

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

Améliorer les opérations d'échantillonnage

B. Lepot (INERIS) JP. Ghestem (BRGM)

Mai 2018

Note de synthèse

Contexte de programmation et de réalisation

Ce rapport a été rédigé dans le cadre du programme d'activité AQUAREF pour l'année 2017. Il s'agit de l'opération C3e du thème C « améliorer les opérations d'échantillonnage ».

Auteurs :

Bénédicte Lepot
INERIS
benedicte.lepot@ineris.fr

Jean-Philippe Ghestem
BRGM
jp.ghestem@brgm.fr

Vérification du document :

Nathalie Guigues
LNE
nathalie.guigues@lne.fr

Les correspondants

AFB : Gaëlle Deronzier, AFB, gaelle.deronzier@afbiodiversite.fr

INERIS : Bénédicte Lepot, INERIS, benedicte.lepot@ineris.fr

BRGM : Jean-Philippe Ghestem, BRGM, jp.ghestem@brgm.fr

Référence du document : Bénédicte Lepot, Jean-Philippe Ghestem - Visites sur site destinées à évaluer l'application des guides techniques Aquaref sur l'échantillonnage - Rapport AQUAREF 2017 - 20 p.

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

1. CONTEXTE ET OBJECTIF DE L’ACTION	5
2. ORGANISATION DE L’ACTION	6
3. CONSTATS	7
3.1 Constats relatifs aux responsabilités des agences (stations, documents à destination des prestataires)	8
3.2 Constats relatifs à l’organisme de prélèvement	9
3.3 Constats relatifs au personnel	10
3.4 Constats relatifs au matériel utilisé pour l’échantillonnage	11
3.5 Constats relatifs au flaconnage	12
3.6 Constats relatifs aux mesures in situ	13
3.7 Constats sur les protocoles d’échantillonnage	15
3.8 Constats sur la filtration	16
3.9 Constats sur la conservation, le transport et la chaîne du froid	17
3.10 Constats relatifs à l’Assurance Qualité.....	18
4. SEDIMENTS	19
5. BILAN	19

1. CONTEXTE ET OBJECTIF DE L'ACTION

Depuis sa création, AQUAREF a identifié l'échantillonnage comme une étape clé de la fiabilité des données. De nombreuses actions destinées à améliorer les opérations d'échantillonnage ont donc été menées dans ce cadre (études d'impact de matériel, essais collaboratifs, mise en place de formations, normalisation, ...). Ces différentes actions ont abouti à la rédaction par AQUAREF de guides techniques pour les opérations d'échantillonnage dans le cadre de la DCE. Ces guides, accessibles publiquement sur le site AQUAREF (<http://www.aquaref.fr/guide-recommandations-techniques-aquaref>), sont principalement à destination des agences de l'eau pour les aider à la rédaction des cahiers des charges techniques de leurs marchés.

Suite à la parution de ces guides et à leur prise en compte progressive par les agences de l'eau, AQUAREF a proposé depuis 2013 d'évaluer au niveau national l'application de ces guides et leur applicabilité opérationnelle.

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

Une synthèse¹ couvrant la période 2013 et 2015 a été réalisée. Elle fait un bilan des principales anomalies identifiées lors des visites avec un classement par thème et par type de milieu. Pour chaque anomalie, des propositions d'action concrètes sont faites pour améliorer les pratiques.

Pour la période 2016-2018, les visites sur site se poursuivent. L'année 2016 s'est focalisée sur l'échantillonnage des eaux superficielles (cours d'eau). En 2017, les visites de site ont concerné les eaux souterraines et pour la première fois les eaux superficielles des plans d'eau.

¹ GHESTEM JP, LEPOT B, Synthèse des visites sur site AQUAREF destinées à évaluer l'application des guides techniques relatifs à l'échantillonnage – Années 2013-2015, Rapport AQUAREF 2015

2. ORGANISATION DE L'ACTION

Entre 2013 et 2016, les visites de site réalisées sur eaux superficielles et eaux souterraines ont concerné 5 Agences de l'Eau (Tableau 1).

