AQUAREF
Consortium scientifique et technique
BRGM, IFREMER, Ineris, INRAE et LNE

GUIDE
ECHANTILLONNAGE

Recommandations techniques

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

Edition 2022

Contexte de programmation et de réalisation

Ce guide a été réalisé dans le cadre du programme scientifique et technique AQUAREF pour l'année 2022, thème C « Amélioration des opérations d'échantillonnage » - Action C2a1 « Guides techniques pour l'échantillonnage en milieu continental ».

Auteurs

Jean-Philippe GHESTEM (BRGM)
Frédéric GAL (BRGM)
Pauline MOREAU (BRGM)

Guide rédigé avec la contribution de

Bénédicte LEPOT (Ineris)
Nathalie MARESCAUX (Ineris)
Marina COQUERY (Inrae)
Nathalie GUIGUES (LNE)

Contact principal

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

Référence du document

AQUAREF - Opérations d'échantillonnage d'eau souterraine dans le cadre des programmes de surveillance DCE - Recommandations techniques – Edition 2022

Droits d'usage

Accès public

Avec le soutien de

MINISTÈRE DE LA TRANSITION ÉCOLOGIQUE ET DE LA COHÉSION DES TERRITOIRES
Liberté
Égalité
Fraternité

OFB
OFFICE FRANÇAIS DE LA BIODIVERSITÉ

Evolutions 2017 → 2022	
Le 16 décembre 2022	**<u>Editoriales :</u>** ▪ Mise à jour des références réglementaires ▪ Nouveau lien vers les guides Aquaref ▪ Citation du nouveau guide « opérations d'échantillonnage par EIP en cours d'eau et eau littorale » ▪ Citation du nouveau guide analyse « opérations d'analyse sur EIP en cours d'eau et eau littorale » ▪ Citation du nouveau guide analyse « opérations d'analyse physico-chimique des eaux résiduaires urbaines et industrielles dans le cadre des programmes de surveillance » ▪ Nouvelle référence du guide FD T 90-523-3 **<u>Techniques</u>** : ▪ Précision sur la fréquence de participation aux comparaisons interlaboratoires - § 3 ▪ Précisions sur le choix des matériaux à utiliser pour les tuyaux d'échantillonnage - § 4.3.1 ▪ Précisions sur l'entretien et le rinçage du matériel d'échantillonnage - § 4.3.2 ▪ Précisions sur le choix des étalons utilisés lors de la mesure de la turbidité sur le terrain - § 5.2 ▪ Ajout de la norme NF T90-260 pour la mesure du potentiel redox - § 5.2 ▪ Précisions sur les vérifications faites sur les appareils et leur validation- § 5.2 ▪ Précisions sur le positionnement de la pompe pour les ouvrages sans pompe à demeure - § 6.1 ▪ Précisions sur le suivi des paramètres physico-chimiques en phase de purge - § 6.1 ▪ Précisions sur la configuration des puits de diamètre important - §6.2 ▪ Précisions sur les stations en milieu côtier - § 6.1.2 ▪ Précisions sur les ouvrages peu productifs - § 6.1.3 ▪ Actualisation du paragraphe sur les sources - § 6.3 ▪ Ajout de 3 références d'études Aquaref (Impact de la nature du matériel d'échantillonnage sur la qualité des données de surveillance du diclofénac dans les eaux de surface, Impact de la nature du matériel d'échantillonnage sur la qualité des données de surveillance des parabènes et des alkylphénols en eaux de surface et une étude sur l'évaluation de l'incertitude de mesure, incluant la contribution de l'échantillonnage » sur les eaux superficielles du bassin Rhône Méditerranée - § 7 ▪ Précisions sur les performances des enceintes réfrigérées et les plaques eutectiques utilisées - § 8 ▪ Rajout de la substance diclofénac dans les analytes à tester prioritairement à travers la réalisation de blancs - § 9 ▪ Conclusions des résultats de l'essai d'intercomparaison Aquaref 2021 sur l'échantillonnage en eau souterraine - § 9

TABLE DES MATIÈRES

1 Généralités 8
2 Qualification, habilitation du personnel 8
3 Démarche qualité 8
4 Préparation de la campagne 9
4.1 Station de mesure 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 11
4.3 Matériel d'échantillonnage 11
4.3.1 Choix des matériaux 11
4.3.2 Conditionnement du matériel d'échantillonnage 12
5 Mesure des paramètres physico-chimiques et hydrologiques de terrain 12
5.1 Mesures hydrologiques 12
5.2 Mesures physico-chimiques 13
5.2 Appareillage 13
6 Opérations d'échantillonnage d'eau 14
6.1 Ouvrages sans pompe à demeure 14
6.1.1 Cas des puits de diamètre important 15
6.1.2 Cas des stations en milieu côtier 16
6.1.3 Cas des ouvrages peu productifs 16
6.2 Puits ou forages équipés de moyens de pompage 17
6.3 Sources 18
7 Conditionnement des échantillons d'eau 18
8 Conservation et transport de l'échantillon 20
9 Contrôle qualité 21
10 Expression des résultats et métadonnées 21
11 Références 23
12 Liste des annexes 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 du 26 avril 2022 modifiant l'arrêté du 25 janvier 2010 établissant le programme de surveillance de l'état des eaux, de l'arrêté « agrément des laboratoires » du 27 octobre 2011, de l'avis « limites de quantification » en vigueur, 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 guides AQUAREF ne se substituent pas au guide ministériel[1] mais proposent des aspects techniques complémentaires ou des évolutions possibles par rapport à celui-ci.

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 précisées 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 26 avril 2022 modifiant l'arrêté du 25 janvier 2010), 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.

