

GUIDE DES PRESCRIPTIONS TECHNIQUES POUR LA SURVEILLANCE PHYSICO-CHIMIQUE DES MILIEUX AQUATIQUES

ECHANTILLONNAGE ET ANALYSE DES EAUX ET DES SEDIMENTS
EN MILIEU CONTINENTAL

Version Juin 2011

En partenariat avec



Avec l'approbation et le soutien de



et le soutien de



Contexte de programmation et de réalisation

Ce guide a été réalisé dans le cadre du programme d'activité AQUAREF pour l'année 2011.

Auteur (s) :

*Bénédicte Lepot
Nathalie Houeix
INERIS
benedicte.lepot@ineris.fr
nathalie.houeix@ineris.fr*

*Jean-Philippe Ghestem
BRGM
jp.ghestim@brgm.fr*

*Marina Coquery
Séverine Schiavone
Cemagref
marina.coquery@cemagref.fr
severine.schiavone@cemagref.fr*

Vérification du document :

*Sophie Lardy-Fontan
Jacques Lachenal
LNE
sophie.lardy-fontan@lne.fr
Jacques.Lachenal@lne.fr*

Les correspondants

Onema : Christian Jourdan, christian.jourdan@onema.fr
Emilie Breugnot, emilie.breugnot@onema.fr

Référence du document : Guide des prescriptions techniques pour la surveillance physico-chimique des milieux aquatiques
Rapport AQUAREF 2011 - 6 p + manuel d'utilisation du guide.

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

**GUIDE DES PRESCRIPTIONS TECHNIQUES POUR LA
SURVEILLANCE PHYSICO-CHIMIQUE DES MILIEUX
AQUATIQUES**

Manuel d'utilisation du guide

Version 2011

Ce guide technique, à destination des commanditaires, a été développé par AQUAREF pour servir de référence pour l'élaboration du cahier des clauses techniques particulières d'un programme de surveillance des milieux aquatiques. Celui-ci devra intégrer, en plus, les exigences locales, les délais et les modalités d'échanges entre le commanditaire et le titulaire.

Il sera revu périodiquement par AQUAREF, lors d'évolutions réglementaires et à l'occasion de retours d'expériences issus des travaux AQUAREF, entre autres. Dans ces conditions, lors de l'élaboration du cahier des clauses techniques particulières, le commanditaire doit vérifier qu'il utilise la dernière version de ce document. La version actualisée est disponible sur le site AQUAREF¹. Il appartiendra au commanditaire d'archiver la version utilisée pour le marché.

Ce guide s'inscrit dans le contexte de l'article 8 de la Directive Cadre sur l'eau qui requiert des états membres l'établissement « de programmes de surveillance de l'état des eaux afin de dresser un tableau cohérent et complet de l'état des eaux au sein de chaque district ».

Il a pour objectif d'harmoniser au niveau national la mise en œuvre des prestations concernant la réalisation de prélèvements, la mesure *in situ*, les analyses et la restitution des données pour le support eau et sédiments du programme de contrôle de surveillance (CS), de contrôle opérationnel (CO), de contrôle d'enquête (CE) et de contrôle additionnel (CA). Chaque programme de surveillance répond donc à un objectif précis qui conditionne le choix des stations de mesure, des paramètres à y mesurer et donc les moyens à mettre en œuvre par le titulaire du marché pour y répondre.

Il couvre les eaux superficielles (cours d'eau, plan d'eau à l'exception des eaux littorales et eaux de transition), les eaux souterraines et les sédiments.

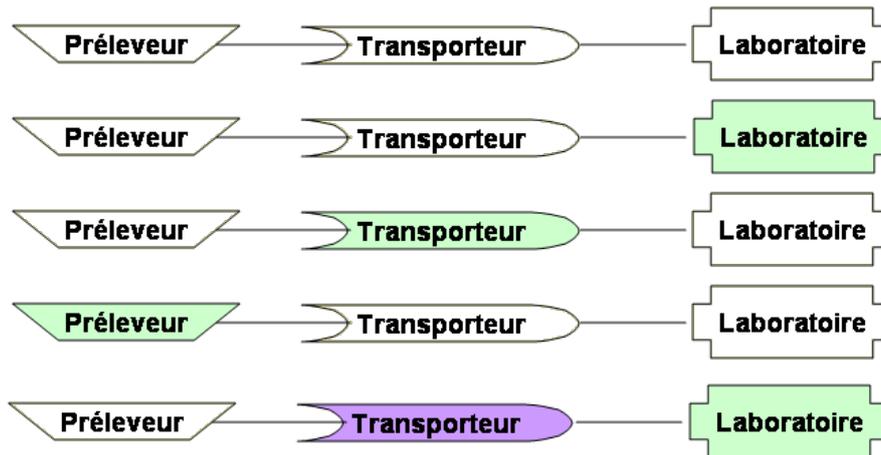
Le guide traite les points relatifs à la mesure de la qualité des milieux naturels aquatiques :

