



Convention de partenariat ONEMA-Cemagref 2008

Domaine : Substances Polluantes

Action : 13 - Développement et optimisation des méthodes physico-chimiques

Analyse comparative et critique des documents guides ou normes pour le prélèvement des sédiments en milieu continental

Auteurs : S. Schiavone et M. Coquery

UR QELY : Laboratoire d'analyses physico-chimiques des milieux aquatiques

Groupement de Lyon

3 bis quai Chauveau - CP 220

69336 LYON cedex 09

Tél. 04 72 20 87 87 - Fax 04 78 47 78 75

juin 2009

Avant-propos

Ce rapport a été réalisé dans le cadre du programme d'activité AQUAREF pour l'année 2008 dans le cadre du partenariat ONEMA – Cemagref 2008, au titre de l'action 13 «Développement et optimisation des méthodes physico-chimiques» du domaine «substances polluantes».

Remerciements

La réalisation de ce travail a bénéficié de la précieuse collaboration de plusieurs personnes, que nous remercions :

- Le personnel des agences de l'eau qui nous ont envoyé les documents suivis lors du prélèvement des sédiments :
 - Philippe Thiebaut de l'AE AG.
 - Cedric Halkett et Jean Prygiel de l'AE AP.
 - Jacky Durocher de l'AE LB.
 - Hélène Giot, Loïc Imbert et Thomas Pelte de l'AE RMC.
 - Claire Riou de l'AE RM.
 - Manuel Sarraza de l'AE SN.
- Valeria Dulio de l'Ineris.
- Didier Claisse, Catherine Munsch et Céline Tixier, de l'Ifremer.
- Marc Babut, Paul Le Pimpec, Bernard Motte, Jean-Louis Roulier et Ashley Tilghman du Cemagref.

Référence à citer : Schiavone S., Coquery M. (2009). Analyse comparative et critique des documents guides ou normes pour le prélèvement des sédiments en milieu continental. Cemagref, 35 p.

Résumé

Ce document compare sur plusieurs points précis les différents documents et guides techniques utilisés en France par les donneurs d'ordre en vue du prélèvement des sédiments pour la surveillance chimique en milieu continental.

Les points communs et les divergences des prescriptions présentées dans ces documents, notamment dans les cahiers des charges des agences de l'eau, sont détaillés. Des recommandations sont ensuite formulées en vue de l'harmonisation des pratiques sur plusieurs points : fréquence et période d'échantillonnage, choix des sites et des points de prélèvement, mesures complémentaires à effectuer (COT et granulométrie), choix de l'appareil de prélèvement, flacons à utiliser et transport des échantillons.

Il n'a pas été possible de proposer de recommandations définitives d'une part, pour l'épaisseur de sédiment à prélever, et d'autre part, pour la fraction à analyser et les méthodologies d'interprétation des résultats, questions sur lesquelles il serait nécessaire d'effectuer une étude plus détaillée. En ce qui concerne l'épaisseur à prélever, la plupart des documents s'accordent sur une épaisseur prélevée soit de 2-3 cm, soit de 5 cm pour les cours d'eau. Cependant, il est difficile de trancher puisque cette épaisseur dépend des taux de sédimentation observés dans les masses d'eau, qui sont par essence variables mais généralement peu renseignés. Pour la fraction à analyser, c'est la fraction <2 mm qui est analysée en France dans les programmes de surveillance, mais la normalisation des résultats de concentration en micropolluants n'est pas pratiquée en milieu continental. Le guide du CMA en cours de rédaction propose plutôt de réaliser les analyses sur la fraction fine (< 63 μm), ce qui ne semble pas forcément réalisable, ni pertinent (dans le cas des contaminants organiques).

Enfin, nous avons noté trois lacunes principales dans les documents. De façon générale, très peu d'informations spécifiques sur les plans d'eau sont disponibles. Les méthodologies de prélèvement des sédiments se basent clairement sur l'étude des cours d'eau, mais la distinction entre cours d'eau et plan d'eau apparaît rarement. Il serait intéressant de faire cette distinction à l'avenir et de préciser des recommandations spécifiques aux plans d'eau, notamment en ce qui concerne la fréquence d'échantillonnage et l'épaisseur de sédiment à prélever. De plus, les méthodologies à suivre pour l'échantillonnage en différents points sur un site, la réalisation des sous-échantillons et l'homogénéisation des sous-échantillons en un unique échantillon composite devraient être détaillées. Et enfin, des recommandations générales pour éviter la contamination des échantillons sont indiquées dans les documents étudiés, mais il apparaît nécessaire de préciser que les précautions concernant les matériels à utiliser en fonction des micropolluants à analyser doivent être respectées à toutes les étapes du prélèvement : matériel de prélèvement (drague ou benne...), homogénéisation de l'échantillon (contenant et spatule), pré-traitement des sédiments (tamis) et flacons récepteurs.

Mots-clés : prélèvement, sédiments, milieu continental, substances prioritaires, directive cadre sur l'eau, programme de surveillance.

Table des matières

| | |
|---|-----------|
| 1. Introduction | 7 |
| 2. Méthodologie | 7 |
| 3. Comparaison des documents | 8 |
| 4. Recommandations | 12 |
| 4.1. Type de surveillance | 12 |
| 4.2. Type de site..... | 12 |
| 4.3. Fréquence et période d'échantillonnage | 12 |
| 4.4. Choix des sites de prélèvement | 12 |
| 4.5. Les points de prélèvement | 12 |
| 4.6. Les mesures complémentaires | 13 |
| 4.7. Matériel de prélèvement..... | 13 |
| 4.8. Flaconnage (cf. exemples de préconisation annexe 3)..... | 14 |
| 4.9. Epaisseur de la couche de sédiment à prélever | 14 |
| 4.10. Chaîne de pré-traitement de l'échantillon..... | 15 |
| 4.11. Fraction étudiée et méthode de normalisation appliquée..... | 15 |
| 4.12. Prévention de la contamination | 16 |
| 4.13. Transport des échantillons | 16 |
| 4.14. Notions de sécurité, assurance qualité | 16 |
| 4. Conclusion | 17 |

Annexes :

| | |
|--|----|
| Annexe 1 : Analyse détaillée des documents utilisés par les agences de l'eau pour la surveillance chimique des sédiments..... | 21 |
| Annexe 2 : Analyse détaillée de la Circulaire DCE et du rapport provisoire du CMA portant sur la surveillance chimique des sédiments..... | 30 |
| Annexe 3 : Recommandations sur les matériaux à utiliser lors du prélèvement et du traitement des sédiments selon les analyses effectuées..... | 32 |
| Annexe 4 : La normalisation physique et la normalisation chimique des concentrations de polluants dans les sédiments..... | 34 |

Liste des tableaux :

| | |
|---|----|
| Tableau 1 : Documents utilisés par les agences de l'eau pour le prélèvement des sédiments pour la surveillance chimique..... | 9 |
| Tableau 2 : Comparaison des documents utilisés par les agences de l'eau pour la surveillance chimique des sédiments..... | 10 |

1. Introduction

La directive cadre sur l'eau (DCE ; EC, 2000), la directive fille NQE du 16 décembre 2008 (EC, 2008) et la circulaire DCE 2006/16 (MEDD, 2006) établissent et détaillent les programmes de surveillance à mettre en œuvre afin de suivre l'état écologique et l'état chimique des eaux douces de surface dans les états membres. En particulier, 33 substances prioritaires et 8 autres substances polluantes sont à surveiller dans les masses d'eau. Ces réglementations stipulent que le contrôle des sédiments doit être régulièrement effectué pour les substances hydrophobes afin de donner une image réelle de l'état des masses d'eau et de suivre sur le long terme les concentrations de ces substances.

La mise en œuvre d'un programme de surveillance chimique des sédiments nécessite donc de disposer d'une méthodologie de prélèvement et d'analyse commune et harmonisée (les prélèvements sont souvent effectués par des laboratoires différents) afin d'obtenir des résultats fiables et comparables :

- au niveau géographique, dans le cas par exemple des programmes de surveillance nationaux ou internationaux ;
- sur le long terme, afin de suivre les évolutions des concentrations des substances dans les masses d'eau.

L'objet de ce rapport concerne l'harmonisation des méthodologies de prélèvement des sédiments en milieu continental appliquées en France en vue de l'analyse des substances organiques et des métaux.

2. Méthodologie

Pour réaliser cette étude nous avons étudié et comparé les méthodes de prélèvement pratiquées en France pour la surveillance de la contamination chimique des sédiments. Les pratiques communes et les points de divergences sont résumés selon les points suivants :

- Le type de surveillance.
- Le type de site : petit cours d'eau, grand cours d'eau ou plan d'eau par exemple.
- La fréquence et la période d'échantillonnage.
- Le site de prélèvement.
- Les points de prélèvement : comment les choisir pour obtenir du sédiment fin et un échantillon représentatif.
- Les mesures complémentaires : à effectuer sur le terrain ou au laboratoire.
- L'outil préleveur : type et matériau.
- Les flacons à utiliser : matériau et collecte des échantillons.
- L'épaisseur de la couche de sédiment prélevée (et comment s'assurer de prélever la juste épaisseur).
- La fraction étudiée (et normalisation appliquée le cas échéant).

- La prévention de la contamination : pratiques suivies afin de minimiser la contamination des échantillons.
- Le transport des échantillons : les conditions à respecter pour le transport du site au laboratoire.
- Les notions de sécurité, assurance qualité.
- Autres guides ou normes cités : dans le cas où les documents indiquent de suivre les indications d'une référence particulière.

Afin d'obtenir des informations sur les documents en usage actuellement, les agences de l'eau ont été contactées pour nous fournir les documents auxquels les donneurs d'ordre se réfèrent en matière de prélèvement des sédiments pour la surveillance chimique. Ces informations sont regroupées dans le tableau 1. Il s'agit principalement de leur « Cahier des clauses techniques particulières » (CCTP), ainsi que du guide édité par l'AE LB (2006) et des méthodes normalisées pour l'échantillonnage des sédiments.

Dans cette étude nous avons tout d'abord comparé les prescriptions détaillées différents CCTP fournis par les agences de l'eau, ainsi celles du guide édité par l'AE LB (2006) et des normes NF EN ISO 5667-1 (AFNOR, 2007) et ISO 5667-12 (ISO, 1995).

Ensuite, nous avons synthétisé et résumé d'une part, les points convergents sur lesquels la majorité ou la totalité des documents s'accordent et, d'autre part, les points divergents de ces documents.

Enfin, nous proposons une première « ébauche » de recommandations – ou les options possibles - à suivre lors du prélèvement des sédiments.

3. Comparaison des documents

Le descriptif détaillé des documents étudiés est présenté en annexe 1, pour les CCTP et guides ou normes techniques, et en annexe 2 pour les documents réglementaires (circulaire MEDD 2006 et CMA 2008).

Le tableau 2 synthétise et compare les prescriptions données dans ces documents : les points communs entre les différents documents sont présentés dans la première colonne, les différences observées sont décrites dans la deuxième colonne du tableau.