[1] Guide pour la demande de prestation d'échantillonnage et d'analyse physicochimique dans le cadre de la surveillance DCE Cours d'eau, plans d'eau et eaux souterraines- janvier 2018

Guides AQUAREF disponibles :

https://www.aquaref.fr/guides-recommandations-chimie

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)
- Guide des opérations d'échantillonnage par EIP en cours d'eau et eau littorale

Guide conditionnement transport « biote »

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

Guides 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
- Guide des opérations d'analyse sur EIP en cours d'eau et eau littorale

Spécificité DROM

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

Guides eau de rejet

- 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
- Guide des opérations d'analyse physico-chimique des eaux résiduaires urbaines et industrielles dans le cadre des programmes de surveillance

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. Il est donc indispensable de prendre toutes les dispositions pour :

- assurer la représentativité et l'intégrité des échantillons depuis l'extraction du milieu souterrain jusqu'au(x) laboratoire(s) d'analyses ;
- éviter la contamination du milieu lors de l'échantillonnage.

Une bonne coordination entre l'opérateur d'échantillonnage 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 précisées dans ce guide, les opérateurs d'échantillonnage prennent comme référence les normes et guides en vigueur notamment :

- la 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 guide FD T90-523-3 « Qualité de l'Eau – Guide d'échantillonnage pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement – Échantillonnage d'eau souterraine » **[2]** ;
- le guide FD T90-524 « Contrôle Qualité - Contrôle qualité pour l'échantillonnage et la conservation des eaux » **[3].**

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, potentiel rédox et turbidité).

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 d'échantillonnage doit être assurée à toutes les étapes de la préparation de la campagne jusqu'à la restitution des données. Les opérations d'échantillonnage 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 est donné en annexe 1 : « Fiche terrain d'échantillonnage en eau souterraine ».
- L'organisme en charge de l'échantillonnage doit participer à des comparaisons interlaboratoires (CIL) pour l'échantillonnage et les mesures des paramètres physico-chimiques d'eau souterraine sur site si ceux-ci existent. A défaut de comparaisons interlaboratoires en conditions réelles (sur site), il doit participer aux CILs « mesures des paramètres physico-chimiques » en conditions maîtrisées au minimum deux fois par an.

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

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 où les prélèvements seront effectués, aux périodes prévisionnelles d'échantillonnage, ainsi que les fiches signalétiques des stations de mesure (localisation précise, coupe de l'ouvrage, propriétaire, conditions d'accès, contact éventuel, contraintes particulières, photos, dernières conditions d'échantillonnage, fréquences de pompage sur les stations AEP, chloration, …).

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 ;
- 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.

En cas d'absence de la coupe de l'ouvrage dans la fiche station, l'opérateur peut retrouver pour certains ouvrages cette information à l'aide du code BSS sur le site http://infoterre.brgm.fr.

En cas de besoin, des informations sur les analyses réalisées lors des précédents programmes de mesure et sur les niveaux piézométriques sont disponibles sur le site ADES (www.ades.eaufrance.fr).

Sauf cas de force majeure, l'échantillonnage doit être réalisé invariablement au même lieu et, si possible, dans des conditions d'échantillonnage (profondeur, débit…) similaires.

Toute modification, même mineure, du point d'échantillonnage doit être si possible discutée avec le gestionnaire et dans tous les cas mentionnée et documentée dans la fiche terrain.

AQUAREF recommande d'insister sur le rôle d'alerte des opérateurs d'échantillonnage quant à la qualité de la station, et notamment sur tout élément susceptible d'impacter les résultats d'analyses (travaux, robinets rouillés, ouvrages abimés, doutes sur le lieu exact d'échantillonnage, ...).

4.2 Organisation des campagnes

L'opérateur d'échantillonnage prendra en considération le devenir des eaux résultantes, notamment, du nettoyage des systèmes d'échantillonnage ou de la purge. Il veillera également à prendre toutes les précautions pour éviter toute pollution des ouvrages par introduction d'outils, liquides contaminés.

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 l'opérateur d'échantillonnage et le laboratoire doit être mis en place préalablement à la campagne d'échantillonnage.

Les éléments qui doivent être fournis par le laboratoire à l'opérateur d'échantillonnage 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 ± 3)°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 d'analyse 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, l'opérateur d'échantillonnage 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 d'analyse 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, l'opérateur d'échantillonnage 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 d'échantillonnage doit disposer du matériel lui permettant de réaliser les opérations en toute circonstance (groupe électrogène, pompes, sondes destinées aux mesures des paramètres physico-chimiques…).

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

Il est fortement recommandé durant l'ensemble des opérations d'échantillonnage de limiter les matériels intermédiaires afin de diminuer les risques de contaminations (favoriser le remplissage direct des flacons d'analyse à la sortie du tuyau ou robinet).

Le contact du tuyau d'échantillonnage avec le sol doit être évité autant que possible afin de limiter les risques de contamination (si besoin à l'aide d'enrouleur, bâche ou autre système de protection).

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 devra 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 consignes ci-dessus et la NF EN ISO 5667-3 **[1]**.

AQUAREF recommande que les tuyaux utilisés soient de qualité reconnue et notamment si possible de qualité « alimentaire » ou équivalente. Dans le cas de la recherche de certains polluants type phtalates, bisphénol, on choisira si possible des tuyaux avec des teneurs maximales garanties. Il est préférable d'utiliser des tuyaux transparents en PEHD ou en PVC car ils permettent une vérification plus facile de leur état (encrassement, dépôts, développement d'algues, etc.) tout en limitant les interactions avec les polluants.

En cas d'utilisation de matériel intermédiaire il est impératif que ce matériel soit rincé avec l'eau à analyser avant tout échantillonnage. Le type de matériel intermédiaire à utiliser (de façon exceptionnelle et si besoin : par exemple canne, seau) peut être choisi en consultant le guide « AQUAREF - Opérations d'échantillonnage d'eau en cours d'eau dans le cadre des programmes de surveillance DCE - Recommandations techniques » **[4]**.

Les résultats de l'essai collaboratif AQUAREF sur l'échantillonnage en eau souterraine **[5]** conduisent à proscrire l'utilisation de raccords en laiton sur les chaines de pompage pour l'analyse des métaux dissous.