Tableau 1 : Prestataires des Agences de l'Eau ayant déjà fait l'objet de visites de site pour les opérations d'échantillonnage d'eau en cours d'eau et en eau souterraine

Agence	Eaux superficielles (cours d'eau)		Eaux souterraines	
	Année des visites	Prestataires concernés différents	Année de visites	Prestataires concernés différents
Rhône Méditerranée Corse	2013	2	2015	1
Seine Normandie	2013/2016	1/2	2015	2
Loire Bretagne	2014	2	2014	1
Rhin Meuse	2014	1	2014	1
Artois Picardie	2015	1	2015	1

Ce bilan, réalisé à fin 2016, montre que :

- les visites de site n'ont pas porté sur l'échantillonnage des plans d'eau ;
- l'Agence de l'Eau Adour Garonne n'a pas bénéficié de visites sur la période 2013-2016.

En 2017, pour les plans d'eau, AQUAREF a travaillé en collaboration avec l'Agence de l'Eau Rhône Méditerranée Corse. L'objectif est de vérifier si les pratiques d'échantillonnage ont évolué depuis l'essai collaboratif sur les opérations échantillonnage en plan d'eau organisé en 2010². Deux visites ont été effectuées par l'INERIS. Elles ont été préparées avec l'Agence de l'Eau Rhône Méditerranée Corse. Les représentants de l'agence étaient présents pendant les visites. Au total trois plans d'eau ont été visités en 2017, plans d'eau échantillonnés par les deux prestataires du marché « surveillance des plans d'eau sur le bassin Rhône Méditerranée Corse ». Le nombre de stations visitées a permis d'observer les différentes pratiques des prestataires du marché et les différentes méthodologies d'échantillonnage en plan d'eau, à savoir l'échantillonnage intégré et l'échantillonnage de fond. Des prélèvements de sédiment ont également été réalisés sur ces 3 stations visitées.

Concernant les eaux souterraines, les visites ont eu lieu sur le bassin Adour Garonne et elles ont été préparées en collaboration avec l'Agence de l'Eau mais l'agence n'était pas présente lors des visites. Cinq stations de typologies

² Botta.F, Blanquet.JP, Champion.R, Ferret.C, Guigues.N, Lazzarotto.J, Lepot.B – Impact des opérations de prélèvements sur la variabilité des résultats d'analyses - Essai inter comparaison sur le prélèvement en plan d'eau 2010 – Rapport AQUAREF 2010 – 122p.

différentes ont été étudiées (source, ouvrage avec et sans pompe à demeure, ...) sur une journée avec la participation d'un prestataire de l'agence.

Tableau 2 : Bilan synthétique des visites réalisées en 2017

	Eaux superficielles (Plan d'eau)	Eaux souterraines
Agences	AERMC	AEAG
Nombre de prestataires	2	1
Nombre de préleveurs rencontrés	4	2
Nombre de stations visitées	3	5
Période des visites	Septembre	Septembre
Nombre de jours sur le terrain	3	1

3. CONSTATS

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

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

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

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

Il est à noter que les agences concernées par ces visites organisent régulièrement dans le cadre de leur marché des audits auprès de leurs prestataires d'échantillonnage. Il semble que ces audits améliorent très fortement les pratiques et donc la fiabilité des données. Les retours de la part des opérateurs sont majoritairement positifs sur ces audits.

3.1 CONSTATS RELATIFS AUX RESPONSABILITES DES AGENCES (STATIONS, DOCUMENTS A DESTINATION DES PRESTATAIRES)

Points forts	Eaux superficielles (plan d'eau)
	<ul style="list-style-type: none"> • Fiches stations élaborées par l'AE très détaillées (référence unique du plan d'eau, précision de l'origine du plan d'eau (anthropique/artificielle), extraits de cartes (cartes de localisation générale du plan d'eau et de localisation du point de plus haute profondeur), coordonnées GPS du point de plus haute profondeur, identification des contraintes d'intervention sur le plan d'eau (précision accès à la mise à l'eau, organisme à contacter, contraintes techniques de terrain), contrainte de navigation (vitesse, type d'embarcation), etc) permettant une grande sureté pour l'organisme de prélèvement d'accéder au plan d'eau et de se rendre au point de plus haute profondeur. • Fiches appréciées des préleveurs
	Eaux souterraines
	<ul style="list-style-type: none"> • Fiches stations claires et disponibles sur le terrain

La mise à jour régulière de la fiche station par l'Agence de l'Eau ou par l'organisme de prélèvement est un élément clé de la fiabilité des données. Concernant les eaux souterraines, pour une des stations, la fiche n'était pas suffisamment précise et des discussions sont en cours entre le prestataire et l'agence pour une mise à jour (le rôle d'alerte des prestataires est particulièrement important pour une bonne mise à jour des informations du terrain).