Des différences dans les descriptions techniques étaient attendues entre les pratiques suivies selon le type et la taille des masses d'eau étudiées (du fait par exemple des différences d'accessibilité ou des taux de sédimentation différents). Cependant, très peu d'informations sur les plans d'eau ont été trouvées. Lorsque les plans d'eau sont cités, généralement aucune différence de pratique n'est spécifiée entre les différents plans d'eau et cours d'eau.

Tableau 1 : Documents utilisés par les agences de l'eau pour le prélèvement des sédiments pour la surveillance chimique.

| | |
|---|--|
| <p>Agence de l'Eau Adour-Garonne</p> | <p>CCTP : Réalisation de prélèvements et analyses d'échantillons prélevés sur les cours d'eau et les eaux côtières en vue de la connaissance de leur qualité. Date de réception : 2008.</p> <p>Le prélèvement d'échantillons en rivière. Guide technique Loire Bretagne (novembre 2006).</p> <p>Normes ISO 5667 (certaines NF EN), en particulier NF EN ISO 5667-1 (mars 2007) et ISO 5667-12 (décembre 1995).</p> |
| <p>Agence de l'Eau Artois-Picardie</p> | <p>CCP : Prélèvements d'eau de surface, de sédiments et d'eau souterraine. Analyses physico-chimiques et biologiques d'eau, de sédiments, de matières en suspension, d'espèces aquatiques végétales ou animales. 2006-2009.</p> <p>Le prélèvement d'échantillons en rivière. Guide technique Loire Bretagne (novembre 2006).</p> <p>Normes ISO 5667 (certaines NF EN), en particulier ISO 5667-12 (décembre 1995).</p> |
| <p>Agence de l'Eau Loire-Bretagne</p> | <p>CCTP : Réseaux de mesure de la qualité des cours d'eau, eaux de transition et côtières : prélèvements d'échantillons dans les cours d'eau et analyses physico-chimiques. Date de réception : 2008.</p> <p>Le prélèvement d'échantillons en rivière. Guide technique Loire Bretagne (novembre 2006).</p> <p>Normes ISO 5667 (certaines NF EN).</p> |
| <p>Agence de l'Eau Rhin-Meuse</p> | <p>CCTP : Réalisation de prélèvements et d'analyses chimiques et microbiologiques sur les supports eau, sédiments, bryophytes et matières en suspension des cours d'eau et plans d'eau du bassin Rhin-Meuse (juin 2006).</p> |
| <p>Agence de l'Eau Rhône-Méditerranée-Corse</p> | <p>CCTP : Prélèvements de sédiments et bryophytes - Axe Rhône Saône - Lot 2 (en bateau). Date de réception : 2008.</p> <p>CCTP : Prélèvements de sédiments et bryophytes - Régions Bourgogne, Franche-Comté, Rhône-Alpes - Lot 3 (à pied). Date de réception : 2008.</p> <p>CCTP : Etude des plans d'eau du programme de surveillance des bassins Rhône-Méditerranée et Corse. Date de réception : 2009.</p> <p>CCTP : Prélèvements de sédiments et analyses de micropolluants sur sédiments et matières en suspension de cours d'eau dans le cadre du programme de surveillance des bassins Rhône-Méditerranée et de Corse (2010-2013).</p> |
| <p>Agence de l'Eau Seine-Normandie</p> | <p>CCTP : Suivi de la qualité physico-chimique et microbiologique des cours d'eau et des eaux souterraines du bassin Seine Normandie. Date de réception : 2008.</p> <p>Le prélèvement d'échantillons en rivière. Guide technique Loire Bretagne (novembre 2006).</p> |

Tableau 2 : Comparaison des documents utilisés par les agences de l'eau pour la surveillance chimique des sédiments (CCTP, guide et méthodes normalisées).

| | CONSENSUS | DESACCORD |
|---|--|--|
| Type de surveillance | CCTP : programme de surveillance de la DCE. La norme ISO 5667-12 est antécédente à la DCE, mais les objectifs de la surveillance se recoupent. | |
| Type de site | Cours d'eau pour la plupart des documents. Dans le cas où le document englobe cours et plan d'eau, la distinction est très rarement faite dans la méthodologie de prélèvement. | |
| Fréquence et période d'échantillonnage | CCTP : 1 prélèvement par an en fin d'étiage pour les cours d'eau. CCTP AE RMC sur les plans d'eau : prélèvement 1 fois par an en automne. | |
| Le site de prélèvement | Aucune indication particulière, s'assurer seulement de l'accessibilité du site sur le long terme et de la bonne connaissance du site. Le site est choisi selon le but de l'étude. | |
| Les points de prélèvement | CCTP : Prélever au moins 3 points différents espacés de quelques mètres pour un même échantillon. Dans le cas d'un cours d'eau prélever si possible un point rive gauche, un au centre du chenal et un rive droite. Précisions afin d'obtenir des sédiments fins : prélever lorsque le débit est faible, dans les zones concaves, dans les zones de végétation aquatique ou dans les zones de dépôt visibles. CCTP AE RMC sur les plans d'eau : prélever au point de plus grande profondeur. | Norme ISO 5667-12 : prélever 2 points. Circulaire DCE 2006/16/ : prélever un seul point pour les cours d'eau. |
| Les mesures complémentaires | | Selon les CCTP ou guides différents paramètres à mesurer : granulométrie, COT, DCO, nitrites, Eh, rh, azote organique, taux de matière sèche, taux de matière sèche minérale, perte au feu, masse, température, pH, conductivité, saturation en oxygène, oxygène dissous, carbonates, aluminium, teneur en eau et densité. |

| | CONSENSUS | DESACCORD |
|---|--|--|
| L'outil préleveur | <p>Accord entre les CCTP : benne lorsque la profondeur est importante, drague manuelle (éventuellement écope) pour les petites profondeurs. Le CCTP de l'AE RMC précise la benne à utiliser : Ekman ou Petersen.</p> <p>Norme ISO 5667-12 : benne pour les sédiments durs, carottiers pour les plus mous. Le choix dépend aussi de la profondeur de l'eau.</p> | |
| Les flacons à utiliser | <p>Peu d'informations, parfois trop générales (pas de distinction entre métaux et organiques), le plus souvent c'est au prestataire de décider. Choix à privilégier (selon les informations disponibles qui font la différence entre les polluants à analyser) : verre teinté pour les organiques et polyéthylène ou polypropylène pour les métaux.</p> | |
| Epaisseur de la couche de sédiment prélevée | | <p>Différentes épaisseurs décrites, restant toutefois souvent dans les 10 premiers cm : 1 cm, de 2 à 3 cm, de 2 à 5 cm, 5 cm, de 0 à 10 cm, de 5 à 10 cm.</p> |
| Fraction étudiée (et normalisation appliquée le cas échéant) | <p>Tamissage à <2 mm.</p> | <p>Circulaire DCE 2006/16/ : analyse sur la fraction <50µm.</p> <p>(Les documents consultés ne comportent pas d'information uniforme sur les méthodologies de normalisation).</p> |
| Prévention de la contamination | <p>Les conditions doivent être adaptées pour minimiser la contamination. L'étape d'homogénéisation (à partir des 3 points de prélèvement différents) est souvent notée comme critique (mais n'est pas détaillée), ainsi que le choix des matériaux pour l'outil préleveur, les flacons,...</p> | |
| Transport des échantillons | <p>Réfrigérés, à l'abri de la lumière et transport dans les 24 heures.</p> | <p>Désaccord sur la température : 4 ± 2 °C, 5 ± 3 °C, 6 ± 4 °C ou <4°C.</p> |
| Notions de sécurité, assurance qualité abordées | <p>Points particuliers sur la sécurité lors du prélèvement, la traçabilité des échantillons (souvent un rapport est demandé à la fin de la tournée journalière de prélèvement).</p> | |

4. Recommandations

Nous présentons ci-après les points de consensus relevés dans le tableau 2 ainsi que des recommandations complémentaires ou une liste des options existantes, notamment lorsque des désaccords ont été relevés entre les documents utilisés par les agences de l'eau. Ces propositions sont basées sur les informations données par le rapport provisoire du CMA (2009) et par la circulaire 2006/16 (MEDD, 2006). Nous nous appuyons également sur notre expertise scientifique.

4.1. Type de surveillance

Programme de surveillance de la DCE.

4.2. Type de site

Cours d'eau. Lorsque les plans d'eau sont cités, aucune distinction n'est faite dans la méthodologie de prélèvement des sédiments. Ce point serait à étudier plus spécifiquement.

Un seul document spécifique aux plans d'eau (CCTP AE RMC) a été obtenu.

4.3. Fréquence et période d'échantillonnage

- Cours d'eau : selon les CCTP, 1 prélèvement par an en fin d'étiage, à la fin de l'été (août-septembre) pour les cours d'eau à régime pluvial et à la fin de l'hiver (février-mars) pour les cours d'eau à régime nival (afin de faciliter l'accessibilité et d'avoir le meilleur taux de sédimentation).
Recommandation du rapport provisoire du CMA (2009) : 1 fois tous les 1 à 3 ans pour les larges rivières.
- Ne jamais prélever après une augmentation du débit, car les dépôts récents peuvent être brassés et les particules les plus fines sont transportées (à partir de vitesses de l'ordre de 50 cm/s).
- Plans d'eau (CCTP de l'AE RMC spécifique aux plans d'eau) : 1 prélèvement par an.
Recommandation du rapport provisoire du CMA (2009) : 1 prélèvement tous les 6 ans pour les lacs.

4.4. Choix des sites de prélèvement

- Dépend du but de l'étude (contrôle d'un rejet ou analyse de l'état général d'une masse d'eau par exemple).
- Bien étudier le site et le fixer très précisément avant les tournées de prélèvement.
- S'assurer de l'accessibilité du site sur le long terme.

4.5. Les points de prélèvement

- Afin de tenir compte de l'hétérogénéité des sédiments, prélever au moins 3 points différents espacés d'un mètre pour un même échantillon (pour les cours d'eau si possible un point rive gauche, un au centre du chenal et le dernier rive droite). L'échantillon est homogénéisé, de préférence au laboratoire, afin d'obtenir une bonne homogénéisation et de minimiser les risques de contamination (cf. 4.8°).
- Afin de recueillir le maximum de fines particules choisir les stations qui privilégient :
 - les zones de dépôt visibles (sédiments fins, vaso-organiques de couleur sombre, éviter les échantillons sableux),

- les zones concaves,
- les zones de végétation aquatique (la végétation diminue la vitesse d'écoulement et favorise donc la sédimentation),
- les zones où la vitesse du courant est faible (<10 cm/s environ).
- Plans d'eau (CCTP de l'AE RMC spécifique aux plans d'eau) : prélever au point de plus grande profondeur (afin de prélever à l'endroit le plus représentatif du site là où les sédiments sont le moins perturbés).

4.6. Les mesures complémentaires

- Mesures géochimiques pour la normalisation des résultats (cf. 4.10) :
 - Micropolluants organiques : taux de matière sèche, concentration en carbone organique total (COT) ou perte au feu (la perte au feu ou « matières sèches volatiles » - étant moins précise que le COT mais moins onéreuse).
 - Métaux traces : taux de matière sèche, granulométrie, concentration en aluminium (et/ou lithium si l'on souhaite effectuer une confirmation).