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 » **[6]**.

4.3.2 Conditionnement du matériel d'échantillonnage

L'ensemble du matériel descendu dans les ouvrages et, de façon générale, ayant été en contact avec l'eau doit être régulièrement entretenu. L'objectif est d'éviter la contamination des échantillons et de l'ouvrage lui-même.

Avant chaque tournée, le matériel d'échantillonnage et de mesures sur site doit être préparé et conditionné selon un protocole de nettoyage défini. À titre d'exemple, un protocole appliqué dans le cadre des opérations d'échantillonnage en eaux de rejet peut être utilisé pour le matériel d'échantillonnage (la compatibilité de ce protocole avec chaque matériel doit être vérifiée) **[7]**.

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 la première utilisation selon le protocole défini ci-dessus.

Par défaut, le matériel d'échantillonnage intermédiaire (seaux, seringues, …) doit *a minima* être rincé 3 fois avec l'eau du site à échantillonner.

Si la purge effectuée avant échantillonnage (§ 6.1) est réalisée avec la même pompe que celle utilisée pour l'échantillonnage, la purge est en général suffisante pour le rinçage de la pompe et des tuyaux entre sites (hors sites fortement contaminés qui doivent faire l'objet de précautions particulières pour ce qui concerne la décontamination).

Dans le contexte de surveillance de sites « non pollués », un nettoyage systématique du matériel au cours d'une même journée entre chaque site n'est pas nécessaire. Il est en général considéré que le rinçage de la chaine de prélèvement est réalisé par la purge elle-même (dans le cas où la purge et l'échantillonnage sont réalisés avec le même matériel). Les éventuels matériels intermédiaires qui ne sont pas concernés par la purge doivent être rincés au moins 3 fois avec l'eau du site à échantillonner.

Note : le rinçage de la chaine de prélèvement lors de la phase de purge est une règle générale mais la purge ne permet pas d'assurer de façon systématique, l'absence de contamination provenant du matériel d'échantillonnage. Par ailleurs ce rinçage dépendant du temps de purge, la définition d'un temps de purge minimum est recommandée.

Les tuyaux doivent être vidés et faire l'objet d'un rinçage extérieur après chaque ouvrage, et rincés à l'eau du robinet au minimum en fin de journée. Si les niveaux de contamination de l'ouvrage sont totalement inconnus, le rinçage de la chaine de pompage après l'ouvrage est nécessaire avant un nouvel échantillonnage

5 Mesure des paramètres physico-chimiques et hydrologiques de terrain

5.1 Mesures hydrologiques

La mesure du niveau piézométrique ainsi que, dans la mesure du possible, la mesure de la profondeur totale de l'ouvrage doivent être systématiquement réalisées avant pompage (***Erreur ! Source du renvoi introuvable.)***. Ces deux mesures doivent être effectuées par rapport à un point de référence commun et documenté. La mesure du niveau piézométrique doit être effectuée le plus précisément possible
(± 1 cm).

Le niveau pris comme référence (haut du tubage par exemple ou tout autre point fixe pérenne dans le temps) ainsi que les résultats de l'ensemble des mesures doivent être déterminés pour chaque opération d'échantillonnage et consignés très précisément sur la fiche terrain d'échantillonnage en eau souterraine (Annexe 1) (une photo de l'ouvrage indiquant le repère choisi ou bien la réalisation d'un schéma est recommandée).

Tableau 1 : Paramètre hydrologique à mesurer dans une eau souterraine

Nom du paramètre	Code SANDRE paramètre	Unité	Code SANDRE unité
Profondeur du niveau piézométrique	1689	m	111

5.2 Mesures physico-chimiques

Les paramètres physico-chimiques présentés dans le

Tableau 2 doivent être systématiquement mesurés sur site lors de chaque échantillonnage. La mesure de ces paramètres doit également servir à déterminer la fin de purge et donc le début de la phase d'échantillonnage. Les mesures doivent être effectuées par immersion des sondes dans le fluide en alimentation continue. Afin de limiter les perturbations sur les mesures des paramètres, l'écoulement doit se faire de façon non turbulente et en évitant tout contact avec l'atmosphère (notamment pour les paramètres oxygène dissous et potentiel redox ; par exemple : fond de seau ou cellule fermée en alimentation continue). L'impossibilité de réaliser la mesure dans le fluide en alimentation continue (analyse en conditions statiques dans un bécher) doit être rapportée dans la fiche terrain.

Tableau 2 : Paramètres à mesurer sur site

Nom du paramètre	Code SANDRE	Unité	Code SANDRE unité
Température de l'eau	1301	°C	27
pH	1302	Unité pH	264
Conductivité à 25°C	1303	µS/cm	147
Potentiel d'oxydoréduction (E_H)*	1330	mV H^+/H_2	476
Oxygène dissous	1311	mg(O2)L	175
Turbidité**	1295	NFU	232

**E_H : le potentiel de référence sera le potentiel de l'électrode standard hydrogène H^+/H_2.*

*** : Turbidité formazine néphélométrique*

5.3 Appareillage

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

Les instruments pour la mesure des paramètres physico-chimiques *sur site ou in situ* doivent être raccordés aux étalons nationaux :

- température de l'eau : le raccordement aux étalons nationaux doit être assuré par la détention d'un thermomètre ou d'une 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 **[8]** et NF EN 27888 **[9]**) : le raccordement doit être assuré par l'existence d'une procédure d'étalonnage des instruments de mesure à des solutions étalon de pH et de conductivité raccordées ;
- oxygène dissous (NF EN 25814 **[10]** et NF ISO 17289 **[11]**): 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 (norme de référence 7027-1 **[12]**) : L'étalonnage doit être réalisé au moyen d'étalons de formazine adaptés aux appareils portables (de préférence scellés) ou au moyen d'étalons secondaire non toxiques pour les sondes multiparamètres. Dans ce dernier cas le raccordement de ces étalons secondaire à la formazine doit être démontré.
- Potentiel d'oxydoréduction : se référer à la norme NF T90-260 **[13]**.

