillonnage utilisé doit garantir l'absence d'interférence physico-chimique avec les paramètres à mesurer.

Il est fortement recommandé durant l'ensemble des opérations d'échantillonnage de limiter le nombre de récipients ou de matériels intermédiaires entre le système de prélèvement et le flaconnage afin de diminuer les contaminations. En cas d'utilisation de matériel intermédiaire, il est impératif que ce matériel soit rincé trois fois avec l'eau du site avant tout échantillonnage.

4.3.1 Choix des matériaux

La nature des matériaux du matériel d'échantillonnage doit notamment être choisie en fonction de sa compatibilité avec les substances recherchées et notamment doit garantir l'absence d'interférence physico-chimique avec les paramètres à mesurer.

L'opérateur d'échantillonnage doit sélectionner le matériel d'échantillonnage en respectant les préconisations résultant de différents essais et observations menées par AQUAREF [6] et la norme NF EN ISO 5667-3 [1].

AQUAREF proscrit l'utilisation des matériaux suivants :

- matériel contenant des raccords en laiton ;
- matériel plastique pigmenté (plastique coloré, bouteille intégratrice colorée) ;
- matériel plastique type polyvinylchloré non alimentaire (PVC).

Ces matériaux sont reconnus comme pouvant relarguer des métaux (zinc, cadmium etc.) et des composés organiques. Si l'utilisation de matériaux différents n'est pas possible, alors avant toute campagne d'échantillonnage, l'opérateur doit prouver l'absence de relargage en réalisant un blanc de matériel d'échantillonnage (cf § 9 Contrôle qualité).

Les matériaux pour le système d'échantillonnage (bouteille intégratrice, systèmes d'échantillonnage en profondeur avec messenger, ...) et la constitution de l'échantillon moyen sont présentés dans le tableau 1.

Tableau 1 : Système d'échantillonnage et intermédiaires en fonction des paramètres recherchés

	Système d'échantillonnage (bouteille intégratrice, bouteille horizontale, tuyau)	Matériel en contact dans l'eau lors de la constitution de l'échantillon moyen (intermédiaire seau, bassine, etc)
Recherche des micropolluants organiques	Inox ou téflon (PTFE, FEP, PFA)	Verre ou inox
Recherche des métaux	Matériaux plastiques (PE, PP) ou téflon (PTFE, FEP, PFA)	Matériaux plastiques (PE, PP)
Recherche des micropolluants organiques et des métaux	Téflon (PTFE, FEP, PFA)	Inox

Légende :

PP : Polypropylène, PE : Polyéthylène, PEBD : Polyéthylène basse densité, PEHD : Polyéthylène haute densité,
PTFE : Polytétrafluoroéthylène, FEP : Ethylène-propylène fluorés, PFA : Perfluoroalkoxy.

D'autres matériaux pourront être choisis sous réserve d'avoir démontré leur adéquation.

Le choix du flaconnage est de la responsabilité du laboratoire en charge des analyses. Les recommandations en termes de flaconnage sont définies dans le guide « AQUAREF - Opérations d'analyse physico-chimique des eaux et des sédiments en milieu continental dans le cadre des programmes de surveillance DCE - Recommandations techniques » [7].

4.3.2 Conditionnement du matériel d'échantillonnage

Avant chaque tournée, le matériel d'échantillonnage ainsi que l'ensemble des intermédiaires (louche, seau, bassine) doivent être préparés et conditionnés selon un protocole de nettoyage défini. Le nettoyage concerne tous les outils descendus dans le plan d'eau et tous les éléments ayant pu être en contact avec l'eau prélevée : les outils d'échantillonnage (y compris flacons intermédiaires tuyau) et les sondes destinées aux mesures des paramètres physico-chimiques *in situ*. À titre d'exemple, un protocole appliqué dans le cadre des opérations d'échantillonnage en eaux de rejet peut être utilisé pour les outils d'échantillonnage (la compatibilité de ce protocole avec chaque matériel doit être vérifiée) [8] [3].

L'utilisation de matériel d'échantillonnage neuf n'est pas une garantie d'absence de contamination. En conséquence, AQUAREF recommande que tout nouveau matériel soit nettoyé avant sa première utilisation selon le protocole défini ci-dessus.

Pendant la tournée, afin d'éviter la contamination d'un échantillon par les éventuels polluants d'un échantillonnage antérieur (contamination croisée), le matériel d'échantillonnage ainsi que l'ensemble des intermédiaires (louche, seau, bassine) doivent être rincés *a minima* 3 fois avec l'eau du site entre chaque mesure ou échantillonnage de stations de mesure différentes.

5 Mesure des paramètres physico-chimiques et hydrologiques de terrain

5.1 Paramètres physico-chimiques à mesurer

Les paramètres physico-chimiques présentés dans le Tableau 2 doivent être systématiquement mesurés *in situ* lors de chaque échantillonnage. La mesure des paramètres physico-chimiques doit être réalisée sur un profil vertical, de la surface au fond, au niveau de la colonne d'eau correspondant au secteur de plus grande profondeur du plan d'eau (en dehors de la zone d'influence du barrage (souvent matérialisée par une ligne de bouée) et au moment de l'échantillonnage.