Pour la granulométrie, il est nécessaire de déterminer a minima le pourcentage de la fraction <63 µm (fraction limoneuse et argileuse). Dans le cas d'études plus poussées, l'étude granulométrique sera plus détaillée et pourra être effectuée dans ce cas à l'aide d'un granulomètre laser.

Pour la mesure du carbone organique, nous recommandons la mesure du COT.

- Dans le cas des contrôles d'enquête, des analyses complémentaires devront être réalisées afin d'identifier la provenance de la pollution (par exemple, azote organique, P total, Eh...).

4.7. Matériel de prélèvement

Le choix de l'outil préleveur dépend de plusieurs paramètres : type de sédiment, profondeur de l'eau. Il sera effectué de façon à ce que le mode de prélèvement préserve l'intégrité de la surface du sédiment et permette de sous-échantillonner une épaisseur choisie (cf. 4.9.).

L'usage d'une benne qui ne permet pas de conserver l'intégrité de l'échantillon avant le sous-échantillonnage est déconseillé (type Schipek et Van Veen : ce type de benne est déconseillé car il oblige le déversement du sédiment dans un contenant pour sous-échantillonner ; seuls des opérateurs très bien formés peuvent arriver à prélever la couche de surface non mélangée des sédiments, ceci en utilisant un modèle de benne qui permette l'évacuation de l'eau surnageante).

- les dragues manuelles type Cemagref¹ (ou écope éventuellement) : pour les faibles profondeurs. La drague manuelle est préférée aux autres outils pour les faibles profondeurs pour sa simplicité d'utilisation. Les différentes strates du sédiment peuvent cependant être mélangées à cause du raclage.
- les bennes : utilisées le plus souvent pour des zones profondes (mais utilisable aussi à de faibles profondeurs). **La benne de type Eckman est recommandée.** L'épaisseur prélevée est faible (maximum 10 à 20 cm environ) et il faut ensuite sous-échantillonner afin de prélever exactement l'épaisseur souhaitée.
- les carottiers : c'est l'outil qui perturbe le moins la stratification du sédiment. Il s'utilise pour toutes les profondeurs (carottier manuel ou automatisé) sur des

¹ Voir description dans AE LB (2006) ou Le Pimpec (2002).

sédiments plutôt mous. Cela reste cependant la technique la plus complexe des 3 citées à mettre en place et à maîtriser.

Dans tous les cas :

- remonter l'outil lentement afin de minimiser au maximum le lessivage du prélevat.
- procéder à un sous-échantillonnage afin de ne pas échantillonner le sédiment en contact de l'outil préleveur (risques de contamination et phénomène de friction qui perturbe la stratification).
- choisir le matériau de l'outil préleveur de façon à limiter la contamination de l'échantillon (cf. annexe 3) :
 - drague manuelle : en plastique ou en métal selon le type d'analyse.
 - benne et carottier : ils sont en général en métal (préférer l'acier inoxydable, moins contaminant). Cela convient lorsque les sédiments sont destinés à l'analyse de contaminants organiques, mais pas dans le cas où les métaux traces sont recherchés car une contamination est possible (notamment Cr, Ni, Fe ; et Zn si l'outil est galvanisé) ; pour cette raison le sédiment doit être sous-échantillonné en évitant soigneusement les parois de l'outil.

4.8. Flaconnage (cf. exemples de préconisation annexe 3)

- Verre teinté pour les composés organiques traces.
- Polyéthylène, polypropylène ou polystyrène cristal pour les métaux.
- Utiliser des flacons à col large de 1 L minimum (à adapter selon la quantité d'échantillon nécessaire pour les analyses).

4.9. Epaisseur de la couche de sédiment à prélever

- La couche de sédiment prélevée doit refléter les phénomènes récents de l'année (dans le cas où 1 prélèvement par an est effectué). Cette épaisseur dépend donc du taux de sédimentation dans le cours d'eau ou le plan d'eau considéré.
- Cours d'eau : une épaisseur de 5 cm, ou de 2-3 cm, est le plus souvent citée. Cependant cette épaisseur dépend du taux de sédimentation qui est variable selon les cours d'eau.
- Plan d'eau : le CCTP de l'AE RMC indique de prélever les 5 à 10 premiers centimètres sur les plans d'eau (concorde avec la circulaire DCE 2006/16) lors d'un prélèvement annuel.
Dans ce cas aussi, l'épaisseur prélevée dépend du taux de sédimentation, qui varie selon les plans d'eau. Cependant, ces taux sont supposés inférieurs à ceux des cours d'eau. L'épaisseur prélevée devrait donc être moindre, comparée aux cours d'eau, ce qui n'est pas le cas ici. Dans le cas d'un prélèvement par an, il serait donc préférable de prélever sur une épaisseur moindre ou au moins égale à celle des cours d'eau, c'est-à-dire les 5 premiers centimètres environ.

Clairement ce critère d'épaisseur de la couche de sédiment à prélever sera à redéfinir et à mieux préciser dans les futurs cahiers des charges.

4.10. Chaîne de pré-traitement de l'échantillon

Le pré-traitement de l'échantillon peut être effectué de deux façons différentes selon que l'étape d'homogénéisation des 3 (ou plus) sous échantillons prélevés est réalisée sur le terrain ou au laboratoire.

1) Homogénéisation effectuée sur le terrain :

Séquence : prélèvements, homogénéisation des sous-échantillons, (tamisage humide facultatif), transport au laboratoire. A l'arrivée au laboratoire, les échantillons sont congelés, puis lyophilisés, tamisés, et broyés (cf. annexe 4).

L'étape d'homogénéisation des prélèvements individuels (ex. : 3 sous-échantillons) doit être réalisée à l'abri des sources de contamination (fumée des moteurs, cigarette,...).

Elle s'effectue dans un contenant non contaminant vis à vis des polluants à rechercher et à l'aide d'une grande cuillère ou spatule également non contaminant (cf. annexe 3) :

- acier inoxydable pour les micropolluants organiques,
- plastique, de préférence non teinté, pour les métaux.

Le matériel doit être « propre » et rincé entre chaque utilisation avec l'eau du site (si non polluée) ou avec de l'eau ultrapure.

2) Homogénéisation effectuée au laboratoire :

Séquence : prélèvements, transport au laboratoire, congélation, lyophilisation, tamisage, broyage (homogénéisation).

Les prélèvements individuels (ex. : 3 sous-échantillons) sont mis dans un même flaconnage par classe de paramètre à mesurer et homogénéisés au laboratoire.

Au laboratoire, l'étape d'homogénéisation peut être couplée avec l'étape de tamisage de l'échantillon.

Pour éviter la contamination des échantillons, et assurer une homogénéisation satisfaisante, nous conseillons que cette étape d'homogénéisation soit réalisée de retour au laboratoire.

4.11. Fraction étudiée et méthode de normalisation appliquée

La fraction <2 mm est analysée en milieu continental en France.

Cependant, de façon générale, 2 pratiques différentes existent et sont appliquées dans les programmes de surveillance en milieu continental ou marin, que nous résumons ci-après (cf. annexe 3 pour plus de détails).

- 1) Pratique actuelle en France : le sédiment échantillonné (sédiment fin de préférence) est tamisé afin de récupérer la fraction <2 mm. L'échantillon est ensuite broyé avant analyse pour obtenir un échantillon homogène (et par conséquent un résultat reproductible).

Une normalisation des concentrations mesurées est ensuite nécessaire en théorie afin de représenter plus exactement la contamination réelle et surtout de pouvoir comparer les résultats entre les sites ou au cours du temps ; ceci est particulièrement le cas si les sédiments collectés sont de granulométrie variable. En effet, les métaux et les contaminants organiques ont une affinité qui varie en fonction de la nature et de la granulométrie des sédiments : plus forte affinité des métaux

pour les sédiments fins, forte affinité des contaminants organiques hydrophobes et de certains métaux, dont le mercure par exemple, pour la matière organique. C'est pourquoi, selon le rapport provisoire du CMA (2009), il est conseillé de mesurer le COT pour les composés organiques et la granulométrie ou la concentration en aluminium (ou lithium) pour les métaux. Ces paramètres peuvent être utilisés pour normaliser les résultats ou tout au moins pour vérifier l'origine des différences de concentrations des contaminants observées dans les sédiments analysés.

L'option 1 représente la pratique actuelle dans le réseau de surveillance en France. Les études réalisées dans le cadre du Réseau national d'observation (RNO) ont montré que la normalisation des concentrations en métaux mesurées sur la fraction <2 mm permettait d'interpréter les résultats de la surveillance en milieu côtier (normalisation avec la concentration en aluminium ; RNO, 2005). En revanche, de telles procédures de normalisation existent probablement aussi en milieu continental, mais elles ne sont pas pratiquées actuellement sur les données de surveillance en France.

- 2) Pratique conseillée dans le document provisoire du CMA (2009) : le sédiment échantillonné est tamisé à <63 µm. Ce tamisage très fin est difficile car il est effectué par voie humide et il faut impérativement faire attention aux contaminations engendrées par cette étape. De plus il est nécessaire d'utiliser de l'eau prélevée sur site afin de ne pas modifier la physico-chimie de l'échantillon. Seule la fraction obtenue <63 µm est analysée.

La circulaire DCE 2006/16 indique de tamiser le sédiment à <50 µm. Cette fraction est celle pratiquée usuellement en milieu lacustre. Afin d'harmoniser les pratiques entre milieu marin (<63 µm) et milieu continental, nous conseillons d'utiliser la fraction <63 µm pour tout type de milieu.

4.12. Prévention de la contamination

- Prendre des précautions lors de la manipulation de l'échantillon (ex. : porter des gants).
- Utiliser des matériaux (outil préleveur, contenants et cuillère pour homogénéisation, tamis, flaconnage) non contaminants vis à vis des substances à analyser (cf. annexe 3) : polyéthylène ou polypropylène pour les métaux, verre ou inox pour les composés organiques. Pour les mêmes raisons, l'outil préleveur ne doit pas avoir un revêtement altéré.
- Prévenir les sources extérieures de pollution (hydrocarbures par exemple).

4.13. Transport des échantillons

Les échantillons doivent être réfrigérés lors du transport (dans une glacière par exemple), à l'abri de la lumière et livrés au laboratoire dans les 24 heures suivant le prélèvement. Selon le rapport provisoire du CMA (2009), une température <4°C est recommandée.

4.14. Notions de sécurité, assurance qualité

- Sécurité : suivre la réglementation en vigueur et prévenir les gestionnaires des ouvrages se trouvant proches des points de prélèvements. Les prélèvements doivent être effectués par des agents formés aux prélèvements de sédiments.
- Etiqueter convenablement et précisément les flacons. S'assurer de la traçabilité de l'échantillon.

- Un rapport détaillant les conditions de prélèvement de la journée (coordonnées exactes du point de prélèvement, date et heure du prélèvement, indications des conditions météorologiques et hydrologiques,...) doit être envoyé au donneur d'ordres.