AQUAREF recommande de vérifier les instruments de mesure 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 permettent de maîtriser une dérive éventuelle des appareils au cours du temps et de valider ou invalider les mesures réalisées entre deux vérifications.

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 d'étalonnage) doivent être enregistrés.

6 Opérations d'échantillonnage d'eau

6.1 Ouvrages sans pompe à demeure

La purge de l'ouvrage est réalisée comme décrit au § 5.2.2 du guide FD T 90-523-3 **[2]**. Par défaut, la stabilisation des paramètres physico-chimiques de terrain est considérée comme le critère principal de fin de purge et de début des opérations d'échantillonnage proprement dites. En parallèle, il est demandé par défaut de respecter un nombre minimum de volume de la colonne d'eau fixé à 3 pour le volume de purge.

En règle générale, la pompe est positionnée au niveau de l'aquifère à prélever, entre la moitié et le tiers inférieur de la zone crépinée. L'opérateur doit vérifier que ce critère n'entraîne pas une position trop proche du fond du puits. Une distance minimale de 1 à 2 m au-dessus du fond doit être respectée afin de ne pas échantillonner les dépôts de fond d'ouvrage. A défaut d'information sur la profondeur de l'aquifère à prélever ou de la position de la zone crépinée, la pompe est positionnée dans le tiers inférieur de la colonne d'eau.

Dans la mesure du possible et afin de garantir des données harmonisées, la pompe doit être placée à la même position pour des campagnes successives.

Le niveau piézométrique dynamique doit être régulièrement suivi durant les phases de purge. Sauf cas particulier, AQUAREF recommande d'adapter le débit de purge afin que le rabattement soit le plus faible possible et constant. L'organisme d'échantillonnage doit disposer du matériel adapté (utilisation de pompe à débit variable). Un minimum de 3 mesures du niveau doit être effectué pendant la purge

(incluant une mesure en fin de purge). Ces mesures doivent être consignées dans la fiche de terrain ainsi que le rabattement maximal.

Le débit de purge doit être mesuré par exemple avec un récipient gradué (seau, éprouvette, …) et un chronomètre. Ce débit doit être renseigné dans la fiche terrain.

En phase de purge, les paramètres physico-chimiques suivants doivent préférentiellement être suivis : pH, conductivité, température. Une attention particulière doit être apportée à la vérification de la stabilité et au respect de critères définis. Les critères de stabilité à respecter pour le pH, la température et la conductivité sont les suivants :

- pour le pH : 0,10 U pH
- pour la température : 0,2°C
- pour la conductivité : 5% si inférieur à 500 µS/cm, 2% si supérieur à 500 µS/cm

La stabilité est jugée sur la base de 3 mesures sur une période de 10 minutes répondant aux critères de stabilité ci-dessus. Cette stabilité doit être vérifiée en phase de purge en maintenant les conditions de purge constantes.

Les résultats de mesure et notamment ceux indiquant la stabilisation sont reportés dans la fiche terrain. Dans le cas où ces critères ne pourraient être respectés, ceci devra être consigné dans la fiche terrain.

Dans des cas exceptionnels (forages très profonds, puits, ouvrages à très faible productivité…), on pourra se contenter de vérifier la stabilité des paramètres physico-chimiques et de ne pas respecter le critère de renouvellement (cf. les critères de stabilité par défaut ci-dessus). L'absence de respect du critère de renouvellement de 3 fois le volume de la colonne d'eau doit être consigné dans le rapport d'échantillonnage.

La purge de plusieurs volumes de colonne d'eau ou l'attente de la stabilité des paramètres physico-chimiques est parfois à éviter en cas de vitesses de renouvellement de la colonne d'eau trop faibles (**[2]** §6.2.4).

Il faut veiller à ne pas mettre le piézomètre à sec ; le suivi en continu de la hauteur du niveau piézométrique durant la purge est un moyen d'éviter l'assèchement du piézomètre.

Durant la phase d'échantillonnage (remplissage des flacons), le débit de pompage est réduit afin notamment de limiter les biais liés à l'échantillonnage des substances volatiles et semi-volatiles (on veillera cependant à ne pas trop diminuer le débit afin d'éviter une remontée d'air dans le tuyau de prélèvement).

6.1.1 Cas des puits de diamètre important

Ce type de station est délicat compte tenu de difficultés potentielles relatives à la représentativité de l'échantillon prélevé. Pour ce type de stations, le critère de renouvellement de 3 fois le volume d'eau peut entrainer de très longues durées de pompage ou bien l'utilisation de matériel lourd (pompes de très haut débit). Par ailleurs, en l'absence de données sur l'éventuelle structuration du puits en fonction de la profondeur, le critère de stabilisation des paramètres, suivant l'horizon dans lequel la pompe est placée, peut amener à ne pomper qu'un seul des horizons qui peut être un horizon dans lequel l'eau n'est pas représentative de celle qui alimente l'ouvrage.

La configuration de ce type d'ouvrage n'est en général pas prévue pour favoriser des arrivées d'eau latérales (via des zones crépinées par exemple). Il est donc en général fait l'hypothèse que les arrivées d'eau se situent principalement au fond de l'ouvrage. Par défaut et en absence d'information sur la position des arrivées d'eau dans le puits, il est donc recommandé de positionner la pompe vers le fond du puit (considérant que les arrivées d'eau se situent à ce niveau) en laissant une distance suffisante (environ 1 m) avec le fond (afin d'éviter la remontée de particules déposées). Il est également recommandé de respecter le critère de stabilité des paramètres physico chimiques pour ce type de

stations tout en assurant une durée et un volume de purge suffisant. Cette dernière recommandation en termes de durée et de volume de purge est peu précise mais elle reflète les incertitudes et difficultés liées à ce type de station.