Afin de limiter les perturbations sur les mesures des paramètres, les mesures seront réalisées à l'aide d'une sonde multi-paramètres pouvant descendre le long de la colonne d'eau. À défaut de sonde multi-paramètres immergeables, les mesures des paramètres physico-chimiques *in situ* doivent être effectuées par immersion des sondes dans le fluide en alimentation continue. La méthodologie est présentée dans le fascicule FD T 90-523-1 [9]. L'écoulement doit se faire de façon non turbulente et en évitant tout contact avec l'atmosphère (notamment pour le paramètre oxygène dissous) afin de limiter les perturbations sur la mesure des paramètres. La méthodologie utilisée doit être reportée dans la fiche terrain.

Tableau 2 : Paramètres à mesurer *in situ* (profil vertical)

Paramètres	Code Sandre Paramètre	Unité	Code Sandre Unité
Température de l'eau	1301	°C	27
Concentration en O ₂ dissous	1311	Mg(O ₂)/L	175
Taux saturation en O ₂ dissous	1312	%	243
Conductivité à 25°C	1303	µS/cm	147
pH	1302	Unité pH	264
Côte à l'échelle*	1429	m	111
Matières Organiques Dissoutes Fluorescentes	7615	Ppb QSE	579

*La lecture de la côte à l'échelle doit être enregistrée si l'échelle est présente sur la station.

La mesure de la transparence, ainsi que, la mesure de la profondeur doivent être systématiquement réalisées avant échantillonnage.

La mesure de la profondeur doit être systématiquement réalisée au-dessus de la zone la plus profonde du plan d'eau avant les mesures *in situ* et avant toute opération d'échantillonnage. Elle doit être répétée régulièrement durant toutes les opérations d'échantillonnage afin de s'assurer que l'embarcation ne dérive pas au cours des opérations. L'instrument de mesure de la profondeur doit être identifié et vérifié régulièrement.

Si la profondeur du plan d'eau est telle que la sonde multi-paramètres ne permet pas de couvrir toute la verticale, les mesures ponctuelles seront effectuées sur des échantillonnages d'eau réalisés à différentes profondeurs intermédiaires. Le nombre de points de mesure doit être suffisant pour obtenir une bonne représentativité des variations des paramètres sur un profil vertical. Dans ce cas de figure, les mesures ponctuelles doivent être réalisées par immersion des sondes dans le fluide en alimentation continue [9].

La mesure de la transparence (Tableau 3) doit être systématiquement réalisée au-dessus de la zone la plus profonde du plan d'eau avant toute opération d'échantillonnage. Elle sera réalisée par la technique du disque de Secchi. Le disque de Secchi lesté aura un diamètre de 20 cm et chaque quart de cercle sera, en alternance, de couleur noir et blanc. Le disque lesté est immergé au bout d'un câble ou d'une corde graduée. Dans le cas d'une corde graduée, les repères visuels doivent être identifiés tous les mètres et tous les décimètres avec des marques de couleurs différentes afin de bien distinguer les unités.

Tableau 3 : Autre paramètre à mesurer dans un plan d'eau

Paramètres	Code Sandre Paramètre	Unité	Code Sandre Unité
Transparence - Disque de Secchi	1332	cm	13

L'opérateur évitera de réaliser cette mesure dans des conditions venteuses et pluvieuses et s'installera dos au soleil, de manière à ce que l'ombre de l'opérateur et celle de l'embarcation bloquent les reflets aveuglants du soleil sur l'eau. Le port de lunettes de soleil est déconseillé même polarisantes. Dans les cas où le préleveur serait obligé de faire les mesures en conditions venteuses et pluvieuses, ces conditions doivent être bien consignées sur la fiche de terrain.

La méthodologie pour mesurer la transparence est la suivante :

- faire descendre doucement dans l'eau le disque de Secchi jusqu'au point de disparition,
- faire remonter le disque de Secchi jusqu'à apparition, puis le descendre à nouveau afin de trouver le point exact où il disparaît,
- noter la valeur,
- à recommencer *a minima* deux fois en appliquant le même protocole (3 mesures),
- faire la moyenne des trois mesures.

La fiabilité de cette mesure est primordiale car elle conditionne la zone euphotique sur laquelle le prélèvement intégré doit être réalisé.

Les résultats de l'ensemble des mesures des paramètres physico-chimiques *in situ* doivent être consignés très précisément sur la fiche terrain.

Cas de la turbidité (code sandre 1295) : L'arrêté surveillance du 7 août 2015 mentionne une mesure de la turbidité au laboratoire. S'agissant d'un paramètre non conservatif, AQUAREF recommande de réaliser la mesure sur site sur l'échantillon collecté.

5.2 Méthodologie selon la profondeur

→ Pour les plans d'eau de profondeur < 5 mètres :

Les profils verticaux du pH, de la température, de la conductivité, de l'oxygène dissous (mg/L et %) et de la matière organique dissoute fluorescente seront à réaliser tous les 50 cm de la surface jusqu'à un mètre au-dessus du fond.

→ Pour les plans d'eau de profondeur entre 5 et 20 mètres :

Les profils verticaux du pH, de la température, de la conductivité, de l'oxygène dissous (mg/L et %) et de la matière organique dissoute fluorescente sont à réaliser *a minima* tous les mètres de la surface jusqu'à un mètre au-dessus du fond.