3.2 CONSTATS RELATIFS A L'ORGANISME DE PRELEVEMENT

Pour les plans d'eau, un prestataire est accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour les opérations d'échantillonnage Eaux superficielles continentales (eaux de rivières, lacs) selon la méthode FD T 90-523-1 (et NF EN ISO 19458 pour la microbiologie) et pour les essais physico- chimiques sur site (paramètres concernés : température, pH, conductivité, oxygène dissous et saturation en oxygène). Il ne possède pas d'activité de laboratoire d'analyses physico-chimiques. L'autre prestataire, quant à lui, n'est pas accrédité et ne possède pas d'activité de laboratoire.

Les prestataires accrédités et/ou disposant d'une activité de laboratoire semblent mieux maîtriser la métrologie associée aux appareils de mesure de terrain.

Pour les eaux souterraines, le prestataire concerné est accrédité selon la norme NF EN ISO 17025 pour les opérations d'échantillonnage en eau souterraine suivant la norme FD T90-523-3 ainsi que sur les essais physico-chimiques sur site (pH, conductivité, potentiel redox, oxygène dissous, température, ...). Ce prestataire a une activité de laboratoire en plus de son activité d'échantillonnage. Cette activité lui permet notamment une bonne maîtrise de la chaîne du froid et une bonne gestion du flaconnage.

<p>Points forts</p>	<p style="text-align: center;">Communs</p> <ul style="list-style-type: none"> • Disponibilité sur site des procédures d'échantillonnage et de mesure (maintenance des appareillages), des procédures qualité. • Disponibilité des fiches stations. • Participation aux circuits d'intercomparaison « essais physico-chimiques préleveurs » organisés par BIPEA ou AGLAE : 2 fois / an. <p style="text-align: center;">Eaux Superficielles (plan d'eau)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Disponibilité sur site des consignes du laboratoire et des kits de flacons distribués par glacière.
	<p>Points faibles</p>

3.3 CONSTATS RELATIFS AU PERSONNEL

<p>Points forts</p>	<p style="text-align: center;">Commun</p> <ul style="list-style-type: none"> • Niveau de formation initiale des personnes habilitées « préleveur » (Bac +1 à Bac +5). • Expérience des préleveurs rencontrés • Formation, habilitation par formation externe (ESO) et par compagnonnage interne (ESU/ESO). La plupart des personnes rencontrées ont été formées et habilitées par compagnonnage avec un opérateur référent. Pour les ESU, l’habilitation initiale porte sur la connaissance des procédures qualité, l’étalonnage des sondes de mesures in situ et la pratique des opérations d’échantillonnage pendant une semaine avec une personne habilitée (phase d’apprentissage, suivi d’une phase de réalisation d’opérations d’échantillonnage sous contrôle). • Maintien régulier des compétences pour les ESU et ESO (tous les ans par la réalisation au minimum d’échantillonnage sur 5 stations pour les plans d’eau). • Bonne connaissance des exigences techniques spécifiques définies dans le cahier des charges de l’agence. • Bonne sensibilisation aux risques de contamination et volonté d’améliorer les pratiques. Pour les ESU : matériel dédié, gants nitrile, protection de la zone de travail, bidon d’essence isolé et protégé, utilisation d’un entonnoir en téflon sur la bonbonne de collecte en verre pour éviter les retombées atmosphériques). Pour les ESO, port de gants, mise en place de blancs terrain, ... • Port de gants adaptés (nitriles). Pour les ESU : changement de gants entre le prélèvement intégré et le prélèvement de fond (cas des micropolluants). <p style="text-align: center;">Eaux superficielles (plan d’eau)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Deux personnes sur le terrain : bonne organisation et définition des tâches dans l’équipe, impactant favorablement la qualité des opérations.
	<p>Points faibles</p>