- La préparation de la campagne de prélèvement ainsi que les exigences en termes d'assurance qualité liée aux prélèvements et aux mesures *in situ* ;
- La réalisation de prélèvements et de mesures *in situ* sur les eaux superficielles (cours d'eau, plan d'eau), les eaux souterraines et les sédiments ;
- L'approvisionnement du flaconnage nécessaire aux prélèvements ainsi que l'acheminement des échantillons depuis les lieux de prélèvement jusqu'au laboratoire d'analyses ;
- La coordination entre prestataires de prélèvement, transporteurs et laboratoires d'analyses ;
- La réalisation d'analyses physiques, chimiques sur l'eau (fraction brute, fraction filtrée, fraction particulaire) et sur les sédiments ;
- La validation des résultats d'analyses et leurs corrections éventuelles en cas d'anomalies ;
- La restitution des données terrain et analytiques au format EDILABO.
- La spécificité des DOM

Pour des raisons d'assurance qualité, la responsabilité de chaque intervenant doit clairement être définie dès la remise de l'offre.

Selon le type de consultation retenu, plusieurs cas de figures sont possibles dans le cas d'une chaîne simple « prélèvement - transport - analyse ». Dans le schéma ci-dessous, les différentes couleurs illustrent des prestataires différents. Il existe donc de zéro à deux transmissions de responsabilité pour l'acheminement des échantillons.

¹ <http://www.aquaref.fr/>



Légende :

Cas n°1 : prestataire unique pour l'ensemble des étapes

Cas n°2 : prestataire unique pour le prélèvement et le transport, prestataire différent pour l'analyse

Cas n°3 : prestataire unique pour le prélèvement et pour l'analyse, prestataire différent pour le transport

Cas n°4 : prestataire unique pour le transport et pour l'analyse, prestataire différent pour le prélèvement

Cas n°5 : prestataires différents à toutes les étapes

Le dernier cas est déconseillé étant donné que les responsabilités relatives à l'acheminement des échantillons ne sont pas couvertes *a priori*.

Dans tous les cas, le prestataire d'analyse est responsable sans délégation possible :

- Du choix technique du flaconnage et du matériel de conditionnement,
- De son approvisionnement et de la vérification de sa non-contamination,
- De la transmission de consignes d'utilisation du flaconnage, de conditionnement et de transport des échantillons.

Le guide technique élaboré à partir des fiches substances AQUAREF ainsi que des retours d'expériences de comparaisons interlaboratoires sur le terrain, s'articule de la façon suivante :

- Des documents techniques ainsi que des fiches terrain spécifiques, lesquels après compléments de spécificités locales, seront à destination des prestataires :
 - des prescriptions pour les opérations d'échantillonnage en **cours d'eau** (eaux et sédiments) référencées « Guide des prescriptions techniques pour la surveillance physico-chimique des milieux aquatiques - Opérations d'échantillonnage en cours d'eau (eaux et sédiments) en milieu continental ». *Les prescriptions pour les opérations d'échantillonnage des sédiments seront complétées courant 2011, suite aux travaux réalisés par AQUAREF.*
 - « Fiche Terrain Echantillonnage cours d'eau »
 - des prescriptions pour les opérations d'échantillonnage en **plan d'eau** (eaux et sédiments) référencées « Guide des prescriptions techniques pour la surveillance physico-chimique des milieux aquatiques - Opérations d'échantillonnage en plan d'eau (eaux et sédiments) en milieu continental ». *Les prescriptions pour les opérations d'échantillonnage des sédiments seront complétées courant 2011, suite aux travaux réalisés par AQUAREF.*
 - « Fiche Terrain Echantillonnage plan d'eau »
 - Une trame spécifique fiche terrain échantillonnage plan d'eau sera élaborée courant 2011 à partir des retours d'expériences de l'essai intercomparaison plan d'eau.*