→ Pour les plans d'eau de profondeur > 20 mètres :

Les profils verticaux du pH, de la température, de la conductivité, de l'oxygène dissous (mg/L et %) et de la matière organique dissoute fluorescente sont à réaliser *a minima* tous les mètres jusqu'à 20 mètres, puis tous les 5 mètres jusqu'à un mètre au-dessus du fond.

5.3 Appareillage

L'opérateur doit disposer de procédures de vérification et d'étalonnage pour l'ensemble des appareillages de terrain. Ces procédures doivent être accessibles aux opérateurs sur le terrain.

Les instruments de mesure pour la mesure des paramètres physico-chimiques *in situ* devront être raccordés aux étalons nationaux :

- température de l'eau : le raccordement aux étalons nationaux doit être assuré par la détention d'un thermomètre ou sonde étalonnée par un organisme accrédité « COFRAC étalonnage », et l'existence d'une procédure de raccordement des instruments de mesure de la température à cet étalon ;

- pH et conductivité (NF EN ISO 10523 [10] et NF EN 27888 [11]) : le raccordement doit être assuré par l'existence d'une procédure d'étalonnage de l'instrument de mesure à des solutions étalon de pH et de conductivité raccordées ;
- oxygène dissous (NF EN ISO 25814 [12] et NF ISO 17289 [13]) : l'appareil de mesure de l'oxygène dissous doit faire l'objet de vérification de sa capacité à « descendre à zéro » et de sa capacité à mesurer 100% de taux de saturation ;
- turbidité (NF EN ISO 7027-1 [14]) : pour les mesures réalisées sur le terrain, utiliser préférentiellement des étalons scellés et/ou des étalons secondaires.

Aquaref recommande de vérifier les instruments de mesure (pH, conductivité, oxygène dissous et turbidité) en début de journée d'échantillonnage (uniquement le 100% pour l'oxygène). Une vérification en fin de journée est également recommandée. Elle peut être réalisée le lendemain en cas de poursuite de la tournée.

Les instruments devront être ré-étalonnés en cas de non-respect des critères définis par l'organisme d'échantillonnage pour la vérification. L'ensemble de ces contrôles doit être enregistré. Ces vérifications permettront de maîtriser une dérive éventuelle des appareils au cours du temps.

L'opérateur d'échantillonnage doit prévoir des sondes de rechange en nombre suffisant en cas d'incident de fonctionnement ou de casse. Elles doivent être conditionnées et étalonnées avant utilisation.

Les résultats de ces opérations (contrôle métrologique des appareils de terrain, gestion des solutions étalons) doivent être enregistrés.

5.4 Autres mesures

5.4.1 Bathymétrie

En l'absence de bathymétrie, l'opérateur peut être amené à procéder à un relevé bathymétrique et de cartographier les isobathes pour l'ensemble du plan d'eau lors de la première campagne de mesure. Le protocole à mettre en œuvre pour la bathymétrie d'un plan d'eau est le protocole d'échantillonnage et descripteurs morphométriques [15].

5.4.2 Hydromorphologie

Le cas échéant, l'opérateur recueille *a minima* pour la première campagne de mesure :

- les éléments descriptifs du régime hydrologique : temps de séjour, connexion avec les eaux souterraines, mesures de débits moyens entrant et sortant ;
- les caractéristiques hydromorphologiques (régime hydrologique, volume, marnage, linéaires de rives artificialisées, taille du bassin versant, forme de la cuvette, géologie,...) en s'appuyant sur les protocoles suivants : protocole Charli [16] et protocole Alber [17].

Cette méthode consiste à rassembler un certain nombre de descripteurs :

- les descripteurs bathymétriques de l'échantillonnage bathymétrique (§ 5.4.1 Bathymétrie) ;
- les descripteurs physiques, caractérisés lors de la visite de terrain : ils portent sur la zone riveraine et sur la zone rivulaire.

La méthode consiste à définir 10 parcelles d'observation sur la périphérie du plan d'eau. Sur chacune de ces parcelles, des éléments descripteurs sont renseignés : couverture végétale, pente, pressions anthropiques...

La méthode nécessite le matériel suivant : GPS, jumelles, appareil photographique, corde ou tige graduée, décamètre, bathyscope, bateau.

Les observations faites doivent être appréciées au regard du contexte habituel du plan d'eau (par exemple, conditions hydrologiques particulières générant un marnage inhabituel ou autres).

Au préalable, l'opérateur procède à une vérification rapide des données morphologiques disponibles sur les plans d'eau suivis dans le cadre du réseau de surveillance des plans d'eau.

6 Opérations d'échantillonnage d'eau

Lors des opérations d'échantillonnage, pour des raisons de sécurité, il est recommandé que :

- les opérateurs soient équipés d'équipement de protection individuelle (EPI) ;
- les opérateurs utilisent des gants de manutention pour les opérations d'échantillonnage (montée/descente de corde) et des gants nitriles non poudrés à usage unique pour les opérations d'homogénéisation et de remplissage des flacons. Les risques de contamination des échantillons par l'opérateur et de l'opérateur par le milieu seront ainsi limités ;
- chaque opération de terrain doit être assurée par une équipe composée *a minima* de 2 personnes. Cette disposition permettra également d'assurer une bonne qualité des opérations et d'optimiser la répartition des tâches sur l'embarcation.