3.4 CONSTATS RELATIFS AU MATERIEL UTILISE POUR L'ECHANTILLONNAGE

Points forts	Eaux superficielles (plan d'eau)
	<ul style="list-style-type: none"> • Composition des matériaux utilisés adéquate pour l'échantillonnage : <ul style="list-style-type: none"> ○ Bouteille de prélèvement en téflon ○ Système de prélèvement tuyau et bidon en polyéthylène ○ Seau plastique PEHD avec bec verseur ou bonbonne en verre (20L) équipée d'un robinet (téflon / verre) pour l'étape de constitution de l'échantillon moyen ○ Entonnoir en téflon (protection de l'échantillon des retombées atmosphériques) ○ Entonnoir en PEHD pour le remplissage des flacons • Mise en œuvre de systèmes de prélèvement de composition différente lors de l'échantillonnage selon les polluants recherchés (macropolluants / micropolluants). • Référencement/codification du matériel dédié aux opérations d'échantillonnage plan d'eau • Système (type enrouleur) pour protéger la corde des contaminations extérieures (sol, fond embarcation)
	Eaux souterraines
	<ul style="list-style-type: none"> • Ensemble du matériel adapté et conforme aux exigences (pompes de débit variable, diversité des matériels pour s'adapter aux différents contextes et volumes à purger, ...). • Matériel de filtration sur site • Bonne disponibilité de matériel (tuyaux, raccords, ...) • Tuyaux vidés en fin d'échantillonnage et rincés en fin de journée.

Durant les visites « plan d'eau », il a été observé l'utilisation de matériels d'échantillonnage dédiés à la recherche de micropolluants (bouteille de prélèvement WATCO de capacité 1,2L) et de matériels d'échantillonnage dédiés à la recherche des macropolluants, nutriments et chlorophylle a (système de prélèvement tuyau). Les deux matériels sont mis en œuvre sur le terrain et l'un sert au remplissage des flacons spécifiques aux micropolluants et l'autre aux macropolluants. L'utilisation de matériels dédiés montre que les organismes de

prélèvement sont sensibilisés aux risques de contamination liés au système de prélèvement. La capacité des systèmes de prélèvement (bouteille WATCO) est faible (1,2L), ce qui conduit les opérateurs à réaliser de nombreux prélèvements pour collecter le volume demandé par les laboratoires (environ 20L). A ce jour sur le marché des fournisseurs, il n'existe pas de bouteille de prélèvement en téflon de capacité plus importante.

3.5 CONSTATS RELATIFS AU FLACONNAGE

Points forts	Commun
	<ul style="list-style-type: none"> • Flaconnage (verre, plastique, ambré ou non) conforme aux exigences. • Housse de protection du flaconnage afin d'éviter tout casse lors du transport. • Consignes du laboratoire connues en fonction du flaconnage fourni. • Etiquetage fourni par le laboratoire.
	Eau souterraine
	<ul style="list-style-type: none"> • Rinçage complet des flacons avant conditionnement • Réactif thiosulfate disponible en cas de besoin.
Points faibles	Eaux superficielles (plan d'eau)
	<ul style="list-style-type: none"> • Nombre important de flacons à remplir (environ 40 flacons à remplir pour chaque plan d'eau (prélèvement intégré/prélèvement de fond)). Ce point ne relève toutefois pas de l'équipe de prélèvement mais du laboratoire.
	Eaux souterraines
	<ul style="list-style-type: none"> • Utilisation de flacons en plastique pour le mercure. Cette pratique n'est actuellement pas recommandée par AQUAREF mais elle est citée par certaines références normatives (il ne s'agit pas donc pas réellement d'un point faible). Les pratiques du laboratoire sont à l'inverse d'utiliser du verre pour les échantillons d'eau résiduaire.

Lors de ces visites, certains flaconnages contenaient des agents de conservation Les pratiques de remplissage de ces flacons sont maîtrisées à savoir : utilisation d'un flacon de même composition comme intermédiaire pour remplir le flacon contenant l'agent de conservation.