En complément AQUAREF propose, à destination des gestionnaires (et/ou des opérateurs d'échantillonnage), d'améliorer dans la mesure du possible la connaissance sur ce type de station. Il est ainsi proposé d'essayer d'obtenir une représentation de la structure physico-chimique de la colonne d'eau, soit par recours à une diagraphie par exemple de conductivité/température directement dans l'ouvrage, soit par réalisation de séquences de pompages à bas débit à plusieurs niveaux, et suivi en surface des paramètres physico-chimiques à l'exhaure de la pompe. De façon encore plus approfondie, des études spécifiques visant à réaliser des analyses de paramètres chimiques, micropolluants peuvent également être réalisées en fonction du temps de purge pour confirmer que la stabilité des paramètres physico chimiques (conductivité, température, pH, …) permet d'obtenir un échantillonnage représentatif (stabilité des concentrations).

6.1.2 Cas des stations en milieu côtier

Pour ce type d'ouvrages, dans un objectif de s'intéresser à l'eau souterraine non impactée par l'eau de mer, il faudra faire attention à ce que le pompage ne sollicite pas l'eau d'un éventuel biseau salé (interface entre l'eau souterraine continentale et l'eau salée).
La mesure de la conductivité permet de surveiller la qualité de l'eau échantillonnée. Des variations fortes et/ou continues de ce paramètre seront le signe de la présence d'une eau impactée par l'eau salée. Dans ce cas, la représentativité de l'échantillonnage ne sera plus assurée. D'autres essais de pompage à des débits plus faibles, en périodes de marée basse ou, en périodes de hautes eaux de nappe (cas d'absence de marée par exemple), pourront être effectués pour tenter de résoudre ce problème.
Le cas échéant, il sera important de mentionner dans le rapport d'échantillonnage les conditions de marée lors de l'échantillonnage.

6.1.3 Cas des ouvrages peu productifs

La purge et l'échantillonnage dans les aquifères à faible perméabilité présentent des difficultés fortes. En effet, les outils disponibles pour la purge ne permettent pas toujours d'atteindre des débits suffisamment faibles pour ne pas occasionner une vidange partielle ou totale de l'ouvrage. Il y aura aussi beaucoup de difficultés à tendre vers la stabilisation de certains paramètres physico-chimiques.
Dans ce type d'ouvrages, la qualité de l'échantillon peut être altérée, notamment par oxydation. La représentativité de l'échantillon n'étant pas évidente, il faut être prudent sur l'interprétation des résultats d'analyse. Les difficultés rencontrées doivent être mentionnées dans le rapport notamment en cas de non-respect des critères de purge. Le cas échéant ces difficultés peuvent conduire à remettre en question la pertinence d'un tel ouvrage ou mener par exemple à des opérations de nettoyage.
Dans le cas d'un ouvrage inconnu, il est indispensable de surveiller attentivement les premières minutes de variations du niveau d'eau après la mise en place du pompage afin de prendre une décision en cas de diminution très rapide du niveau et donc de risque d'assèchement. Dans ce cas, et dans la mesure du possible, la purge doit être adaptée au maximum notamment en jouant sur le choix du matériel permettant d'avoir les débits les plus faibles.
Si le dénoyage est inévitable, on purgera la totalité de l'ouvrage en veillant tout de même à ne pas le mettre totalement à sec afin de limiter le contact avec l'air. L'échantillonnage sera réalisé lors de la remontée de la nappe. En fonction des sites, le temps d'attente peut être long (plusieurs heures à plusieurs jours) et un échantillonnage le lendemain de la purge est possible (une mesure du niveau 15

minutes après la fin du pompage permet une estimation de la durée de remontée avant échantillonnage).
Dans des cas exceptionnels, un échantillonnage sans purge ou avec un volume de purge très faible peut être envisagé, ainsi que, de façon exceptionnelle un échantillonnage au préleveur jetable (dans ce cas, l'échantillonnage des composés volatils sera réalisé en priorité et une attention particulière sera portée à ne pas décrocher des particules des parois lors des passages successifs du préleveur jetable).
Les résultats obtenus sur ce type de site doivent être interprétés avec précaution.
Note : si l'on prélève sur ce type d'ouvrage avec un volume de purge très faible il faut veiller au nettoyage et à la vidange préalable du tuyau. S'il est possible de laisser la pompe à demeure durant la remontée de la nappe, cette situation est à favoriser afin d'éviter de refaire le rinçage de la chaine de pompage.

6.2 Puits ou forages équipés de moyens de pompage

Sur les points d'échantillonnage, AQUAREF recommande de prélever une eau brute non traitée, la plus représentative de la ressource captée.

Pour les captages destinés à l'alimentation en eau potable (AEP), l'échantillonnage doit donc être effectué en amont de tout traitement. En cas d'impossibilité, les échantillonnages doivent si possible être effectués après l'arrêt de ces traitements pendant une durée suffisante pour ne pas interférer avec les analyses. En cas de chloration, l'absence de chlore est contrôlée par une mesure du taux de chlore afin de vérifier :

- que la chloration a été arrêtée suffisamment tôt ;
- qu'il n'y a pas eu de confusion entre le robinet de prise d'eau brute et celui de prise après traitement ;
- ou que la station n'est pas chlorée à la crépine.

L'objectif est l'absence de chlore dans l'échantillon. En cas d'impossibilité, AQUAREF préconise une concentration en chlore total inférieure à 0,05 mg/l. La mesure de chlore doit être restituée dans la fiche terrain.