De plus, les opérateurs devront être vigilants face au risque de transfert des espèces invasives d'une station de mesure à une autre. S'il s'avère que des espèces invasives sont connues ou mises en évidence sur une station de mesure, l'opérateur, afin d'éviter de contaminer la station suivante, devra décontaminer ses équipements (bottes, matériel d'échantillonnage, intermédiaires et embarcation) avant de se rendre sur la station de mesure suivante. L'organisme d'échantillonnage devra avoir défini une procédure de décontamination.

6.1 Échantillonnage d'eau

L'échantillonnage doit être réalisé au point de plus grande profondeur et pour les retenues artificielles, en dehors de la zone d'influence du barrage (souvent matérialisée par une ligne de bouée). La carte bathymétrique précise du plan d'eau ou les coordonnées géographiques permettront le repérage de la zone la plus profonde. En l'absence de carte bathymétrique, un relevé au sondeur (mesure de la profondeur) pour repérer cette zone profonde est nécessaire. Dans ce cas, une carte topographique au 1/25 000^{ème} peut faciliter le repérage de la zone du plan d'eau susceptible d'héberger la zone profonde.

Avant tout échantillonnage, l'opérateur doit vérifier qu'il se situe dans la zone la plus profonde du lac grâce à des mesures de profondeur (échosondeur, poulie compteuse). De même, pendant toutes les opérations d'échantillonnage, le préleveur s'assurera que l'embarcation ne dérive pas de ce point.

Avant tout échantillonnage, les flacons fournis par le laboratoire en charge des analyses, les matériels d'échantillonnage et les intermédiaires doivent être rincés *a minima* 3 fois avec l'eau échantillonnée. L'opérateur doit rejeter les eaux de rinçage hors de la zone à échantillonner (attention au sens du vent).

Tout le matériel doit être protégé de toutes sources de contamination (bidon de carburant enfermé dans un endroit étanche, matériel d'échantillonnage non utilisé pour transporter les divers équipements, ...).

Le matériel d'échantillonnage doit être associé à un système fiable et précis de la mesure de la profondeur d'échantillonnage (cordage gradué, treuil avec comptage centimétrique). L'emploi d'une sonde de pression couplée au matériel d'échantillonnage peut être utilisé pour déterminer la profondeur réelle d'échantillonnage.

Deux échantillonnages sur la verticale peuvent être réalisés :

- un échantillonnage intégré : paramètres chimiques, chlorophylle a et phéopigments
- un échantillonnage de fond : paramètres chimiques

6.1.1 Échantillonnage intégré

Au préalable, l'opérateur d'échantillonnage réalisera plusieurs mesures de la transparence en respectant le protocole défini en § 5.1 Paramètres physico-chimiques à mesurer. La valeur obtenue permettra de définir la zone d'échantillonnage (hauteur égale à 2,5 fois la profondeur de disparition du disque de Secchi (transparence)).

Si cette hauteur est supérieure à la profondeur du plan d'eau, l'échantillonnage intégré doit être réalisé de la surface jusqu'à 2 mètres au-dessus du fond.

Plusieurs types de matériels d'échantillonnage peuvent être mis en œuvre pour réaliser cette opération (Tableau 4).

Tableau 4 : Avantages et inconvénients des matériels d'échantillonnage

Système d'échantillonnage	Avantages	Inconvénients
Bouteille intégratrice commerciale	<ul style="list-style-type: none"> - Échantillon homogène représentatif de l'ensemble de la zone à prélever (zone euphotique) - Volume de la bouteille important - Nature des matériaux possibles : téflon ou PVC recouvert de Téflon - Pas d'étape d'homogénéisation dans un récipient intermédiaire 	<ul style="list-style-type: none"> - Risque de contamination selon la composition du système d'échantillonnage
Bouteille intégratrice INRA [18]	<ul style="list-style-type: none"> - Échantillon homogène représentatif de l'ensemble de la zone à prélever (zone euphotique) 	<ul style="list-style-type: none"> - Profondeur limite d'utilisation : 20 mètres - Faible capacité de volume : 2L (si prélèvement sur 20 m) - Nécessité de répéter les prélèvements - Bouteille essentiellement constituée en PVC (risque de contamination) - Risque de contamination lors de l'étape d'homogénéisation sur l'embarcation
Tuyau	<ul style="list-style-type: none"> - Échantillon homogène représentatif de l'ensemble de la zone à prélever (zone euphotique) - Volume du tuyau important 	<ul style="list-style-type: none"> - Difficile d'usage pour des profondeurs d'échantillonnage supérieures à 10 m. - Appareillage pas facile à nettoyer - Risque de contamination selon la composition du tuyau mis en œuvre

Système d'échantillonnage	Avantages	Inconvénients
Bouteille horizontale, verticale	- Nature des matériaux possibles : téflon	<ul style="list-style-type: none"> - Faible capacité de volume : environ 1L - Prélèvement ponctuel équidistant sur la zone d'échantillonnage à différents mètres - Risque de contamination selon la composition du système d'échantillonnage - Risque de contamination lors de l'étape d'homogénéisation sur l'embarcation
Pompe	- Adaptation du volume à prélever en fonction des analyses demandées	<ul style="list-style-type: none"> - Prélèvement ponctuel équidistant sur la zone d'échantillonnage à différents mètres - Temps de prélèvement relativement long (renouvellement de l'eau dans l'appareillage) - Risque de contamination selon la composition des tuyaux et des éléments constituant la pompe - Risque de contamination lors de l'étape d'homogénéisation sur l'embarcation

Dans les deux derniers cas, un volume identique est prélevé sur la zone d'échantillonnage à différentes hauteurs. Le nombre de prélèvements ponctuels doit être suffisant afin d'avoir une bonne représentativité de la zone à échantillonner. Ce nombre de prélèvements dépend de la hauteur de la zone à échantillonner :

Cas des zones euphotiques < 15 m

En absence de système d'échantillonnage de type bouteille intégratrice, il est demandé de réaliser un prélèvement ponctuel tous les mètres sur la zone d'échantillonnage, ou tous les 0,5 m si la profondeur du plan d'eau est très faible (< 5 m).