Lors des visites « Eau Souterraine », des flaconnages destinés à l'analyse des métaux étaient pré acidifiés. Les recommandations actuelles d'AQUAREF sont de ne pas pré acidifier les flacons afin de limiter les risques de contamination par « lessivage acide » des flacons pour des micropolluants pour lesquels les niveaux à rechercher sont bas et les risques de contamination importants (Zn, Al, Cu,...).

Les recommandations sont une filtration sur site avec rinçage 3 fois du flacon avec l'eau du site filtrée, puis une acidification sur site ou bien une acidification du flacon le lendemain de l'échantillonnage au laboratoire (flacon rempli à ras bord). Compte tenu des pratiques (mises en place par les prestataires) de réalisation de blanc filtration/flaconnage, la pratique de flacon pré acidifié peut se justifier. Elle paraît cependant plus risquée et nécessite une attention plus soutenue que d'autres pratiques, notamment en termes de réalisation de blancs.

3.6 CONSTATS RELATIFS AUX MESURES IN SITU

Points forts	Commun
	<ul style="list-style-type: none"> • Appareillages et sondes référencés. • Solutions de vérification présentes sur le terrain (pH et conductivité). • Etalonnage des sondes de pH et de conductivité réalisé au laboratoire avant départ sur site. • Traçabilité des contrôles (imprimé renseigné).
	Eaux superficielles (plan d'eau)
	<ul style="list-style-type: none"> • Deux jeux de sondes sur l'embarcation (réalisation systématique de deux profils du plan d'eau avec deux sondes différentes). • Vérification du pH, conductivité, oxygène avant et après prélèvement, opération faite sur l'embarcation • Investissement dans un capteur CDOM suite à l'évolution de l'arrêté surveillance • Vérification du zéro avant prélèvement : capteur CDOM
	Eaux souterraines
	<ul style="list-style-type: none"> • Utilisation d'une cellule à circulation • Bonne pratique de mesure des paramètres au plus près de l'émergence pour les sources.
Points faibles	<p style="text-align: center;">Eaux superficielles (plan d'eau)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Solutions étalons pH et conductivité non raccordées à un étalon primaire et non tracées au système international des unités (SI) pour réaliser l'étalonnage. • Critères métrologiques partiellement définis, non tracés pouvant conduire à des pratiques différentes d'un opérateur à un autre au sein d'un même organisme.

Eaux souterraines	
Points faibles	<ul style="list-style-type: none"> • Malgré le souci visible de réaliser les mesures au plus près de l'émergence pour les sources, la mesure des paramètres physico chimiques s'est faite, sur une station de ce type, dans un bac récepteur dans lequel coulaient 2 émergences (20 cm au-dessus du bac). Préférentiellement cette mesure devrait être faite plus proche de l'émergence c'est-à-dire avant aération et mélange dans le bac récepteur, par exemple dans un seau ou flacon. • La mesure du potentiel redox est faite et restituée sur le terrain en mV (référence électrode platine). Les opérateurs n'ont pas connaissance de l'unité dans laquelle le résultat final est rendu au client. Les recommandations d'AQUAREF sont d'utiliser l'unité mV H+/H2 dans les échanges laboratoires-agence de l'eau et dans les bases de données.

Certains prestataires mettent en œuvre des étalons de travail (sachet unique pour pH et conductivité) sur le terrain pour les étapes de vérification avant et après la réalisation du profil. Ces solutions en sachet de quelques millilitres ont l'avantage d'éviter les risques de contamination de l'étalon (cas de l'utilisation d'une solution en flacon de plusieurs centaines de ml qui serait ouverte à chaque vérification). Ce type de solutions est très bien adapté pour les sondes peu consommatrices en solution étalon. D'autres prestataires, face à la quantité de solution étalon utile pour vérifier leurs sondes (entre 50ml et 200ml), utilisent de l'eau Evian comme point de contrôle. Cette méthode peut en effet être appliquée pour le suivi du pH (pH eau Evian : 7,2). Par contre pour la conductivité, aucune valeur ne figure sur les étiquettes des bouteilles d'Evian. Dans tous les cas, les valeurs de pH et de conductivité de ces solutions de contrôle (matériaux de référence internes) doivent pouvoir être tracées métrologiquement par l'organisme à partir de solutions étalons reconnues.