Cette mesure a pour finalité d'éviter des erreurs lors de l'interprétation des résultats. En cas d'impossibilité de prélever de l'eau brute, l'échantillonnage d'eau chlorée doit faire l'objet d'une attention particulière dans le rendu des résultats d'analyses concernant les paramètres sensibles à la présence de chlore. Les consignes du laboratoire en charge des analyses peuvent contenir certaines préconisations d'ajouts de réactifs en cas de présence connue de chlore dans les échantillons (ajout de thiosulfate de sodium dans certains cas). **Après accord du laboratoire,** AQUAREF recommande pour certains composés organiques, d'ajouter 80 mg de thiosulfate de sodium par litre d'eau. Ce réactif est décrit dans plusieurs normes d'analyse de polluants organiques en cas d'échantillonnage d'eaux chlorées afin d'éliminer le chlore résiduel**. Dans tous les cas, c'est le laboratoire qui doit indiquer si cette pratique est adaptée pour les substances étudiées. Le laboratoire doit également indiquer à l'opérateur d'échantillonnage la procédure à appliquer**. Cette opération doit prioritairement être réalisée sur le terrain. Lors des échanges entre le laboratoire et l'organisme d'échantillonnage, cet aspect technique doit être évoqué.

Les consignes de purge de l'ouvrage et de suivi des paramètres physico-chimiques décrites pour les ouvrages sans pompe à demeure s'appliquent également. Cependant, les consignes de purge décrites en § 6.1 (ouvrages sans pompe à demeure) doivent être adaptées car l'eau de ces ouvrages est en général régulièrement renouvelée (ceci devra cependant être vérifiée auprès des gestionnaires de site). On veillera uniquement à purger tout le système de robinetterie et de stabiliser les paramètres physico-chimiques.

Pour les ouvrages utilisés : l'échantillonnage est effectué après un fonctionnement d'environ 10 à 30 minutes de la pompe, selon le débit d'exploitation quotidien. Si l'ouvrage est exploité quotidiennement, un piquage directement sur la colonne d'exhaure peut être utilisé sans pompage de nettoyage (s'il s'agit d'un robinet dans un local technique, laisser couler l'eau quelques minutes avant la prise d'échantillon). En outre, l'opérateur doit être particulièrement attentif à la position de ce piquage. Ce dernier doit être en amont de la chloration ou tout autre traitement.

Pour les ouvrages non ou peu utilisés : les échantillonnages sont réalisés dans les mêmes conditions de stabilisation des paramètres physico chimiques que ceux décrits pour les ouvrages sans pompe à demeure.

Si l'ouvrage n'a pas d'équipement d'exhaure, l'opérateur d'échantillonnage doit installer une pompe fournie par lui-même pour l'échantillonnage et doit appliquer les consignes du paragraphe 6.1 dans la mesure du possible.

6.3 Sources

Sur ce type de station l'eau est renouvelée en continu. L'échantillonnage doit cependant être réalisé au plus près de l'émergence afin d'échantillonner une eau peu impactée par le contact avec l'atmosphère.

En cas de difficulté, l'émergence peut être repérée par l'intermédiaire d'une mesure de conductivité de pH, d'oxygène ou de température. Le débit au moment de l'échantillonnage doit être évalué dans la mesure du possible.

Dans les autres cas (bouillonnement par exemple), ce type d'échantillonnage pouvant être assimilable à un échantillonnage en cours d'eau, il est effectué en se référant aux principes du guide AFNOR FD T 90-523-1 **[14]**. Le cas échéant, on veillera à prendre en compte les contraintes liées à la station d'alimentation en eau potable (propreté, non contamination de l'eau, …).

7 Conditionnement des échantillons d'eau

Le conditionnement des échantillons doit être réalisé si possible loin de toute source de contamination (gaz d'échappement de voiture, cigarette, réseau routier, échappement d'un groupe électrogène, ou autre source de contamination potentielle…). AQUAREF recommande le port de gants « nitriles » non poudrés propres, à usage unique, pour les opérations de constitution des échantillons. Des gants neufs doivent être utilisés au moment de l'échantillonnage. Le port des gants permet de limiter les risques de contamination par l'opérateur notamment dans le cas de l'utilisation de produits de soins corporels ou pharmaceutiques (ex : diclofénac présent dans des pommades anti-inflammatoires, musc et parabènes présent dans des crèmes à raser, gel douche…) **[15]**, **[16]**. Des risques de contamination via l'opérateur sont également possibles par d'autres voies comme le café ou le tabac (ex : caféine, nicotine, HAP…) **[17]**.

Dans le cas de recherche de composés de type « produits de soin corporel » (diclofénac, parabènes, galaxolide, …), on veillera à ne pas utiliser de produits tels que crèmes hydratantes, crèmes solaires, … susceptibles de contenir les composés recherchés. Dans le cas contraire, un lavage des mains avec des produits non contaminants est nécessaire avant la mise en place des gants.

Le remplissage du flaconnage fourni par le laboratoire d'analyses doit être effectué sans matériel intermédiaire. Les flacons doivent être remplis à ras bord (sauf consigne différente du laboratoire) et avec précaution en évitant le barbotage.

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 métaux :

En cas de demande d'une surveillance des métaux dissous, la filtration à 0,45 µm est obligatoire avant l'analyse de ces paramètres. L'arrêté du 26 avril 2022 modifiant l'arrêté du 15 juillet 2010 établissant le programme de surveillance de l'état des eaux indique que les métaux dissous sont à doser pour les eaux souterraines. AQUAREF recommande que la filtration soit réalisée sur site en conformité notamment avec la NF EN ISO 5667-3 **[1]**. L'opérateur de prélèvement 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 **[18]**. Les opérations de filtration doivent impérativement inclure un rinçage de la seringue, du filtre et du flacon avec de l'eau filtrée (ce dernier point ne peut être appliqué que dans le cas de flacons non préconditionnés avec de l'acide ; il est rappelé qu'AQUAREF ne recommande pas la pratique de préconditionnement des flacons à l'acide pour l'analyse des métaux dissous). Exceptionnellement, si la filtration ne peut être effectuée sur site, l'échantillon doit être acheminé au laboratoire en charge de l'analyse dans une glacière à (5±3)°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 devra être rempli à ras bord dès l'échantillonnage 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. La fréquence précise doit être définie par l'organisme d'échantillonnage (cf. § 9 Contrôle qualité). Le blanc de filtration doit être représentatif de la pratique de l'opérateur d'échantillonnage. Il doit être le reflet de la pratique, c'est-à-dire si l'opérateur utilise 5 filtres pour constituer un volume d'échantillon suffisant, il réalisera un blanc de filtration avec 5 filtres, ce qui valide les filtrations réalisées avec moins de filtres **[19].**

Si la filtration est réalisée sur le terrain, le filtrat obtenu peut être stabilisé sur le terrain avec un 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. En aucun cas un échantillon filtré sur le terrain ne devra être refiltré au laboratoire.