Cas des zones euphotiques > 15 m

En l'absence de système d'échantillonnage de type bouteille intégratrice, il est demandé de réaliser un prélèvement ponctuel tous les 2 mètres sur la zone d'échantillonnage.

Le préleveur doit prendre toutes les précautions lors de l'étape d'homogénéisation (gants nitrile à usage unique, récipient inerte). Il doit veiller impérativement à ne pas conserver le récipient sous une insolation ou une pluie directe pouvant modifier la qualité de l'échantillon et à homogénéiser le contenu du récipient immédiatement avant le prélèvement du sous-échantillon.

Les matériels d'échantillonnage ne nécessitant pas le passage par une étape d'homogénéisation (par exemple bouteille intégratrice) sont à mettre en œuvre préférentiellement. Toutefois, il est important de connaître la profondeur limite maximale d'utilisation de ces systèmes d'échantillonnage (Tableau 4).

6.1.2 Échantillonnage de fond

Les résultats de l'essai collaboratif AQUAREF sur l'échantillonnage d'eau en plan d'eau [6] conduisent à réaliser l'échantillonnage de fond à 2 mètres au-dessus du fond du plan d'eau (et non 1 mètre comme précédemment spécifié) afin d'éviter de remettre en suspension les sédiments.

Plusieurs types de matériels d'échantillonnage peuvent être mis en œuvre pour réaliser cette opération : bouteille verticale, bouteille horizontale et pompe (tableau 4).

La capacité et la composition des bouteilles doit être adaptée afin d'éviter l'étape d'homogénéisation dans un récipient intermédiaire.

7 Conditionnement des échantillons d'eau

Le conditionnement de l'échantillon doit être réalisé sur le bateau. Le moteur du bateau doit être arrêté et la zone de travail protégée (loin des sources de contamination : essence, graisse etc.).

AQUAREF recommande le port de gants « nitriles non poudrés » propres, à usage unique, pour les opérations de constitution des échantillons. Le port des gants permet de limiter les risques de contamination par l'opérateur notamment dans le cas de l'utilisation de produits de soin corporels ou pharmaceutiques (ex : diclofénac présent dans des pommades anti-inflammatoires, musc et parabènes présent dans des crèmes à raser, gel douche,...). Des risques de contamination via l'opérateur sont également possibles par d'autres voies comme le café ou le tabac (ex : caféine, nicotine, HAP...).

Le remplissage des flacons fournis par le laboratoire en charge des analyses se fera en priorité sans matériel intermédiaire. Dans le cas de l'utilisation d'un intermédiaire (seau, container), il est donc nécessaire que celui-ci soit muni d'un bec verseur ou d'un robinet. Afin d'éviter tout phénomène de décantation (en cas de présence importante de matières en suspension), le conditionnement de l'échantillon sera fait, sous agitation, en réalisant un remplissage fractionné des flacons.

Les flacons doivent être remplis à ras bord (sauf consigne différente du laboratoire) et avec précaution en évitant le barbotage. AQUAREF recommande de remplir le flacon en faisant couler l'eau échantillonnée le long de la paroi interne du flacon.

Cas de la chlorophylle *a* [19]

- Filtration de préférence sur site :

En cas de filtration sur site, conservation du filtre à $5\pm 3^{\circ}\text{C}$ et à l'obscurité jusqu'au laboratoire. AQUAREF recommande de ne pas toucher les filtres avec les mains nues mais d'utiliser une pince à épiler. L'acidité des mains risque de détériorer le filtre. L'utilisation systématique de gants nitriles à usage unique non poudrés est recommandée de l'installation du filtre sur le support de filtration jusqu'à sa mise en flacon pour expédition au laboratoire. Une connaissance réelle du volume filtré est indispensable pour calculer la concentration en chlorophylle *a*. La filtration d'un litre d'eau est estimée à environ 10 min lorsque l'eau n'est pas trop turbide. Pour des eaux turbides, le délai de filtration augmente et les préleveurs utilisent un nombre plus important de filtres (qui peut aller jusqu'à 3 en général).

AQUAREF recommande que le préleveur dispose de la part du laboratoire d'un protocole détaillé précisant notamment le maniement du filtre, le volume à filtrer, la précision de la mesure du volume et le matériel à utiliser (système de filtration, pompe à main, éprouvette...);

Extraction dans les 12h après la filtration ou au plus tard le lendemain de l'échantillonnage au laboratoire ou mise en congélation du filtre sec à une température de -20°C pendant une durée maximale d'un mois.

Note : si la filtration est faite sur site, le filtre sec peut également être envoyé congelé (à -20°C) et à l'obscurité au laboratoire sous réserve de maîtrise de cette pratique.