La norme NF EN ISO 10523 indique des acceptations de ± 0.03 sur les solutions étalon qui en pratique sont très difficiles à respecter. Des tolérances jusqu'à 0.05 u pH sont en général acceptées dans le cadre notamment de l'accréditation. Il est à noter que la norme NF EN ISO 10523 propose un résultat rendu avec un chiffre après la virgule.

Lors de ces visites de site, des interrogations sur l'intérêt, l'apport et l'exploitation du paramètre CDOM ont été émises par l'ensemble des organismes de prélèvement. Quelques réponses ont pu être apportées aux organismes de prélèvement par l'Agence de l'Eau/AQUAREF/AFB ultérieurement.

3.7 CONSTATS SUR LES PROTOCOLES D'ÉCHANTILLONNAGE

<p>Points forts</p>	<p style="text-align: center;">Eaux superficielles (plan d'eau)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Vérification systématique de la zone de plus haute profondeur du plan d'eau (échosondeur). • Réalisation systématique de la mesure de la transparence par les deux opérateurs, résultat moyenné. • Rinçage systématique de l'ensemble des outils en contact avec l'échantillon (matériel d'échantillonnage, flacon, intermédiaire, mains) hormis ceux contenant un réactif. • Maîtrise du remplissage à ras bord des flacons, en évitant de réoxygéner l'eau échantillonnée grâce à l'utilisation d'un robinet. • Bonne gestion des flacons contenant un agent de conservation, c'est-à-dire passage par un intermédiaire de même composition pour remplir les flacons contenant un agent de conservation. <p style="text-align: center;">Eaux souterraines</p> <ul style="list-style-type: none"> • Bonne gestion de la purge et bonne application des critères associés. • Bon positionnement des pompes dans l'ouvrage. • Questionnement des gestionnaires d'ouvrage afin de connaître l'historique de mise en fonctionnement des pompes en place • Échantillonnage en amont de tout traitement (Chlore, UV) • Vérification des teneurs en chlore le cas échéant. • Port systématique des gants.
	<p>Points faibles</p>

3.8 CONSTATS SUR LA FILTRATION

Points forts	Eaux superficielles (plan d'eau)
	<ul style="list-style-type: none"> • Système de filtration pour métaux (seringues + filtre) à usage unique conforme aux exigences. • Systèmes de filtration pour chlorophylle <i>a</i> (cloche, pompe manuelle) conformes. • Bonne maîtrise de la méthode de filtration pour la mesure de la Chlorophylle <i>a</i> (utilisation de pinces, protection du filtre de la lumière par pliage, report du volume filtré).
Points faibles	Eaux souterraines
	<ul style="list-style-type: none"> • Filtration systématique des échantillons sur site pour les métaux en accord avec les recommandations AQUAREF et les documents normatifs. • Réalisation régulière de « blancs de filtration »
Points faibles	Eaux superficielles (plan d'eau)
	<ul style="list-style-type: none"> • Vigilance sur l'étape de filtration des métaux (mercure). AQUAREF recommande d'utiliser un flacon intermédiaire de même nature et composition que le flacon fourni par le laboratoire si nécessité de passer par un intermédiaire pour faciliter la filtration. • Procédure de filtration des métaux partiellement maîtrisée du fait d'un manque de consignes de la part du laboratoire d'analyses. La procédure a été réexpliquée aux préleveurs et la pratique corrigée sur le site. • Volume d'eau filtré mesuré approximativement à l'aide des graduations du flacon du support de filtration. AQUAREF recommande d'utiliser une éprouvette graduée pour mesurer le volume d'échantillon filtré. Une connaissance réelle du volume filtré est indispensable pour calculer la concentration en chlorophylle <i>a</i>.
Points faibles	Eaux souterraines
	<ul style="list-style-type: none"> • Pour la filtration sur site des métaux, un dispositif de filtration sous vide (avec pompe manuelle) est utilisé. Ce dispositif est propre et régulièrement rincé mais le filtre et le réceptacle ne sont pas rincés de façon systématique avec l'eau du site.