4. Conclusion

L'analyse des documents traitant du prélèvement des sédiments en milieu continental et la comparaison des protocoles ont montré que des points de divergence existaient entre les divers protocoles utilisés par les AE.

De façon générale, peu d'informations sont formulées de façon spécifique sur les plans d'eau. Les méthodologies de prélèvement des sédiments se basent principalement sur l'étude des cours d'eau, et la distinction entre cours d'eau et plan d'eau apparaît rarement. Il serait intéressant de faire cette distinction à l'avenir et de préciser des recommandations spécifiques aux plans d'eau, notamment en ce qui concerne la fréquence d'échantillonnage et l'épaisseur de sédiment à prélever.

En se basant sur les guides et normes existants, sur le rapport provisoire du CMA (2009) et la circulaire DCE (MEDD, 2006), des recommandations ont pu être élaborées pour certains points : période d'échantillonnage, le choix des sites et des points de prélèvement, les mesures complémentaires à effectuer (COT, granulométrie), le choix de l'appareil de prélèvement, les flacons à utiliser et le transport des échantillons.

Des recommandations générales pour éviter la contamination des échantillons sont indiquées dans les documents étudiés, mais il apparaît nécessaire de préciser que les précautions concernant les matériels à utiliser en fonction des micropolluants à analyser doivent être respectées à toutes les étapes du prélèvement : matériel de prélèvement (drague ou benne...), homogénéisation de l'échantillon (contenant et spatule), pré-traitement des sédiments (tamis) et flacons récepteurs.

De plus, les méthodologies à suivre pour obtenir un échantillon représentatif à partir de plusieurs prélèvements sur un site, la façon de sous-échantillonner les sédiments prélevés, puis de les homogénéiser afin d'obtenir un unique échantillon composite devraient être détaillées. Pour éviter la contamination des échantillons, nous recommandons que cette étape soit réalisée au laboratoire.

Nous ne pouvons cependant fournir de recommandations définitives d'une part, pour l'épaisseur de sédiment à prélever, à relier avec le choix de la fréquence d'échantillonnage ; et d'autre part, pour la fraction analysée et les méthodologies d'interprétation des résultats. Pour ces points il serait intéressant d'effectuer une étude plus détaillée en prenant en compte les éléments suivants :

- Epaisseur à prélever et fréquence de prélèvement : la plupart des guides et CCTP s'accordent sur une épaisseur prélevée soit de 2-3 cm, soit de 5 cm pour les cours d'eau pour une fréquence de prélèvement annuelle. Pour les plans d'eau, la circulaire (MEDD, 2006) et le CCTP de l'AE RM&C indiquent de prélever les 5 à 10 premiers cm, également pour une fréquence de prélèvement annuelle ; alors que l'épaisseur prélevée devrait être moindre, comparée aux cours d'eau, puisque les taux de sédimentation sont généralement inférieurs.

Dans les deux cas (cours d'eau et plan d'eau), une recherche complémentaire devrait être réalisée afin de pouvoir donner une consigne plus précise. Cependant, cela est difficile puisque cette épaisseur dépend des taux de sédimentation observés dans les masses d'eau, qui sont par essence variable mais généralement peu renseignés. A

défaut, on peut conseiller une épaisseur maximale de 5 cm dans les deux cas, pour des prélèvements annuels (comme pratiquées actuellement). Un prélèvement d'épaisseur plus élevée (cf. CCTP plan d'eau) reviendrait à mesurer la variabilité spatiale et non plus temporelle.

En comparaison, le document guide du CMA (2009) propose une fréquence variable de 1 à 3 années pour les cours d'eau et jusqu'à 6 ans pour les plans d'eau. Le choix des paramètres fréquence d'échantillonnage et épaisseur de prélèvement est un élément essentiel sur lequel il serait nécessaire d'optimiser la surveillance, notamment en terme de logistique et de coût. Ainsi par exemple, dans les milieux à faible taux de sédimentation (< 1cm/an) une surveillance annuelle imposerait de prélever seulement le 1^{er} cm d'épaisseur ; alors que l'on peut choisir alternativement, de prélever une épaisseur définie de 5 cm, en proposant un prélèvement tous les 5 ans. On peut aussi proposer un seul échantillonnage de type géochronologique (carottier) pour permettre l'évaluation de la variation temporelle (tous les 10 ans par exemple).

- Fraction analysée : 2 pratiques sont possibles, soit analyser la fraction <2 mm et ensuite éventuellement normaliser les résultats chimiquement (via par exemple les analyses complémentaires du COT pour les organiques et de l'aluminium pour les métaux) ; ou bien analyser seulement la fraction <63 µm (ce qui revient à normaliser physiquement).

Notre étude a montré que c'est la fraction <2 mm qui est analysée en France dans les programmes de surveillance, mais la normalisation des résultats de concentration en micropolluants n'est pas pratiquée en milieu continental. Il paraît pourtant nécessaire d'étudier ce point plus en détails et de comparer les pratiques des laboratoires pour la préparation des échantillons avant analyse. Il serait également intéressant d'étudier les pratiques de normalisation utilisées en milieu continental par une recherche bibliographique à l'échelle européenne, afin de pouvoir s'assurer que les résultats rendus peuvent être comparés entre eux et sont bien caractéristiques des masses d'eau.

Références

AFNOR. NF EN ISO 5667-1. Qualité de l'eau - Échantillonnage - Partie 1 : Lignes directrices pour la conception des programmes et des techniques d'échantillonnage, 2007, 43 p.

Agence de l'eau Adour Garonne. CCTP : Réalisation de prélèvements et analyses d'échantillons prélevés sur les cours d'eau et les eaux côtières en vue de la connaissance de leur qualité. Date de réception : 2008, 20 p.

Agence de l'eau Artois Picardie. CCP : Prélèvements d'eau de surface, de sédiments et d'eau souterraine. Analyses physico-chimiques et biologiques d'eau, de sédiments, de matières en suspension, d'espèces aquatiques végétales ou animales. 2006-2009. Date de réception : 2009, 13 p.

Agence de l'eau Loire Bretagne. CCTP : Réseaux de mesure de la qualité des cours d'eau, eaux de transition et côtières : prélèvements d'échantillons dans les cours d'eau et analyses physico-chimiques. Date de réception : 2008, 26 p.

Agence de l'eau Loire Bretagne. Le prélèvement d'échantillons en rivière. Techniques d'échantillonnage en vue d'analyses physico-chimiques. Guide technique., 2006, 130 p.

Agence de l'eau Rhin Meuse. CCTP : Réalisation de prélèvements et d'analyses chimiques et microbiologiques sur les supports eau, sédiments, bryophytes et matières en suspension des cours d'eau et plans d'eau du bassin Rhin-Meuse, 2006, extrait des paragraphes 2.1.1, 2.1.2.1.1 et 2.1.2.1.2.

Agence de l'eau Rhône – Méditerranée - Corse. CCTP : Prélèvements de sédiments et bryophytes - Axe Rhône Saône - Lot 2 (en bateau). Date de réception : 2008, 5 p.

Agence de l'eau Rhône – Méditerranée - Corse. CCTP : Prélèvements de sédiments et bryophytes - Régions Bourgogne, Franche-Comté, Rhône-Alpes - Lot 3 (à pied). Date de réception : 2008, 5 p.

Agence de l'eau Rhône – Méditerranée - Corse. CCTP : Prélèvements de sédiments et analyses de micropolluants sur sédiments et matières en suspension de cours d'eau dans le cadre du programme de surveillance des bassins Rhône-Méditerranée et de Corse (2010-2013). Date de réception : 2009.

Agence de l'eau Seine – Normandie. CCTP : Suivi de la qualité physico-chimique et microbiologique des cours d'eau et des eaux souterraines du bassin Seine Normandie. Date de réception : 2008, 33 p.

Claisse D. Surveillance chimique : Guide de prélèvement d'échantillons marins pour l'analyse des contaminants chimiques. Ifremer éditions ; 2007, 23p.

CMA. Drafting group sediment and biote chemical monitoring. Ineris, ISS, JRC IES et IRSA. Guidance on chemical monitoring of sediment and biota under the water framework directive, draft 1, janvier 2009, 47 p.

E.C.. Directive 2008/105/CE du parlement européen et du conseil du 16 décembre 2008 établissant des normes de qualité environnementale dans le domaine de l'eau, modifiant et abrogeant les directives du Conseil 82/176/CEE, 85/513/CEE, 84/156/CEE, 84/491/CEE, 86/280/CEE et modifiant la directive 2000/60/CE. /JO L 348 du 24.12.2008, 2008, 84-97.

ISO 5667-12. Qualité de l'eau - Échantillonnage. Partie 12 : Guide général pour l'échantillonnage des sédiments, 1995, 37 p.

Le Pimpec P. Guide pratique de l'agent préleveur chargé de la police des milieux aquatiques. Cemagref éditions, 2002, 159 p.

MEDD. Circulaire DCE 2006/16. Document de cadrage pour la constitution et la mise en œuvre du programme de surveillance (contrôle de surveillance, contrôles opérationnels, contrôles d'enquête et contrôles additionnels) pour les eaux douces de surface (cours d'eau, canaux et plans d'eau), 2006, 39 p.

OSPAR. Revised OSPAR Guidelines for the Management of Dredged Material. Convention for the protection of the marine environment of the north-east Atlantic. 2004, 25p.

RNO. Surveillance du Milieu Marin. Travaux du RNO. Edition 2005. Ifremer et Ministère de l'Ecologie et du Développement Durable, 2005, 52 p.