- des prescriptions pour les opérations d'échantillonnage en **eau souterraine** référencées « Guide des prescriptions techniques pour la surveillance physico-chimique des milieux aquatiques - Opérations d'échantillonnage en eau souterraine en milieu continental ».
 - « Fiche Terrain Echantillonnage eaux souterraines »
- des prescriptions techniques pour les opérations d'analyse physico-chimique pour tous types de milieux (cours d'eau, plan d'eau, eau souterraine) référencées « Guide des prescriptions techniques pour la surveillance physico-chimique des milieux aquatiques - Opérations d'analyse physico-chimique d'eaux et de sédiments en milieu continental ».
 - Méthodologie : Blanc de filtration - Blanc de matériel d'échantillonnage
 - Performances analytiques qui font partie des *critères de sélection des offres*
 - Liste des documents à fournir avec l'offre
- Un module spécifique DOM concernant « Transport et acheminement des échantillons en provenance des DOM », à utiliser si besoin
- Des documents à destination des commanditaires, dont il est recommandé de prendre connaissance avant lancement du cahier des clauses techniques particulières :
 - Grille de lecture pour les opérations d'échantillonnage et d'analyse des eaux et des sédiments en milieu continental
 - Assurance Qualité liée à l'analyse : Définitions et Recommandations
 - Règlement de consultation : *ce règlement sera élaboré courant 2011 à partir des exigences intégrées dans le présent document et des travaux réalisés en 2008 avec l'Agence de l'Eau Seine Normandie*

Ce guide technique contient des notes, des annexes qui n'ont pas vocation à être transmises aux prestataires. Ces notes sont identifiées en rouge et les documents clairement stipulés « à destination des commanditaires ».

Le schéma ci-dessous présente l'interaction entre les documents élaborés par AQUAREF, précise leurs dénominations et l'usage auquel ils sont destinés.

Guide des prescriptions techniques pour la surveillance physico-chimique des milieux aquatiques

Documents à consulter par les commanditaires avant lancement du cahier des clauses techniques particulières

- Grille de lecture pour les opérations d'échantillonnage et d'analyse des eaux et des sédiments en milieu continental
- Assurance Qualité liée à l'analyse : Définitions et Recommandations
- Règlement de consultation

Opérations d'échantillonnage

OPERATIONS D'analyse

- Opérations d'échantillonnage en cours d'eau (eaux et sédiments) en milieu continental
- Fiche Terrain Echantillonnage cours d'eau

- Opérations d'échantillonnage en plan d'eau (eaux et sédiments) en milieu continental
- Fiche Terrain Echantillonnage plan d'eau

- Opérations d'échantillonnage en eau souterraine en milieu continental
- Fiche Terrain Echantillonnage eau souterraine

Opérations d'analyse physico-chimique d'eaux et de sédiments en milieu continental

MODULE SPECIFIQUE DOM

Transport et acheminement des échantillons en provenance des DOM

- ◆ Méthodologie : Blanc de système de filtration - Blanc de matériel d'échantillonnage »
 - ◆ Performances analytiques (*critères de sélection des offres*)
 - ◆ Liste des documents techniques à fournir avec l'offre (*exemple*)

**GUIDE DES PRESCRIPTIONS TECHNIQUES POUR LA
SURVEILLANCE PHYSICO-CHIMIQUE DES MILIEUX
AQUATIQUES**

**Opérations d'échantillonnage
en cours d'eau (eaux et sédiments)
en milieu continental**

Version 2011

Ce document contient des notes qui n'ont pas vocation à être transmises aux prestataires. Ces notes sont identifiées en rouge dans le corps du document.