- Si filtration au laboratoire :

L'échantillon est transporté à $5\pm 3^\circ\text{C}$ et à l'obscurité. La filtration doit s'effectuer dans les 12h suivant l'échantillonnage. L'extraction est réalisée dans les 12h après la filtration ou bien le filtre sec est conservé à une température d'environ -20°C pendant une durée maximale d'un mois.

Le personnel doit pour cela être formé à la pratique de filtration sur site.

Cas des métaux :

En cas de demande d'une surveillance des métaux dissous, la filtration à $0,45\ \mu\text{m}$ est obligatoire avant l'analyse de ces paramètres. AQUAREF recommande que la filtration soit réalisée sur site [20]. L'opérateur d'échantillonnage doit pour cela être formé à cette pratique afin d'éviter les risques de contamination de l'échantillon. Une vidéo préparée par AQUAREF présente un protocole de réalisation d'une opération de filtration sur site [21]. Les opérations de filtration doivent impérativement inclure un rinçage de la seringue, du filtre et du flacon avec l'eau filtrée. Ce dernier point ne peut être appliqué que dans le cas de flacons non préconditionnés à l'acide. Il est rappelé que AQUAREF ne recommande pas la pratique de pré-conditionnement des flacons à l'acide pour les métaux dissous. Exceptionnellement, si la filtration n'a pas pu avoir lieu sur le site, l'échantillon doit être acheminé au laboratoire en charge de l'analyse dans une glacière ayant la capacité de maintenir la température interne de l'enceinte à $5\pm 3^\circ\text{C}$ et la filtration doit être réalisée au laboratoire le plus rapidement possible et au plus tard le lendemain de l'échantillonnage. Dans ce dernier cas, le flacon doit être rempli à ras bord dès l'échantillonnage et jusqu'à la filtration sans ajout de conservateur.

Dans tous les cas, l'opération de filtration et de conditionnement doit être maîtrisée et ne pas apporter de contamination. Des contrôles qualité (blanc de filtration) sont demandés afin de montrer l'absence de contamination liée à cette étape (cf. §9 Contrôle qualité). La fréquence précise doit être définie par l'organisme d'échantillonnage.

Des « blancs de filtration » sont également obligatoires dans tous les cas. Ces blancs de filtration doivent être réalisés selon les préconisations du guide FD T 90-524 [3].

Si la filtration est réalisée sur le site, le filtrat obtenu peut être stabilisé à l'acide de qualité compatible avec les limites de quantification analytiques visées. Cette pratique d'acidification sur le terrain permet d'éviter les précipitations. Elle n'est pas imposée pour le moment.

Cas des composés volatils :

Des précautions particulières sont à mettre en œuvre afin d'éviter la perte par dégazage. L'homogénéisation du volume prélevé est à proscrire. Il convient de remplir lentement le flacon en évitant toute perturbation. Dans tous les cas, respecter les consignes fournies par le laboratoire en charge des analyses.

Cas des phtalates, bisphénol A :

Les phtalates et le bisphénol A sont des composés particulièrement difficiles à analyser en raison des multiples sources de contamination liées à l'utilisation des matériaux en plastique de façon générale. L'opérateur doit limiter au maximum tout contact de l'échantillon avec des matériaux ou matériel pouvant contaminer l'échantillon.

Il est recommandé de terminer par l'échantillonnage des phtalates, bisphénol A afin de maximiser le volume d'eau ayant circulé dans le matériel d'échantillonnage.

Une discussion spécifique entre l'organisme d'échantillonnage et le laboratoire en charge des analyses est demandée dès que cette famille de paramètres doit être échantillonnée.

8 Conservation et transport de l'échantillon

Les responsabilités concernant la conservation et le transport des échantillons entre la station et le laboratoire en charge des analyses doivent être clairement établies avant le début de la campagne. Dans tous les cas, une concertation étroite entre les différents intervenants doit être menée.

Les consignes liées au flaconnage (nature, volume, remplissage, maniement), à l'étiquetage au conditionnement (réactifs, consignes particulières de rinçage des flacons notamment,...), aux conditions de transport **sont de la responsabilité du laboratoire en charge des analyses et doivent être fournies aux opérateurs avant le début de la campagne d'échantillonnage.**

Le laboratoire est notamment responsable des consignes de rinçage (arguments techniques à fournir si le rinçage ne devait pas être réalisé 3 fois) et de conditionnement des échantillons. En absence de consigne du laboratoire, il est demandé aux opérateurs d'échantillonnage de rincer 3 fois les flacons (+ bouchons) avec l'eau du lieu d'échantillonnage et de remplir à ras-bord les flacons destinés à l'analyse. Ce rinçage doit être effectué en veillant à ce que la totalité de la surface interne du flacon soit rincée.

Dès conditionnement et pendant toute la durée de l'acheminement jusqu'au laboratoire d'analyses, les échantillons doivent être placés à l'obscurité, dans une enceinte frigorifique propre, et équipée d'un système permettant de caler les flacons afin d'éviter qu'ils ne se cassent.