Annexe 1 :

Analyse détaillée des documents utilisés par les agences de l'eau pour la surveillance chimique des sédiments (CCTP, guides et méthodes normalisées)

| | CCTP : Prélèvements de sédiments et bryophytes - Axe Rhône Saône - Lot 2 (en bateau). AE RMC | CCTP : Prélèvements de sédiments et bryophytes - Régions Bourgogne, Franche-Comté, Rhône-Alpes - Lot 3 (à pied). AE RMC |
|--|---|---|
| Type de surveillance | Analyse de micropolluants organiques et minéraux. | Analyse des micropolluants organiques et minéraux. |
| Type de site | Cours d'eau. | Cours d'eau. |
| Fréquence et période d'échantillonnage | 1 prélèvement par an. Se situer en fin d'étiage (meilleur taux de sédimentation et plus forte concentration des sédiments). | 1 prélèvement par an. Se situer en fin d'étiage (meilleur taux de sédimentation et plus forte concentration des sédiments). |
| Le site de prélèvement | A fixer très précisément avant le programme d'échantillonnage. Pour un même site, réaliser au moins 3 prélèvements espacés de plusieurs mètres (de préférence, rive gauche, rive droite et au centre du chenal). | A fixer très précisément avant le programme d'échantillonnage. Pour un même site, réaliser au moins 3 prélèvements espacés de plusieurs mètres (de préférence, rive gauche, rive droite et au centre du chenal). |
| Les points de prélèvement | Ne jamais prélever après une augmentation de débit car les dépôts récents sont brassés à partir de vitesse de l'ordre de 50 cm/s. | Ne jamais prélever après une augmentation de débit car les dépôts récents sont brassés à partir de vitesse de l'ordre de 50 cm/s. |
| Les mesures complémentaires | <i>Non décrit.</i> | <i>Non décrit.</i> |
| L'outil préleveur | Benne qui pénètre le substrat sous l'effet de sa propre masse. Prélèvement à partir d'un bateau. | Prélèvement à effectuer "au moyen d'un matériel adapté (drague manuelle type Cemagref ou cuillère en bois) en fonction de l'accessibilité au sédiment, de l'épaisseur et de l'étendue de la couche à prélever". |
| Les flacons à utiliser | Le laboratoire donne les indications nécessaires et fournit les flacons. | Le laboratoire donne les indications nécessaires et fournit les flacons. |
| Epaisseur de la couche de sédiment prélevée | Ne prélever que la couche supérieure (5 cm environ). Remonter lentement la benne afin de limiter au maximum le lessivage du prélevat. | Ne prélever que la couche supérieure (5 cm environ). |
| Fraction étudiée (et normalisation appliquée le cas échéant) | Fraction < 2 mm. | Fraction < 2 mm. |
| Prévention la contamination | Choisir un récipient en matière plastique pour homogénéiser les prélevats afin de ne pas contaminer l'échantillon. | Choisir un récipient en matière plastique pour homogénéiser les prélevats afin de ne pas contaminer l'échantillon. |
| Transport des échantillons | Le laboratoire devra donner les indications nécessaires. Les échantillons sont envoyés le jour du prélèvement. | Le laboratoire devra donner les indications nécessaires. Les échantillons sont envoyés le jour du prélèvement. |
| Notions de sécurité, assurance qualité abordées | Énumération des points à préciser dans le rapport de prélèvements. Sécurité : "suivre la réglementation en vigueur et prévenir les gestionnaires des ouvrages se trouvant proches des points de prélèvements". | Énumération des points à préciser dans le rapport de prélèvements. Sécurité : "suivre la réglementation en vigueur et prévenir les gestionnaires des ouvrages se trouvant proches des points de prélèvements". |

| | CCTP : Prélèvements de sédiments et analyses de micropolluants sur sédiments et matières en suspension de cours d'eau dans le cadre du programme de surveillance des bassins RMC (2010-2013). AE RMC | CCTP : Etude des plans d'eau du programme de surveillance des bassins Rhône-Méditerranée et Corse (2009-2011) |
|--|---|--|
| Type de surveillance | Contrôles de la DCE : de surveillance, opérationnels, d'enquête et additionnels | Programme de surveillance des bassins. |
| Type de site | DCE : cours d'eau, plans d'eau, eaux de transition, eaux côtières et eaux souterraines. | Plans d'eau.. |
| Fréquence et période d'échantillonnage | 1 fois par an. Prélever à la fin de l'été pour les cours d'eau à régime pluvial (août-septembre) et à la fin de l'hiver pour les cours d'eau à régime nival (février-mars). Le prélèvement s'effectue en fin d'étiage du cours d'eau (meilleur taux de sédimentation et plus forte de concentration des sédiments). | 1 prélèvement par an en automne. |
| Le site de prélèvement | 1/3 des 700 stations. S'assurer de la bonne accessibilité du site. Effectuer au moins 3 prélèvements espacés de plusieurs mètres répartis de préférence sur un transect du chenal (rive gauche, centre et rive droite). | Une dizaine de plans d'eau en 2009 et 2010. Entre 15 et 25 plans d'eau à partir de 2011. Pour un même site, réaliser au moins 3 prélèvements. |
| Les points de prélèvement | Ne pas prélever en cas de crue car les dépôts récents sont brassés à partir de vitesses de l'ordre de 50 cm/s. Prélever les sédiments fins, vaso-organiques de couleur sombre et éviter les échantillons sableux. Prélever donc dans les zones d'accumulation des sédiments (dans les concavités, les zones riches en végétaux aquatiques,...) | Prélèvement au point de plus grande profondeur. Le plus souvent,; une seule station de prélèvement par lac. |
| Les mesures complémentaires | Granulométrie (courbe cumulative), COT, taux de matières sèches, perte au feu et taux de matières sèches minérales. | Carbone organique, Ptot, NKJ, granulométrie et perte au feu. (eau interstitielle : PO4, Ptot et NH4). |
| L'outil préleveur | Il doit être choisi en fonction de l'accessibilité du site de mesure, de la hauteur et de l'épaisseur des sédiments à prélever. En résumé, utiliser des dragues manuelles ou des écopos pour de faibles profondeurs et des bennes pour les profondeurs plus importantes. | Benne Eckman ou Petersen. |
| Les flacons à utiliser | Le laboratoire doit s'assurer que les flacons choisis sont adéquats. | C'est au laboratoire prestataire de préciser quels flacons utiliser. |
| Epaisseur de la couche de sédiment prélevée | 2 à 5 cm. Faire attention à ne pas lessiver les sédiments lors de la remontée de l'outil préleveur. | Les 5 à 10 premiers centimètres. |
| Fraction étudiée (et normalisation appliquée le cas échéant) | Les débris atypiques (organismes, débris végétaux, graviers) sont retirés. Protocole : déshydratation, broyage, séchage PUIS tamisage à 200 µm. | <i>Non décrit.</i> |
| Prévention la contamination | Faire attention aux hydrocarbures et mettre en œuvre toutes les procédures pour éviter la contamination. | <i>Non décrit.</i> |
| Transport des échantillons | Le laboratoire doit s'assurer que cela est fait dans les conditions adéquates. En glacière, la température doit être maintenue à 5°C ± 3°C à l'abri de la lumière dans les 24 h. | Le transport ne doit pas excéder 24 heures. |
| Notions de sécurité, assurance qualité abordées | Suivre les normes qualité en vigueur et les consignes de sécurité et d'hygiène appropriées (mesures détaillées). Indications sur l'étiquetage des échantillons. Assurer la traçabilité. | Une fiche de prélèvements comportant des éléments à renseigner est demandée. Pour l'étape d'analyse, plusieurs informations sont demandées (LQ, LD, méthode de minéralisation ou extraction, méthode d'analyse, incertitude,...). Des éléments sur l'hydromorphologie du site sont demandés. |
| Autre guide ou norme cité | Suivi des protocoles des normes qualité en vigueur et du guide technique de Loire Bretagne. | |

| | CCTP : Réalisation de prélèvements et analyses d'échantillons prélevés sur les cours d'eau et les eaux côtières en vue de la connaissance de leur qualité. AE AG. | CCTP : Réalisation de prélèvements et d'analyses chimiques et microbiologiques sur les supports eau, sédiments, bryophytes et matières en suspension des cours d'eau et plans d'eau du bassin Rhin-Meuse. Juin 2006. AE RM |
|--|--|---|
| Type de surveillance | Dans le cadre de la DCE. | <i>Non décrit</i> |
| Type de site | Cours d'eau et canaux, eaux côtières et eaux de transition. | |
| Fréquence et période d'échantillonnage | 1 fois par an. | Prélever en août, septembre ou octobre |
| Le site de prélèvement | Choisi par l'AE pour la mise en place de la DCE. Effectuer au moins 3 prélèvements espacés de plusieurs mètres. | Définis au préalable par l'agence Rhin-Meuse précisément. Réaliser un échantillon composite (rives droite et gauche, lit). |
| Les points de prélèvement | <i>Non décrit</i> | <i>Non décrit</i> |
| Les mesures complémentaires | <i>Non décrit</i> | pH et masse de l'échantillon. |
| L'outil préleveur | <i>Non décrit</i> | Drague manuelle pour le prélèvements en berge. Benne pour les prélèvements à des profondeurs importantes. |
| Les flacons à utiliser | <i>Non décrit</i> | <i>Non décrit</i> |
| Epaisseur de la couche de sédiment prélevée | 2 à 5 cm. | La couche superficielle : 10 mm. |
| Fraction étudiée (et normalisation appliquée le cas échéant) | <i>Non décrit</i> | "Privilégier les matériaux fins". |
| Prévention la contamination | Faire attention à la pollution par les hydrocarbures. | "Le matériel de prélèvement devra garantir la non-interférence physico-chimique avec les paramètres recherchés dans les échantillons". |
| Transport des échantillons | <i>Non décrit</i> | Transport des échantillons |
| Notions de sécurité, assurance qualité abordées | Etiquetage détaillé. | Peu de remarques sur la sécurité. Un compte-rendu de la tournée sera envoyé en fin de journée à l'agence de l'eau. |
| Autre guide ou norme cité | Suivi des protocoles de NF EN 5667-1, F EN 25667-2 et NF EN ISO 5667-3 et du guide technique Loire Bretagne. | |

| CCTP : Suivi de la qualité physico-chimique et microbiologique des cours d'eau et des eaux souterraines du bassin Seine Normandie. AE SN | |
|---|--|
| Type de surveillance | Contrôles de la DCE : de surveillance, opérationnels, d'enquête et additionnels. Egalement, surveillance de zones protégées ou suivant des conventions internationales. |
| Type de site | DCE : cours d'eau, plans d'eau, eaux de transition, eaux côtières et eaux souterraines. |
| Fréquence et période d'échantillonnage | En fin d'étiage du cours d'eau (meilleure accessibilité au site, meilleur taux de sédimentation et plus forte concentration des polluants). |
| Le site de prélèvement | Si possible : prélever d'amont en aval. 3 prélèvements par site sont à effectuer au minimum, si possible répartis sur différentes zones de dépôts. |
| Les points de prélèvement | Les zones où la vitesse de courant dépasse 10 cm/s sont à éviter (les particules fines sont transportées voire érodées). Prélever dans les zones de dépôts, concavités ou zones où sont présents les végétaux aquatiques (piège à sédiments - mais veiller à ne pas prélever des débris végétaux). |
| Les mesures complémentaires | Oxygène dissous, saturation en oxygène, conductivité, température, pH et masse de l'échantillon. |
| L'outil préleveur | Drague manuelle pour des prélèvements en berge. Benne pour des prélèvements à des profondeurs importantes (mais elle n'offre pas les mêmes garanties de représentativité que la drague manuelle). Le prélèvement se fait dans ce cas d'un pont ou d'un bateau au moyen d'une benne qui pénètre le substrat sous l'effet de sa propre masse. La benne doit être remontée lentement afin de limiter le lessivage du prélevat. |
| Les flacons à utiliser | Constitution de l'échantillon : par étapes successives de remplissage / décantation / vidange par surverse ou siphonage par le haut pour éliminer, sur le site, l'eau surnageante. Fournis par le laboratoire : choisis selon les paramètres à analyser (problème de contamination, perte, volatilisation, photosensibilité,...). Préférer de grands contenants plutôt que plusieurs petits (meilleure homogénéité). |
| Epaisseur de la couche de sédiment prélevée | 2 à 3 cm car le taux de sédimentation des cours d'eau est moyen. |
| Fraction étudiée (et normalisation appliquée le cas échéant) | Prélever les matériaux les plus fins : < 2 mm. |
| Prévention la contamination | "Les différents prélevats seront homogénéisés dans un récipient non contaminant vis à vis des polluants à rechercher (matière plastique teintée de préférence)" |
| Transport des échantillons | Géré par le laboratoire : il peut y avoir un protocole particulier pour certaines analyses (micropolluants, bactériologie,...). Dans une glacière à 5 ± 3°C dans l'obscurité et sous 24 heures (ou dans un cas extrême et si les conditions l'obligent 36 heures maximum seulement s'il n'y a pas d'analyses microbiologiques). |
| Notions de sécurité, assurance qualité abordées | Un rapport d'opération ou compte-rendu de tournée est envoyé en fin de journée. La forme pour le rendu des résultats est indiquée ainsi que la procédure pour la validation des résultats. Sécurité : "suivre la réglementation en vigueur et prévenir les gestionnaires des ouvrages se trouvant proches des points de prélèvements". Une liste des interlocuteurs à contacter pour avoir des informations sur les stations est présenté. Un Plan d'Assurance qualité est à suivre. Le manuel d'assurance qualité doit être fourni à l'agence de l'eau si elle le demande. Un audit pourra être demandé (organisme mandaté par l'AESN). Les indications qui doivent se trouver sur l'étiquette des échantillons sont détaillées. Des tests interlaboratoires peuvent être organisés par l'agence de l'eau 1 fois par an. |
| Autre guide ou norme citée | Suivi du protocole du guide Loire Bretagne. |