Cas des phtalates, bisphénol A :

Les phtalates, 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 donc veiller à 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 afin de maximiser le volume d'eau ayant circulé dans le matériel d'échantillonnage.

AQUAREF recommande, dans la mesure du possible, l'utilisation de matériels plastiques garantis sans phtalates, sans bisphénol A proposés par certains fournisseurs.

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 d'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.**

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 la température de l'enceinte frigorifique à (5 ± 3)°C. La température interne de l'enceinte doit être contrôlée et enregistrée à chaque reconditionnement de l'enceinte. Plusieurs moyens peuvent être mis en œuvre : pastilles, thermomètre flacon, enregistreur **[20]**. Le laboratoire en charge de l'analyse 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 l'organisme d'échantillonnage et le client soient informés immédiatement dès lors que la température de consigne est dépassée. L'organisme en charge de la chaine du froid devra mettre en place des actions correctives pour éviter ces dépassements par exemple :

- remplacement des enceintes de réfrigération par des enceintes plus performantes si nécessaire conforme à la NF S 99 700 (a minima respect du profil de température sur 24 heures - annexe E)**[21]** ;
- remplacement par des plaques eutectiques plus performantes permettant de maintenir les échantillons à (5±3)°C (plaques rigides, réutilisables, contenant un gel eutectique 33% plus performant que l'eau du fait qu'il restitue de manière lente le froid) ;
- optimisation du nombre de plaques eutectiques par rapport au volume d'échantillons dans l'enceinte.

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 exceptionnellement être acceptée si l'analyse de paramètres particulièrement sensibles n'est pas demandée **[6]**. Cette exigence impliquant fortement à la fois les opérateurs d'échantillonnage 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 – Edition 2017 » **[22]**.

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 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) ;
- Parabènes, diclofénac ;
- Caféine ;
- Nicotine, cotinine
- NBBS (N Butyl Benzène Sulfonamide).

Les résultats de l'essai d'intercomparaison Aquaref 2021 sur l'échantillonnage en eau souterraine **[23]** ont montré que des risques importants de contamination existaient pour des composés volatils comme xylène, toluène, éthylbenzène, probablement en lien avec la présence et la manipulation de bidons d'essence pour les groupes électrogènes.

Les 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 contrôle qualité de type « blancs ». Il est proposé que ces contrôles qualité soient définis par l'organisme en charge de l'échantillonnage (type de contrôle, 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 T 90-524 pour la réalisation de ces contrôles qualité **[3], [18]** et la note de vigilance AFNOR associée **[19]**.

Parmi les types de blanc envisageables, AQUAREF propose de mettre en œuvre principalement les « blancs matériel » et « blancs de filtration »

10 Expression des résultats et métadonnées

L'ensemble des opérations de terrain doit être consigné sur la fiche terrain échantillonnage « eau souterraine ». Un exemple de fiche d'échantillonnage est proposé en annexe 1. D'autres informations demandées dans le cadre de ce document doivent être intégrées à la fiche de terrain. Pour le cas où

l'échantillonnage se fait directement au fil de l'eau (sources), l'exemple de fiche d'échantillonnage présenté dans le guide « FD T 90-523-1 – annexe A » **[14]** peut être mis en œuvre.

Les éléments suivants doivent au minimum être rapportés sur la fiche d'échantillonnage :

- nom et code national identifiant de la station ;
- coordonnées géographiques (GPS WGS84) ;
- 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) ;
- support ;
- date et heure de début et de fin de l'échantillonnage ;
- conditions météorologiques ;
- type d'ouvrage (piézomètre, AEP, …) ;
- nature du tubage (PVC, acier…) : différencier si besoin et si possible la tête de l'ouvrage du reste de l'ouvrage ;
- profondeur et diamètre de l'ouvrage ;
- niveau piézométrique (en précisant le niveau de référence) et volume de la colonne d'eau.
- type de pompe utilisé pour la purge ;
- position de la pompe pendant la purge et débit de purge ;
- heure de début et de fin de purge ;
- volume de purge et rapport volume de purge / volume de colonne d'eau ;
- type de pompe d'échantillonnage (si différent de la pompe de purge) et type de tuyau utilisé ;
- débit d'échantillonnage ;
- position de la pompe pendant l'échantillonnage ;
- résultats des mesures de paramètres physico chimiques (pH, conductivité, O_2 dissous, E_H et température) et résultats du suivi de ces paramètres pendant la purge ;
- filtration sur site (date et heure) le cas échéant ;
- réalisation de contrôle 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).

Les fiches de terrain relatives aux opérations d'échantillonnage doivent être déposées dans chaque glacière 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 d'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]	FD T 90-523-3 « Qualité de l'Eau – Guide d'échantillonnage pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement – Échantillonnage d'eau souterraine »	AFNOR
[3]	FD T 90-524 « Contrôle Qualité - Contrôle qualité pour l'échantillonnage et la conservation des eaux »	AFNOR
[4]	Impact de la nature du matériel d'échantillonnage sur la qualité des données de surveillance du diclofénac dans les eaux de surface – Rapport AQUAREF 2017 (C. Ferret et B. Lepot)	http://www.aquaref.fr
[5]	Impact de la nature du matériel d'échantillonnage sur la qualité des données de surveillance des parabènes et des alkylphénols en eaux de surface - Rapport AQUAREF 2015 (B. Lepot, C. Ferret, F. Botta)	http://www.aquaref.fr
[6]	Essai collaboratif sur l'échantillonnage en eau souterraine. BRGM/RP-57687-FR - (Ghestem J.P., Fisicaro P., Champion R. (2009)	http://www.aquaref.fr
[7]	AQUAREF - Opérations d'échantillonnage d'eau en cours d'eau dans le cadre des programmes de surveillance DCE - Recommandations techniques – Edition 2022	http://www.aquaref.fr
[8]	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
[9]	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
[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]	Norme NF ISO 17289 : Qualité de l'eau - Dosage de l'oxygène dissous - Méthode optique à la sonde	AFNOR