L'enceinte doit être réfrigérée à 5 ± 3 °C préalablement à l'introduction des échantillons et être équipée du matériel nécessaire pour maintenir cette température de l'enceinte frigorifique à 5 ± 3 °C. La température interne de l'enceinte doit être contrôlée et enregistrée au départ et à chaque reconditionnement de l'enceinte. Plusieurs moyens peuvent être mis en œuvre : pastilles, thermomètre flacon, enregistreur [22]. Le laboratoire en charge des analyses doit mettre à disposition la méthodologie retenue pour satisfaire cette exigence. La température de l'enceinte doit également être contrôlée et enregistrée à l'arrivée au laboratoire.

AQUAREF recommande que le client soit informé immédiatement dès lors que la température de consigne est dépassée. L'organisme en charge de la chaîne du froid doit mettre en place les actions correctives pour éviter ces dépassements par exemple :

- remplacement des enceintes par des enceintes de meilleure qualité et si nécessaire conforme à la norme NF S99-700 [23],
- remplacement des blocs eutectiques par des blocs eutectiques plus performants,
- optimisation du nombre de blocs eutectiques par rapport au volume d'échantillons.

La prise en charge des échantillons par le laboratoire en charge des analyses, incluant les étapes analytiques critiques destinées à éviter l'évolution de l'échantillon pour le paramètre considéré (filtration et/ou stabilisation et/ou extraction) doit intervenir au plus tard le lendemain de l'opération d'échantillonnage. Une tolérance d'un jour supplémentaire peut toutefois être acceptée dans des circonstances exceptionnelles si l'analyse de paramètres particulièrement sensibles n'est pas demandée [7]. Cette exigence impliquant fortement à la fois les opérateurs de terrain et le laboratoire, une concertation forte entre les deux parties doit être mise en place afin de respecter ce délai.

Pour les DROM, des recommandations particulières concernant le transport et l'acheminement des échantillons sont présentées dans le document référencé « AQUAREF - Opérations d'échantillonnage d'eau pour la surveillance des milieux aquatiques - Module spécifique DROM - Recommandations techniques » [24].

9 Contrôle qualité

Les opérations d'échantillonnage et les mesures des paramètres physico-chimiques *in situ* ou sur site associées sont sujettes à des sources d'erreurs potentielles. Pour certaines de ces sources d'erreurs, il existe des contrôles qualité adaptés dont la mise en place permet d'assurer que ces sources d'erreurs sont maîtrisées.

Les contrôles qualité de type « blancs » ont pour objectif d'identifier les sources de contamination pouvant intervenir pendant la succession des étapes d'échantillonnage.

Les analytes d'intérêt suivants peuvent faire partie des analytes à tester prioritairement à travers la réalisation de blancs en raison des risques importants de contamination et des faibles niveaux de concentration souvent recherchés :

- métaux (avec parmi les plus sensibles : Cu, Zn, Al) ;
- COV ;
- phtalates ;
- alkylphénols et bisphénol A ;
- HAP (pour des concentrations très faibles) ;
- Caféine ;
- Parabènes.

Ces contrôles qualité n'ont pas vocation à être mis en place de façon systématique. Ils doivent être utilisés de façon ciblée, en fonction à la fois des objectifs des programmes de mesure considérés et des propriétés des analytes d'intérêt recherchés ou des difficultés particulières liées à leur échantillonnage (risques de contamination, de dégradation de l'analyte, de perte par volatilisation,...).

Compte tenu de ces risques de contamination, AQUAREF recommande la mise en place de contrôles qualité de type « blanc ». Il est proposé que les contrôles qualité soient définis par l'organisme en charge de l'échantillonnage (type de contrôles, fréquence, paramètres). Ils seront par la suite planifiés lors de l'élaboration conjointe du plan d'échantillonnage entre l'opérateur d'échantillonnage et le client.

AQUAREF propose de consacrer 1% du budget à ces contrôles qualité. La traçabilité de ces contrôles qualité doit être assurée.

L'opérateur d'échantillonnage s'appuiera sur le guide FD T90-524 qui décrit une méthodologie pour chaque type de blancs [3], [21].

Parmi les blancs envisageables, AQUAREF recommande de mettre en œuvre principalement des blancs de matériel d'échantillonnage et des blancs de système de filtration.

10 Expression des résultats et métadonnées

L'ensemble des opérations de terrain doit être consigné sur la fiche terrain échantillonnage plan d'eau [5]. D'autres informations demandées dans le cadre de ce document doivent être intégrés à la fiche terrain.

Les éléments suivants doivent au minimum être rapportés sur la fiche terrain :

- code national identifiant de la station (8 caractères) ;
- code national du plan d'eau ;
- nom du plan d'eau ;
- coordonnées géographiques ;
- code de l'échantillonnage (si disponible) ;

- nom de l'opérateur ;
- échantillonnage sous accréditation (oui, non) ;
- paramètres physico-chimiques sous accréditation (oui, non), sous agrément (oui, non) ;
- date et heure de début et de fin de l'échantillonnage ;
- support ;
- matériel d'échantillonnage (type, nature) ;
- protocole d'échantillonnage ;
- paramètres environnementaux (conditions météorologiques, etc) ;
- résultats des mesures de paramètres physico-chimiques (pH, conductivité, O₂ dissous, transparence au disque de Secchi, profondeur, température...) et protocole utilisé (*in situ*, sur site) ;
- filtration sur site (date et heure) le cas échéant ;
- réalisation de contrôles qualité (oui/non) et type de contrôle le cas échéant ;
- toute observation et commentaire utile pour interpréter les futurs résultats d'analyse (source de contamination observée lors de l'échantillonnage, les raisons de changement de lieu, ou de non réalisation).