| | | |
|--|--|---|
| | CCP : Prélèvements d'eau de surface, de sédiments et d'eau souterraine. Analyses physico-chimiques et biologiques d'eau, de sédiments, de matières en suspension, d'espèces aquatiques végétales ou animales. 2006-2009. AE AP. | CCTP : Réseaux de mesure de la qualité des cours d'eau, eaux de transition et côtières : - prélèvements d'échantillons dans les cours d'eau, - analyses physicochimiques. AE LB. |
| Type de surveillance | <i>Non décrit</i> | Contrôle de la DCE : réseau de contrôle de surveillance (RCS), du réseau de contrôle opérationnel (RCO) et d'autres réseaux complémentaires. |
| Type de site | <i>Non décrit</i> | Cours d'eau. |
| Fréquence et période d'échantillonnage | 1 fois par an en septembre ou octobre. | Prélever en fin d'étiage. (meilleure accessibilité au site et meilleur taux de sédimentation et une plus forte concentration des polluants). |
| Le site de prélèvement | | Défini dans le cadre de la DCE. |
| Les points de prélèvement | <i>Non décrit</i> | Eviter les zones où le courant est > 10 cm/s et prélever dans les concavités ou dans les zones où sont présents les végétaux aquatiques. Effectuer au moins 3 prélèvements espacés de plusieurs mètres réparti de préférence sur un transect du chenal (rive gauche, centre et rive droite). |
| Les mesures complémentaires | | DCO, nitrites (les 2 que pour l'eau?), granulométrie. |
| L'outil préleveur | Drague à fond plat ou benne à mâchoire. | <i>Non décrit</i> |
| Les flacons à utiliser | <i>Non décrit</i> | Fournis par le laboratoire d'analyse. Leur remplissage se fait par étapes successives de remplissage/décantation/vidange par surverse ou siphonage par le haut sur site pour éliminer l'eau surnageante. |
| Epaisseur de la couche de sédiment prélevée | Entre 0 et 10 cm. | 2 à 3 cm. |
| Fraction étudiée (et normalisation appliquée le cas échéant) | <i>Non décrit</i> | < 2 mm. En annexe le paramètres normalisateurs à mesurer : granulométrie, COT, carbonates, aluminium, teneur en eau et densité. |
| Prévention la contamination | <i>Non décrit</i> | Faire attention à l'étape d'homogénéisation (notamment au niveau du matériel choisi). |
| Transport des échantillons | A 4°C ± 2°C dans les 24 heures. | Dans l'obscurité à 6°C ± 4 °C sous 4 jours ou 36 heures plus loin.. |
| Notions de sécurité, assurance qualité abordées | Etiquetage. Contrôle qualité : procédure à suivre pour les analyses seulement. | Point sur l'étiquetage. |
| Autre guide ou norme cité | Suivi des protocoles du guide Loire Bretagne et des normes ISO 5667 (partie 12 notamment). | Suivi des protocoles des normes de qualité (AFNOR T90-511, T90-512, T90-513) et du guide technique Loire Bretagne. |

Le prélèvement d'échantillons en rivière. Guide technique Loire Bretagne. novembre 2006

| | |
|--|--|
| Type de surveillance | Le guide cite les différents types de surveillance présents dans la DCE (le site est choisi selon le but de l'étude). |
| Type de site | Cours d'eau |
| Fréquence et période d'échantillonnage | "Choisir au mieux" la période de prélèvement. Prélèvements en fin d'étiage du cours d'eau (meilleur taux de sédimentation). Ne jamais prélever après une crue car les dépôts récents sont brassés à partir de vitesse de l'ordre de 50 cm/s. |
| Le site de prélèvement | Il faut choisir des stations de prélèvement représentatives. Trois stations dont le but est différent sont détaillées : - "station à finalité de connaissance générale" : 3 catégories, les stations de référence (dans le haut du bassin, près des sources), d'évaluation (dans le bassin versant) et de bilan. Les prélèvements sont aléatoires. - "station à finalité de connaissance de l'impact d'un rejet" : 2 catégories, appréciation de l'impact maximal ou appréhension de la portée spatiale de l'impact (avec au minimum 2 stations, 1 équivalent à la 1ère catégorie, et les autres plus en aval). Prélèvement d'amont en aval (en respectant si possible le temps de transfert des masses d'eau). - "station à finalité de connaissance de l'aptitude à un usage" : Dans tous les cas, pour obtenir des échantillons homogènes, un seul site représentatif des conditions moyennes de la qualité de la station est échantillonné au niveau de plusieurs points de prélèvements (au moins 3, espacés de quelques mètres, si possible sur chaque rive et un au centre du chenal) que l'on combine en un unique échantillon composite qui est analysé. |
| Les points de prélèvement | Le prélèvement doit se faire dans des zones où la vitesse d'écoulement est inférieure à 10 cm/s pour obtenir la fraction fine (un chapitre du guide est consacré à la mesure du débit). Prélever dans la zone concave, si coude dans le cours d'eau (où les sédiments se déposent plus facilement) et les zones riches en végétaux (la vitesse d'écoulement diminue). Sont recherchées les argiles et les matières organiques en décomposition. |
| Les mesures complémentaires | Température, pH, Eh (potentiel d'oxydo-réduction), rH (caractérise l'aptitude du milieu à être réduit ou oxydé). |
| L'outil préleveur | Ne sont décrits dans ce guide que les bennes et les dragues (ou écopés) conseillées dans le cadre des réseaux de mesure à finalité de connaissance générale. - Drague manuelle (type Cemagref) pour de faibles profondeurs (inférieure à 1 m) car les couches de sédiments peuvent être lessivées (faire attention à remonter l'outil le plus lentement possible). - Benne avec godet fermé sur le dessus (afin de limiter au maximum le lessivage du prélevat). Là aussi, la benne doit être remontée très lentement. - Ecope pour des bancs de sédiments de petites dimensions, fabriquée par exemple à partir d'un flacon en polyéthylène. |
| Les flacons à utiliser | Retirer l'eau stagnante et les éléments atypiques. Homogénéisation dans un récipient en acier inox ou en porcelaine (pour les micropolluants organiques) ; ou en matières plastiques (pour les métaux - sauf mercure, en verre) Les sédiments sont placés dans des bocaux en verre teinté ou en polyéthylène (pour les organiques mettre une feuille de papier aluminium entre le bouchon en plastique et le corps du flacon en verre). |
| Epaisseur de la couche de sédiment prélevée | Prélèvement de la couche supérieure (2 à 5 cm) afin de traduire des phénomènes récents (de l'année). |
| Fraction étudiée (et normalisation appliquée le cas échéant) | La fraction doit être inférieure à 2 mm ("fraction fine") |
| Prévention la contamination | Très peu d'informations, précise seulement d'avoir du matériel propre ainsi que des mains propres. |
| Transport des échantillons | Transport en milieu réfrigéré et dans un délai maximum de 4 jours. |
| Notions de sécurité, assurance qualité abordées | Sécurité, hygiène lors des prélèvements détaillées ainsi que la qualité (pour l'acte de prélèvement mais aussi pour le matériel). Rappel sur l'étiquetage des échantillons. |

Guide pratique de l'agent préleveur chargé de la police des milieux aquatiques. Le Pimpec, Cemagref, 2002.

| | |
|--|---|
| Type de surveillance | Suivi des pollutions aiguës, chroniques ou différées. |
| Type de site | Cours d'eau |
| Fréquence et période d'échantillonnage | <i>Non décrit</i> |
| Le site de prélèvement | De 30 à 200 m en amont et en aval du rejet (pour comparaison). Par zone, un échantillon est composé du mélange de 2 ou 3 échantillons. |
| Les points de prélèvement | Les points de prélèvements doivent se situer dans la mesure du possible aux plus fortes accumulations de sédiments fins (éviter les sédiments trop sableux et sablo-graveleux). |
| Les mesures complémentaires | Le but de ces tests est de trouver la provenance d'une pollution : température, pH, conductivité, oxygène dissous, recherche de sels ammoniacaux, de nitrites, du chlore, des cyanures, des chlorures et des sulfates (selon le type de pollution attendu). |
| L'outil préleveur | Drague à main, à fond plat (rectangulaire, avec des parois latérales perforées à mi hauteur et munie d'un bec verseur) : drague à main type Cemagref. |
| Les flacons récepteurs | Conservation : - flacons en verre (composés organiques), fermé avec une feuille d'aluminium - flacons en polyéthylène (analyses physico-chimiques et métaux). |
| Epaisseur de la couche de sédiment prélevée | Prélever la couche superficielle : 5 cm si possible. |
| Fraction étudiée (et normalisation appliquée le cas échéant) | La fraction doit être inférieure à 2 mm (fraction fine) |
| Prévention la contamination | L'homogénéisation des échantillons se fait dans un récipient : - en verre, inox ou porcelaine pour l'échantillon servant à l'analyse des composés organiques traces. - en matière plastique (polyéthylène) pour l'échantillon servant à l'analyse des éléments métalliques. |
| Transport des échantillons | Les conserver dans l'obscurité et à basse température. La durée de transport vers la laboratoire doit être la plus courte possible. |
| Notions de sécurité, assurance qualité abordées | Chapitre du document consacré aux risques du travail en rivière. Fiche de renseignements techniques à joindre aux échantillons prélevés en annexe. |