Référence	Libellé	Accessible sous
[14]	NF EN ISO 7027-1 : Qualité de l'eau - Détermination de la turbidité - Partie 1 : méthodes quantitatives	AFNOR
[15]	NF T90-260 : Qualité de l'eau - Caractérisation des méthodes d'analyses - Mesure du potentiel d'oxydoréduction dans l'eau	AFNOR
[16]	FD T 90-523-1 « Qualité de l'Eau – Guide d'échantillonnage pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement – Partie 1 : échantillonnage d'eau en rivières et canaux »	AFNOR
[17]	Evaluation de l'incertitude de mesure, incluant la contribution de l'échantillonnage » sur les eaux superficielles du bassin Rhône Méditerranée – Rapport Aquaref 2022 (N. Guigues, B. Lepot)	http://www.aquaref.fr
[18]	Pratiques de filtration sur site des échantillons pour analyse des éléments traces métalliques (Vidéo)	http://www.aquaref.fr
[19]	Note de vigilance sur la méthodologie de réalisation de contrôle qualité « blanc de filtration » dans le cas d'échantillons d'eaux troubles ou relativement riches en particules fines en vue de l'analyse des métaux dissous - Document N°350 du 26/10/2020	AFNOR
[20]	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
[21]	Norme NFS 99-700 : Emballages isothermes et emballages réfrigérants pour produits de santé. Méthode de qualification des performances techniques, 2007	AFNOR
[22]	AQUAREF - Opérations d'échantillonnage d'eau pour la surveillance des milieux aquatiques - Module spécifique DOM - Recommandations techniques – Edition 2017	http://www.aquaref.fr
[23]	Essai d'intercomparaison sur l'échantillonnage en eau souterraine Site de Gaye. Rapport Aquaref_BRGM/RP-71384-FR, 136 p. Ghestem Jean-Philippe, Gal Frédérick, Moreau Pauline (2022) –	http://www.aquaref.fr

12 Liste des annexes

ANNEXE	Libellé
1	Fiche terrain d'échantillonnage en eau souterraine - Version 2016

Annexe 1 Fiche terrain échantillonnage d'eau en eau souterraine -version 2016

FICHE TERRAIN D'ECHANTILLONNAGE EN EAU SOUTERRAINE (1/2)

ORGANISME DES OPERATIONS D'ECHANTILLONNAGE

Nom Organisme : Nom préleveur :

Téléphone : Semaine : Date :

LOCALISATION ET CARACTERISTIQUE DE LA STATION

Identification station : Code BSS :

Commune : Coordonnées (Lambert 93, GPS WGS84): X :_____ Y :_____

Lieu-dit : Nature (AEP, PZ, source, ...) :

Département : Aquifère :

Usage :

CARACTERISTIQUE DE L'OUVRAGE

Profondeur (m) : Nature tubage :

Profondeur et longueur crépine : Diamètre interne (mm) :

PIEZOMETRIE

Niveau piézométrique (m) : Point de référence choisi (haut de tubage, dalle, repère, ...):

Volume colonne d'eau : (faire un schéma si besoin)

PURGE

Profondeur pompe (m)

Durée de purge (heure début et heure fin) :

☐ **Sans pompe à demeure**

Méthode de purge (type de pompe, tuyaux, ...) :

Débit de purge (m3/h) : Durée de purge (min) :

Niveau dynamique final (m) : Renouvellement :

(x fois le volume d'eau)

☐ **Avec Pompe à demeure**

Débit de pompage (m3/h) :

Lieu précis du prélèvement (robinet, ...) :

Concentration en chlore total (si traitement) :

☐ **Source**

Estimation du débit :

Version 2016 - 14/12/2016

FICHE TERRAIN D'ECHANTILLONNAGE EN EAU SOUTERRAINE (2/2)

PURGE

Heure	T°	Niv. PZ dyn.	Cond 25°C (µS/cm)	pH	Turbidité (NFU)	O2 dissous (mg/l)	O2 dissous (%)	Pot Redox mesuré (mV)	Pot Redox calc.(mV/ESH)
(1)									

(1) : heure de début d'échantillonnage - résultats des mesures physico chimiques

ECHANTILLONNAGE

Profondeur d'échantillonnage : Débit de pompage :

Heure de début et fin d'échantillonnage :

Méthode d'échantillonnage (type de pompe et tuyau) :

PRETRAITEMENT ET CONDITIONNEMENT

Port de gants nitriles à usage unique ☐ Oui ☐ Non

Ajout sur site d'agents de conditionnement ? Lesquels ?

Filtration sur site ? Mode de filtration ? ☐ sous vide à l'aide d'une pompe
☐ à l'aide d'une seringue filtre

Si filtration, pour quels paramètres

TRANSPORT DES ECHANTILLONS

Type de moyen de refroidissement : ☐ glacières ☐ véhicule réfrigéré ☐ autre, à préciser

Suivi température des enceintes ? ☐ pastilles (min, max) ☐ thermomètre flacon ☐ enregistreur

Date et Heure de remise des échantillons

Type et nom de l'organisme prenant en charge (laboratoire, transporteur)

CONTRÔLES QUALITE

Contrôle qualité : ☐ Oui ☐ Non Type *(à préciser)* :

AUTRES OBSERVATIONS (conditions météorologiques, état de l'ouvrage, aspect et odeur éventuels de l'eau, ...)

NOM ET VISA DU PRELEVEUR

Version 2016 - 14/12/2016