Lors des visites pour les plans d'eau, la procédure de filtration des métaux a été revue. En effet, du fait d'un manque de consignes de la part du laboratoire d'analyses pour réaliser l'étape de filtration sur le terrain, les opérateurs

mettent en œuvre l'opération de filtration avec les éléments fournis (seringue dans son emballage stérile et quelques filtres). La seringue et le filtre sont des intermédiaires rentrant dans la chaîne des opérations d'échantillonnage. Il est donc nécessaire (comme ce qui est réalisé pour les autres matériels intermédiaires) de les rincer. La procédure suivante sera intégrée dans le guide technique Aquaref « Echantillonnage d'eau en plan d'eau version 2017 ».

Rincer 3 fois la seringue avec l'eau à échantillonner, puis passer 2 à 3 ml d'eau échantillonnée à travers le filtre (conditionnement du filtre et élimination d'éventuelles impuretés). Le flacon peut ensuite est rempli à l'aide de la seringue et de son filtre.

3.9 CONSTATS SUR LA CONSERVATION, LE TRANSPORT ET LA CHAÎNE DU FROID

Points forts	Commun
	<ul style="list-style-type: none"> • Mise au froid rapide des échantillons. • Bonne sensibilisation à la chaîne du froid.
	Eaux superficielles (plan d'eau)
Points faibles	<ul style="list-style-type: none"> • Congélateur dans les véhicules. • 2 glacières par Plan d'eau (1 glacière pour le prélèvement intégré et 1 glacière pour le prélèvement de fond)
	Eaux souterraines
	<ul style="list-style-type: none"> • Réfrigérateur dans le véhicule • Mise en place d'un enregistreur dans un flacon pour un suivi en continu de la température de conservation des échantillons au cours de la journée
	Eaux superficielles (plan d'eau)
	<ul style="list-style-type: none"> • Faible nombre de blocs eutectiques dans les glacières fournies par le laboratoire : 4 pour une vingtaine de flacons. • Poids des glacières pouvant atteindre 29 kg. • Pas de suivi de température en continu et pas de connaissance de la température interne de la glacière à réception au laboratoire.

Lors des visites, des échanges ont porté sur la conservation des échantillons. Un constat est que les organismes ou les opérateurs de prélèvement n'ont pas souvent connaissance de la température interne de la glacière à réception au laboratoire. Les organismes de prélèvement sont sensibilisés sur la conservation des échantillons entre l'opération d'échantillonnage jusqu'à la réception au

laboratoire. Cependant, dans les cas où les opérateurs d'échantillonnage et d'analyse sont différents, les opérateurs d'échantillonnage n'ont aucun moyen d'action sur la conservation des échantillons, ils sont tributaires du choix, du nombre de glacières et de blocs eutectiques sélectionnés par le laboratoire d'analyses.

3.10 CONSTATS RELATIFS A L'ASSURANCE QUALITE

Points forts	<p style="text-align: center;">Commun</p> <ul style="list-style-type: none"> • Très bonne traçabilité des données terrain (assurée par fiche terrain ou bien par système informatique listant toutes les métadonnées à relever). • Documentation qualité existante et disponible dans le véhicule.
	<p style="text-align: center;">Eaux superficielles (plan d'eau)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Réalisation de « blancs terrain » à la demande d'une AE. Procédure mise en œuvre : FD T 90-524. • Traçabilité des contrôles métrologiques sur fiche (étalonnage, vérification réalisée sur appareillage).
	<p style="text-align: center;">Eaux souterraines</p> <ul style="list-style-type: none"> • Mise en place régulière de « blancs terrain » (filtration, vérification des contaminations par les tuyaux une fois par an pour tous les paramètres, ...)
Points faibles	<p style="text-align: center;">Eaux superficielles (plan d'eau)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Contrôles d'absence de contamination (blanc matériel d'échantillonnage) peu fréquents (à mettre en place de façon très ciblée en fonction des substances recherchées et des types de milieu et ou de matériel utilisé). • Absence de critères métrologiques (étalonnage, vérification réalisée sur appareillage).

Les contrôles qualité relatifs aux opérations d'échantillonnage commencent à se mettre en place. Ils sont parfois réalisés suite à la demande d'une agence de l'eau. Lors de ces visites de site, l'un des organismes de prélèvement a annoncé avoir réalisé un blanc de terrain à la demande d'une agence. Ce blanc de terrain a été effectué à la fin des opérations d'échantillonnage, sur la berge et sur un nombre réduit de substances. L'eau d'Evian, le flaconnage et la glacière dédiés au blanc de terrain ont été fournis par le laboratoire d'analyse.