Afin de garantir la pérennité du lieu d'échantillonnage et d'assurer la représentativité des résultats, l'opérateur peut également réaliser des photos du point d'échantillonnage dans son environnement ainsi que du lieu exact d'échantillonnage d'eau.

Les fiches de terrain relatives aux opérations d'échantillonnage doivent être déposées dans chaque enceinte réfrigérée sous pochette plastique étanche afin d'éviter la détérioration de celles-ci par l'humidité, ou saisies sous forme électronique et transférées le soir même au laboratoire en charge des analyses.

11 Références

Les documents ci-dessous sont à prendre en considération.

Référence	Libellé	Accessible sous
[1]	NF EN ISO 5667-3 « Qualité de l'eau – Échantillonnage - Partie 3 : Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau »	AFNOR
[2]	Protocole standardisé d'échantillonnage, de conservation, d'observation et de dénombrement du phytoplancton en plan d'eau pour la mise en œuvre de la DCE – septembre 2009, version 3.3.1 - Cemagref-INRA	http://hydrobio-dce.cemagref.fr
[3]	FD T 90-524 « Contrôle Qualité - Contrôle qualité pour l'échantillonnage et la conservation des eaux »	AFNOR
[4]	ISO 5667-4 « Qualité de l'eau - Échantillonnage - Partie 4 : lignes directrices pour l'échantillonnage des eaux des lacs naturels et des lacs artificiels »	AFNOR
[5]	Fiche terrain pour les relevés phytoplanctoniques en plan d'eau « Fiche-Terrain-Phyto »	http://hydrobio-dce.irstea.fr/
[6]	Impact des opérations de prélèvements sur la variabilité des résultats d'analyses - Essai inter comparaison sur le prélèvement en plan d'eau 2010 - (Botta.F, Blanquet.JP, Champion.R, Ferret.C, Guigues.N, Lazzarotto.J, Lepot.B)	http://www.aquaref.fr/
[7]	AQUAREF - Opérations d'analyse physico-chimique des eaux et des sédiments en milieu continental dans le cadre des programmes de surveillance DCE - Recommandations techniques – Edition 2016	http://www.aquaref.fr
[8]	Guide Technique : Pratiques d'échantillonnage et de conditionnement en vue de la recherche de micropolluants émergents et prioritaires en assainissement collectif et industriel – 2011	http://www.aquaref.fr
[9]	FD T 90-523-1- Qualité de l'eau - Guide de prélèvement pour le suivi de la qualité des eaux dans l'environnement - Partie 1 : Prélèvement d'eau superficielle- Annexe D, § D.3	AFNOR
[10]	NF EN ISO 10523 : Qualité de l'eau – Détermination du pH	AFNOR
[11]	NF EN 27888 : Qualité de l'eau - Détermination de la conductivité électrique	AFNOR
[12]	NF EN 25814 : Qualité de l'eau - Dosage de l'oxygène dissous - Méthode électrochimique à la sonde	AFNOR
[13]	NF ISO 17289 : Qualité de l'eau - Dosage de l'oxygène dissous - Méthode optique à la sonde	AFNOR
[14]	NF EN ISO 7027-1 : Qualité de l'eau - Détermination de la turbidité - Partie 1 : méthodes quantitatives	AFNOR
[15]	Alleaume et al., 2010. Bathymétrie des plans d'eau. Protocole d'échantillonnage et descripteurs morphométriques.	http://hydrobio-dce.irstea.fr/plans-deau/

Référence	Libellé	Accessible sous
[16]	ONEMA, IRSTEA, 2013 - Charli : Protocole de Caractérisation des HABitats des Rives et du Littoral	http://hydrobio-dce.irstea.fr/plans-deau/
[17]	ONEMA, IRSTEA, 2012 - AIBer : Protocole de caractérisation des ALTérations des BERges	http://hydrobio-dce.irstea.fr/plans-deau/
[18]	Pelletier, Brevet INRA 1978	/
[19]	NF T 90-117 - Qualité de l'eau - Dosage de la chlorophylle a et d'un indice phéopigments - Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire	AFNOR
[20]	N. Guigues, J-P. Ghestem, B. Lepot, E. Alasonati, G. Labarraque, P.Fiscaro, G. Braibant, N. Houeix et A. Papin (2010) Étude de l'influence de la filtration sur site pour l'analyse des métaux dissous dans les cours d'eau, les plans d'eau et les eaux souterraines.	http://www.aquaref.fr
[21]	Pratiques de filtration sur site des échantillons pour analyse des éléments traces métalliques (Vidéo)	http://www.aquaref.fr/
[22]	État des lieux sur les outils existants pour contrôler la température des échantillons depuis le prélèvement jusqu'à la réception au laboratoire (B. Lepot, C. Ferret)	http://www.aquaref.fr
[23]	NF S 99-700 « Emballages isothermes et emballages réfrigérants pour produits de santé – Méthode de qualification des performances techniques ».	AFNOR
[24]	AQUAREF - Opérations d'échantillonnage d'eau pour la surveillance des milieux aquatiques - Module spécifique DROM - Recommandations techniques – Edition 2017	http://www.aquaref.fr

www.aquaref.fr