ISO 5667-12 - Guide général pour l'échantillonnage des sédiments - décembre 1995
NF EN ISO 5667-1 - Lignes directrices pour la conception des programmes et des techniques d'échantillonnage – mars 2007

| | |
|--|--|
| Type de surveillance | Plusieurs buts possibles : la description d'une région, le contrôle de marqueurs à intervalles, l'analyse des sédiments récupérés avec une drague, destinés à être disposés ailleurs ou la recherche fondamentale. Dans une autre partie de la norme : détermination des concentrations dans l'espace et dans le temps, estimation du flux de matière, évaluation des tendances au fil du temps ou dans l'espace, vérification de la conformité ou la réalisation de critères, de normes ou d'objectifs. |
| Type de site | |
| Fréquence et période d'échantillonnage | La fréquence d'échantillonnage dépend de la vitesse de sédimentation. Il faut également faire attention à ne pas prélever lors d'une variation saisonnière. Prélever en rivière seulement lorsque le courant est peu élevé. |
| Le site de prélèvement | Le choix du site dépend du type de surveillance. Bien y réfléchir avant d'aller prélever mais souvent il faut adapter une fois sur site. Il faut aussi penser à se positionner en amont d'une jonction (déversoir, 2 cours d'eau se rejoignant,...) ou alors s'assurer de l'homogénéité du point. Bien connaître le type de sédiments du point (un système de radar basse fréquence peut être utilisé pour localiser les lits de qualité appropriée). Faire un échantillon par site, composé de 2 ou plusieurs sous échantillons : chaque sous échantillon (du même type de sédiments) est homogénéisé, puis un volume égal de chaque échantillon est combiné et homogénéisé. Pour faciliter le prélèvement se situer si possible près d'un pont et s'assurer que le site est facilement accessible régulièrement (marée, crues ou trafic fluvial/maritime important, croissance importante des plantes). |
| Les points de prélèvement | <i>Non décrit</i> |
| Les mesures complémentaires | <i>Non décrit</i> |
| L'outil préleveur | Dépend du type de surveillance, du type de sédiments et de l'échantillon que l'on souhaite obtenir (étude stratigraphique ou non). Selon le type de sédiment (sablonneux, argileux,...) un tableau récapitulatif met en correspondance l'outil préleveur le plus adapté. Les sous échantillons doivent être prélevés avec des carottiers et non des bennes (car profondeur de prise d'échantillon difficilement observable). Si l'outil est en métal, il faut faire attention à l'abrasion mais aussi aux réactions chimiques qui peuvent se produire. Plusieurs types : - les bennes : scissor grab (appelé aussi Veenhapper grab) ou clam-shell buckets. Beaucoup de variantes. Profondeurs : 5 à 50 cm (on ne peut contrôler la profondeur, elle dépend du sédiment). Il y a cependant une forte probabilité de perdre la fraction fine et/ou la couche supérieure. Sert à prélever les sédiments faits de limon, sable et gravier. - les carottiers : utilisés pour les fonds sablonneux, argileux, tourbeux. Il faut cependant faire attention à l'homogénéité de l'échantillon (il peut y avoir de la friction sur les bords et moins au centre du carottier). Plusieurs types : - <u>des manuels</u> . Profondeur de l'eau : < 2 m, ou avec l'intervention d'un plongeur : - piston drill : ne pas utiliser avec du sédiment sablonneux car le carottier n'étant pas bouché au fond, une partie de l'échantillon peut être perdu. - corer system involving a diver : pénétration maximale de 2 m. Si nécessaire l'appareil peut être couplé à une pompe sous vide pour faciliter l'ascension de l'échantillon. - beeker core sampler : le carottier est bouché au fond lorsqu'il remonte, ainsi le sédiment n'est pas perdu. - sealed core sampler : le carottier est bouché aux 2 extrémités lorsqu'il remonte, ainsi le sédiment n'est pas perdu. Utilisable pour des sédiments argileux ou tendres, à moins de 3 m de profondeur en eau. - Vrijwit drill or wedge corer : pénétration de 1,5 m maximum. Le carottier est poussé dans le sédiment ouvert dans la longueur puis refermé et ainsi remonté à la surface. - <u>des opérationnels mécaniquement</u> - falling bomb core sampler : ne pas utiliser avec du sédiment non consolidé. - Jenkins mud sampler core sampler : le carottier est utilisé pour le prélèvement de la couche supérieur des lits mous. Peut être utilisé en hautes eaux. - craib corer sampler - easy all core sampler : le carottier est bouché aux 2 extrémités lorsqu'il remonte, ainsi le sédiment n'est pas perdu. La carotte peut être enlevée (les températures et potentiel redox peuvent être facilement calculés par exemple) - vibro corer sampler : la pénétration varie de 1,2 à 6 m. - piston corer sampler - peat borer - cold finger techniques : la portion de sédiments est congelée avant d'être prélevée. |

| | |
|--|--|
| Les flacons à utiliser | Contenants en verre pour l'analyse des organiques. Préférer du verre borosilicaté si l'eau est faiblement tamponnée. Contenants en plastique (polyéthylène, polypropylène, polycarbonate) pour l'analyse du sodium, du potassium, du bore, du silicium et du mercure. |
| Epaisseur de la couche de sédiment prélevée | Avec les bennes on ne peut savoir à quelle profondeur on a prélevé, elles s'enfoncent plus ou moins selon la densité du sédiment. |
| Fraction étudiée (et normalisation appliquée le cas échéant) | <i>Non décrit</i> |
| Prévention la contamination | Faire attention lors du mélange des sous-échantillons : homogénéiser dans un endroit où les conditions sont maîtrisables (laboratoire par exemple). Liste des différentes sources de pollution : propreté et décontamination du matériel, mains, gants ou manipulation en général, réactifs dégradés. Puis les conseils qui s'ensuivent pour minimiser la contamination : rincer le matériel, ne pas toucher l'échantillon avec les mains par exemple. Ne pas utiliser de plastique si l'analyse de traces organiques est effectuée, ou de métal (spatule) si les traces métalliques analysées. |
| Transport des échantillons | Conserver des conditions anaérobies pendant le transport. Transport à 4°C ou moins. S'ils doivent être conservés plus d'un mois, les conserver dans un surgélateur et non un congélateur (physico-chimie des colloïdes modifiée). Les échantillons doivent être bien fermés, à l'abri de la lumière. |
| Notions de sécurité, assurance qualité abordées | Précautions générales de sécurité. Notions de sécurité selon les outils préleveurs ou le prélèvement (courant par exemple). Informations demandées pour l'identification et l'enregistrement des échantillons détaillées. |

Annexe 2 :

Analyse détaillée de la Circulaire DCE (MEDD, 2006) et du rapport provisoire du CMA (2009) portant sur la surveillance chimique des sédiments.

| Circulaire DCE 2006/16– juillet 2006 | |
|---|--|
| Type de surveillance | Contrôle de surveillance, opérationnel, d'enquête et additionnel. |
| Type de site | Très petits cours d'eau, petits cours d'eau, cours d'eau moyens, grands et très grands cours d'eau et les plans d'eau. |
| Fréquence et période d'échantillonnage | 1500 sites. Prélèvements 1 fois par an. Cours d'eau : prélèvement en dehors de hautes eaux. |
| Le site de prélèvement | |
| Les points de prélèvement | Cours d'eau : les prélèvements de sédiments sont réalisés dans les zones de dépôt. En l'absence de fraction fine ou lorsque la fraction fine est trop réduite pour pouvoir constituer un échantillon analysable, les prélèvements sur sédiment ne sont pas réalisés. Effectuer un point de prélèvement par site. Plan d'eau : dans un souci de représentativité des échantillons et pour avoir un volume suffisant à analyser, 3 prélèvements élémentaires sont nécessaires a minima pour confectionner un échantillon. |
| Les mesures complémentaires | Cours d'eau : granulométrie, perte au feu, aluminium, fer et manganèse. Plan d'eau : carbone organique, azote organique, P total, granulométrie, perte au feu, aluminium, fer et manganèse. |
| L'outil préleveur | Cours d'eau : les prélèvements de sédiment sont réalisés à la benne ou au carottier (ou équivalent). Plan d'eau : Prélèvement au carottier ou à la benne. |
| Les flacons récepteurs | Cours d'eau : selon la nature des paramètres à analyser Plan d'eau : un flacon plastique ou verre d'1 litre destiné à l'analyse du sédiment et de l'eau interstitielle et un bocal en verre de 0,5 L rempli sans bulle d'air et bouché hermétiquement destiné à l'analyse des phosphates de l'eau interstitielle. |
| Epaisseur de la couche de sédiment prélevée | Cours d'eau : la couche superficielle (premiers centimètres) des zones de dépôts pour les sédiments Plan : les 5 à 10 cm supérieurs. |
| Fraction étudiée (et normalisation appliquée la cas échéant) | Cours d'eau : analyses sur sédiment réalisées sur la fraction fine (< 50 µm) |
| Prévention la contamination | <i>Non décrit</i> |
| Transport des échantillons | <i>Non décrit</i> |
| Notions de sécurité, assurance qualité abordées | <i>Non décrit</i> |

Draft – CMA. Guidance on chemical monitoring of sediment and biota under the water framework directive - January 2009