Il faut garder à l'esprit qu'il s'agit d'une évolution récente et favorable pour la qualité des données, venant en conséquence notamment de recommandations AQUAREF, de la parution de la norme FD T90-524 et de l'accréditation « échantillonnage ».

4. SEDIMENTS

Lors de ces visites, un échantillonnage de sédiments a également été mis en œuvre par les organismes de prélèvement.

Les outils utilisés pour prélever les sédiments sont des bennes en inox. Les outils intermédiaires, utilisés pour le remplissage des flacons, sont des spatules en plastique alimentaire ou en inox. Quant au flaconnage, il s'agissait de pots en plastique PEHD. Le matériel mis en œuvre est en accord avec les recommandations AQUAREF. L'ensemble des outils / flacons a été rincé dans l'eau du plan d'eau plusieurs fois.

Les opérations d'échantillonnage sont bien réalisées dans la zone de plus haute profondeur. Par contre la méthodologie des opérations d'échantillonnage de sédiments n'est pas toujours en accord avec les recommandations d'AQUAREF ou avec le cahier des charges de l'Agence de l'Eau. Il a donc été nécessaire de revoir avec un organisme de prélèvement le protocole d'échantillonnage des sédiments qui consiste à réaliser 3 prélèvements élémentaires distincts dans la zone de plus haute profondeur et non un seul prélèvement comme cela a été pratiqué.

La répartition/distribution dans les pots n'est pas, pour l'un des organismes, optimale et homogène d'un pot à un autre. Une sensibilisation par l'Agence de l'Eau et AQUAREF sur ce point a également été faite sur le site en rappelant les recommandations émises dans le guide technique Echantillonnage Sédiment. A savoir, que la prise d'essai de chaque prélèvement élémentaire (2-3 premiers cm de la benne de sédiment collecté) doit être prélevée pour obtenir un échantillon moyen représentatif des 3 prélèvements élémentaires.

5. BILAN

Les préleveurs ont bien accueilli les représentants d'AQUAREF malgré parfois une crainte de visite de type « audit ». Ils ont apparemment apprécié pouvoir échanger sur leur travail et sur leurs difficultés techniques. Ces échanges et les visites ont également été très fructueux pour AQUAREF, permettant ainsi à AQUAREF pour les années à venir de se focaliser sur les problématiques soulevées.

Ces visites ont permis de mettre en évidence :

- des points forts comme le respect des matériaux constituant les systèmes d'échantillonnage (plastique alimentaire, téflon, verre), le déploiement des contrôles métrologiques, avant et après l'opération d'échantillonnage, la mise en place de plus en plus fréquente de « blancs

terrain », ... Ces points sont en accord avec les recommandations techniques AQUAREF.

- des faiblesses dans quelque cas, comme la non réalisation du remplissage à ras bord, l'absence de port de gants pour certains organismes, l'absence de critères métrologiques pour les mesures in situ. Ces faiblesses sont dues à un manque de sensibilisation plutôt qu'à des lacunes dans les consignes techniques. Il semble donc prioritaire d'insister sur la connaissance par les organismes et les préleveurs, des documents techniques existant et notamment des exigences des cahiers des charges et des recommandations des guides AQUAREF.
- des difficultés pour les plans d'eau liées à l'absence de système de prélèvement en téflon de grande capacité, nécessitant de réaliser 15/16 prélèvements élémentaires pour au total remplir les 15 à 20 flacons destinés à l'analyse.
- Pour l'analyse de la chlorophylle a, une mesure insuffisamment précise du volume d'échantillon filtré.

Au regard des échanges et des constats, AQUAREF propose d'intégrer dans le guide de recommandation sur les plans d'eau des recommandations sur l'importance de mesurer avec précision le volume filtré lors de la mesure de la chlorophylle a et de préciser la méthodologie de filtration des métaux sur site.

Pour conclure, ces visites terrain semblent bénéfiques pour l'amélioration de la qualité des opérations d'échantillonnage et confirment l'intérêt d'organiser des échanges réguliers entre l'agence et le prestataire.