| | |
|--|---|
| Type de surveillance | Trend monitoring : étude temporelle. Plusieurs points à étudier : - contrôler que les concentrations sont en-dessous des NQE - mettre à jour des grandes modifications sur le long terme résultant des activités anthropogéniques - suivre la décroissance des concentrations des substances prioritaires |
| Type de site | <i>Non décrit</i> |
| Fréquence et période d'échantillonnage | Doit être décidé par les états membres pour avoir une fréquence qui permette le suivi des polluants sur le long terme. Par exemple, dans les estuaires plusieurs fois par an, 1 fois tous les 1 à 3 ans pour les larges rivières et jusqu'à 1 fois tous les 6 ans pour les lacs et les côtes. A adapter selon le taux de sédimentation. Ne pas oublier de prendre en compte les changements saisonniers. |
| Le site de prélèvement | S'assurer qu'il est accessible sur le long terme. Prélever au moins sur 3 points différents pour une zone à caractériser et pour chaque point, faire 3 à 5 prélèvements indépendants qui peuvent être réunis en un seul. Etude géochronologique : 1 carotte par site. Le sous-échantillonnage doit être fait sur site car le transport des carottes est délicat. Prélever des tranches de 0,5 à 1 cm tous les 0,5 à 1 cm pour les 20 premiers cm, tous les 5 cm entre 20 et 50 cm de profondeur et tous les 10 cm pour les profondeurs > 50 cm. |
| Les points de prélèvement | Le choix des sites est minutieusement décidé avant de prélever (option recommandée) ou choisie au hasard pour tenir compte de tous les paramètres aléatoires (option à éviter). Choisir des sites de déposition et éviter les sites d'érosion. Choisir des sites avec des sédiments mous avec beaucoup de sédiments fins : < 63 µm (éviter les sites avec cailloux ou autres grosses particules). Dans une rivière, prélever plutôt vers les bords, là où le courant est moindre. |
| Les mesures complémentaires | <i>Non décrit dans cette version</i> |
| L'outil préleveur | 2 grandes familles avec beaucoup de variantes selon le but recherché et les paramètres du prélèvement (profondeur d'eau, type de sédiment, volume d'échantillon désiré,...) : - les bennes : Van Veen, Echman-Birge. Pour prélever des sédiments moyens et durs. Prélèvement possible jusqu'à 25 m de profondeur d'eau. La benne doit descendre lentement à l'approche du fond afin de limiter le lessivage des sédiments. Même chose pour le remontée. Les bennes Van Veen, ponar et Petersen fonctionnent bien pour les sédiments mous à moyens-durs. Inconvénients : peuvent plonger profonds quand les sédiments sont trop mous ; les différentes couches de sédiments peuvent être mélangées ; les pierres peuvent empêcher la fermeture des mâchoires. - les carottiers : carottier manuel, à gravité, à pison (afin d'éviter des phénomènes de friction),... Adapté pour toutes les profondeurs d'eau et pour tous les types de sédiments (mais les pierres peuvent endommager le carottier). L'intégrité des sédiments est préservée. Manuellement, on peut prélever des carottes d'environ 30 cm facilement. Tableau récapitulatif : quel carottier choisir pour des études géochronologiques selon la longueur voulue pour la carotte, la profondeur de l'eau et la nature du prélèvement (routine ou non). Un tableau récapitule quel outil utiliser pour prélever les 5 premiers centimètres selon la profondeur d'eau et le volume de l'échantillon. Utiliser les bennes en acier inoxydable, moins contaminant. Les carottiers peuvent être en verre ou en acier inoxydable (prélèvement traces organiques) ou en perspex ou polyvinyl chloride (prélèvement métaux traces). |
| Les flacons récepteurs | Les flacons récepteurs doivent être appropriés. Métaux traces : polyéthylène et polypropylène. Traces organiques : verre teinté, verre et aluminium (un peu plus loin, seulement l'aluminium est mentionné). |
| Epaisseur de la couche de sédiment prélevée | La couche superficielle : 5-10 cm. Description sur la technique pour prélever les 5 premiers centimètres (par exemple avec les bennes, prélever 20 cm et ne garder que les 5 premiers). Si coupe verticale, prélever une épaisseur suffisante pour remonter à l'aire pré-industrielle. |
| Fraction étudiée (et normalisation appliquée la cas échéant) | < 2 mm pour tous, c'est la première étape. Ensuite tamisage humide à <63 µm ou <20 µm pour collecter la fraction limoneuse et argileuse. A faire sur site, avec l'eau du milieu. En obtenir au moins 25 g. Normalisation, 2 façons : 1) - analyser que la fraction fine <20 µm ou <63 µm 2) utiliser un "normalisant" et corriger (règle de 3 ou régression linéaire). Pour les métaux traces, normalisation par l'aluminium (le fer et le lithium sont aussi cités). Pour les traces organiques normaliser avec le COT. |
| Prévention la contamination | La contamination lors de prélèvement et la conservation des échantillons doit être évitée. Ne pas analyser les sédiments au contact de l'outil préleveur pour des soucis de contamination. Tableau récapitulatif : quels matériaux utiliser (pour les bennes, les carottiers, les tamis et les flacons récepteurs) selon les polluants analysés. |
| Transport des échantillons | Dans une glacière, avec des pains de glace (< 4°C). |
| Notions de sécurité, assurance qualité | Effectuer toutes les étapes en suivant les normes de qualité. |

Annexe 3 :

Recommandations sur les matériaux des outils à utiliser lors du prélèvement et du traitement des sédiments selon les analyses effectuées (métaux ou contaminants organiques).

Extrait du document de l'Ifremer : « Surveillance chimique : Guide de prélèvement d'échantillons marins pour l'analyse des contaminants organiques » (2007)

| Type | Destination | Traitement |
|--|---|--|
| Piluliers en polystyrène cristal Spatules de polyéthylène ou Téflon | Métaux | Lavage au Teepol, rinçage. Immersion 3 jours dans HNO ₃ pour analyse à 10% (à 40°C ou 5 jours à froid). Rinçage à l'eau milli-Q. Mise en sacs polyéthylène, par petites quantités. Ranger les spatules individuellement en sac polyéthylène. |
| Autres piluliers en polystyrène cristal | Granulométrie | Aucun traitement spécial. Les piluliers sont neufs et ne servent qu'une fois. Pour éviter les confusions sur le terrain, les bouchons de ces piluliers sont d'une couleur différente de ceux des métaux. |
| Piluliers en polystyrène cristal 40 mL | % H₂O Densité | Tarage au 1/10 ^{ème} de milligramme. Ils doivent être tarés SANS les bouchons, étiquette collée. La tare doit être inscrite sur l'étiquette. |
| Bocaux en verre Spatules inox Feuilles d'aluminium | Contaminants organiques Carbonates Carbone organique | Calcination au four à 450°C pendant 8 heures. Fermeture des bocaux avec une feuille d'aluminium calcinée. Travailler avec les gants en coton et sur une feuille d'aluminium calcinée. Stockage des bocaux enveloppés dans une grande feuille d'aluminium calcinée par petites quantités. Lavage en machine des couvercles des bocaux, rinçage, séchage. Emballage par petites quantités dans une grande feuille d'aluminium non calcinée. Emballer les spatules calcinées dans une feuille d'aluminium calcinée, individuellement. |

Extrait du rapport provisoire CMA (2009) p 16.

| | Benne | Carottier | Tamis | Contenants et matériel annexe |
|--------------------------------|------------------|-------------------------|------------------|--------------------------------------|
| Métaux traces | Acier inoxydable | Perspex, PVC | PVC, nylon | Polyéthylène, polypropylène |
| Contaminants organiques | Acier inoxydable | Acier inoxydable, verre | Acier inoxydable | Verre, verre brun, aluminium |

Annexe 4 :

La normalisation physique et la normalisation chimique des concentrations de polluants dans les sédiments

1. La normalisation physique et la normalisation chimique

Extrait du document RNO (2005). Chapitre 3, « Les métaux dans les sédiments du Golfe de Gascogne » p 17-34.

« Selon leur taille ou leur nature, les différents types de particules dont il [l'échantillon] est constitué fixent de façon plus ou moins énergique les contaminants présents dans le milieu, rendant ainsi compte de l'état global de la contamination du secteur où ils sont prélevés. Sous réserve de prendre en compte la nature et la granulométrie des échantillons, on peut donc, par une étude du sédiment superficiel, décrire la contamination du milieu où il a été prélevé, et établir des comparaisons entre zones

Les résultats bruts ne sont pas interprétables directement car les concentrations dépendent fortement de la granulométrie et des propriétés physico-chimiques du sédiment. Différentes méthodes sont employées pour s'affranchir de ces inconvénients.

En faisant porter l'analyse sur une fraction granulométrie plus fine (généralement $<63 \mu\text{m}$), donc plus homogène et plus riche en contaminants, on obtient un reflet plus exact de la contamination. Mais cette procédure est lourde et peut générer une contamination de l'échantillon lors du tamisage à bord. Dans nos régions, où la fraction fine du sédiment est rarement négligeable, nous préférons appliquer les techniques dites de normalisation

Elles mettent à profit les relations fortes existant entre la richesse en particules fines du sédiment et sa concentration en contaminants. Cette affinité est attribuée principalement à l'argile, car les feuillets dont elle est constituée contiennent des sites capables de fixer les métaux dissous dans l'eau. D'autres supports, présents à l'état de revêtement sur les particules, peuvent jouer ce rôle (oxyhydroxydes de fer et de manganèse, matière organique). Plus la granulométrie est fine plus la surface spécifique est grande, entraînant, pour une concentration en contaminant donnée dans l'eau, une concentration dans le sédiment plus forte. On peut utiliser comme variable indicatrice de la capacité d'adsorption du sédiment la proportion d'argiles, mais sa détermination est délicate. L'aluminium, présent en fortes proportions dans les argiles, est un bon indicateur de ces minéraux. Le lithium peut être également utilisé. L'approche normalisatrice peut être menée de différentes manières. »

2. Le tamisage humide

Afin de normaliser de façon physique un tamisage humide (<63 µm) doit être mis en œuvre. Voici l'extrait du guide OSPAR (2004) sur les sédiments détaillant ce protocole (cas des sédiments marins) :

« *Impératifs applicables au tamisage* »

Pour isoler les fractions granulométriques fines (<63 µm ou <20 µm), une méthode de tamisage à l'état humide s'impose. Cette méthode permet en effet de resuspendre les particules fines qui, à défaut, resteraient fixées sur les particules grossières de l'échantillon. On agitera les sédiments pendant le tamisage afin d'éviter de désagréger les agglomérats de fines ainsi que le colmatage de la toile du tamis. Les échantillons lyophilisés doivent être resuspendus par un traitement aux ultrasons. Pour le tamisage, on se servira d'eau de mer, provenant de préférence du lieu du prélèvement de l'échantillon, ceci réduisant le risque de modifications physico-chimiques dans l'échantillon, autrement dit les pertes par lessivage ou la contamination. [...] On maintiendra la quantité d'eau utilisée pour le tamisage à un minimum, et on la réutilisera pour tamiser les lots ultérieurs.

Pour minimiser ou empêcher la contamination, il est conseillé de tamiser de grandes quantités d'échantillons de sédiments. Aucune perte importante de contaminants ou de contamination significative n'a été décelée lorsque l'on a isolé au moins 25 g de la fraction fine (QUASH).

Méthodologie

Pour le tamisage, il existe des méthodes automatisées et des méthodes manuelles. On pourra se procurer auprès du Programme QUASH (QUASH 1999) une présentation de ces méthodes sur bande vidéo.

- Dans la méthode de tamisage automatique, on pompe de l'eau de mer sur un tamis fixé sur une table vibrante (Klamer *et al.*, 1990). L'eau qui traverse le tamis aboutit à une centrifugeuse à flux traversier, qui retient les particules tamisées, l'effluent de la centrifugeuse étant renvoyé au tamis par une pompe péristaltique. De grandes quantités d'échantillon, pouvant atteindre 500 g, peuvent être tamisées ainsi sans difficulté.
- La deuxième méthode est un système manuel permettant de tamiser de petites portions de 20 à 60 g, à l'aide d'un tamis de 8 cm monté dans un bécher en verre placé dans un bain d'ultrasons (Ackermann *et al.*, 1983). Les particules sont isolées de l'eau qui traverse le tamis par centrifugation discontinue. L'eau peut être réutilisée pour un lot ultérieur de sédiments. Dans le cas des échantillons sableux, lorsque l'on est amené à tamiser de grandes quantités de sédiments, l'enlèvement du matériau grossier par un pré-tamisage sur une maille, p.ex., de 200 µm, peut faciliter le processus de tamisage.

Les fractions fines isolées doivent être homogénéisées à fond, de préférence avec un broyeur à billes, car la centrifugation engendre des échantillons non homogènes en raison des différences de vitesse de décantation des diverses fractions granulométriques.

Ackermann, F., Bergmann, H., and Schleichert, U. (1983) Monitoring of heavy metals in coastal and estuarine sediments - A question of grain-size: <20 µm versus <60 µm. *Environmental Technology Letters*, 4: 317-328.

Klamer, J. C., Hegeman, W. J. M. & Smedes, F. (1990): Comparison of grain size correction procedures for organic micropollutants and heavy metals in marine sediments. *Hydrobiologia* 208, 213-220.

QUASH (1999) Sediment Sieving Techniques, QUASH Project Office, FRS Marine Laboratory, PO Box 101, Victoria Road, Aberdeen, AB11 9DB, Scotland »