TABLE DES MATIÈRES

DEFINITIONS	3
PREAMBULE.....	5
1 Prescriptions pour l'échantillonnage dans les cours d'eau	5
2 Personnel.....	6
3 Démarche Qualité et traçabilité	6
4 Préparation de la campagne.....	7
4.1 Demandes de prestations.....	7
4.2 Station de mesure	8
4.3 Organisation des campagnes.....	9
4.4 Flaconnage.....	9
4.5 Etiquetage des flacons.....	10
4.6 Matériel d'échantillonnage	10
5 Mesures physico-chimiques et hydrologiques de terrain	13
5.1 Mesures à réaliser	13
5.2 Appareillage.....	15
6 Opérations d'échantillonnage d'eau	16
6.1 Priorités de protocole d'échantillonnage.....	16
6.2 Échantillonnage composite	18
6.3 Conditionnement des échantillons d'eau	18
7 Opérations d'échantillonnage de sédiment	20
7.1 Échantillonnage de sédiment	20
7.2 Conditionnement de l'échantillon de sédiment.....	20
8 Traçabilité documentaire des opérations d'échantillonnage.....	20
9 Conservation et transport de l'échantillon	21
10 Compte- rendus des campagnes d'échantillonnage	22
11 Restitution	23
12 Hygiène et sécurité.....	23
13 Liste des annexes.....	24
14 Autres documents	24

DEFINITIONS

Les concepts et les définitions décrites ci-après sont issus des normes définies par le SANDRE relatives aux différentes thématiques abordées dans le cadre d'un suivi qualitatif des milieux naturels et de référentiels tels que directives, etc. Certaines définitions sont reprises et complétées dans les prescriptions techniques.

Blanc de filtration : Échantillon de contrôle destiné à vérifier l'absence de contamination liée à l'ensemble de l'opération de filtration.

Blanc solvants / matériel : Consiste en la vérification de l'absence de contamination au niveau de chacun des éléments constitutifs de la méthode globale : instruments et matériels de filtration, solvants d'extraction, instruments et matériels d'extraction, solvants de purification, solvants de conservation, instruments et matériels de purification ; instruments et matériels de reconcentration ; ambiances/environnement. C'est leur mise en œuvre rigoureuse qui permettra l'identification des sources de contamination et/ou interférences et leur maîtrise. Renouvelés dans le temps, ils permettent de s'assurer de la non dérive des conditions optimales de la méthode.

Blanc de matériel d'échantillonnage : Echantillon de contrôle préparé de telle façon qu'il permette de vérifier l'absence de contamination liée aux matériels (seau, flacon d'échantillonnage, tuyau, pompe) utilisés ou de contamination croisée entre échantillonnages successifs.

Campagne de mesure : Ensemble de prestations d'analyses réalisées dans le cadre d'un même réseau pour une période bien définie. Une commande de prestations peut regrouper une ou plusieurs campagne(s) de mesure. Une campagne de mesure regroupe une ou plusieurs tournée(s).

Commanditaire : Organisme public (Agences de l'eau, DIREN, DREAL) qui, par le biais d'un appel d'offre, sélectionne un titulaire à qui il attribue un marché. C'est l'émetteur de la demande.

Echantillon : Résultat d'un échantillonnage réalisé ou commandé par un commanditaire.

Fraction : Une fraction analysée est un composant du support sur lequel porte l'analyse.

Paramètre : Grandeur ou substance mesurée. Chaque paramètre est codé de façon unique par le SANDRE.

Point d'échantillonnage (eau de surface continentale) : Point de connexion physique entre un dispositif de captage d'eau et une seule et unique entité hydrographique (cours d'eau, plan d'eau,...). Au sein d'une station de mesure, lieu exact où est réalisé l'échantillonnage d'un support donné.

Prestataire (d'échantillonnage et/ou des analyses et/ou du transport) : Organisme sélectionné par le titulaire, qui sera chargé de réaliser une partie des prestations du marché demandé par le commanditaire.

Station de mesure : Lieu physique sur lequel le commanditaire commande un ou plusieurs échantillonnage(s). Ce lieu peut être, selon la thématique : un tronçon de rivière, une source, un forage, un puits, un lieu géo-référencé au sein d'un plan d'eau, etc.

Quelque soit la thématique, chaque station de mesure est identifiée par un numéro national unique. Il est fourni par le commanditaire et doit être retourné avec les résultats d'analyses par le titulaire.

Support : Composant de la matrice sur laquelle porte l'investigation. Les supports sont, par exemple, de l'eau brute, des sédiments, des matières vivantes et sur lesquels les analyses commandées sont réalisées. La codification de ce concept est directement liée à celui de la fraction analysée. Les deux concepts sont décrits dans les jeux de données du SANDRE.

Titulaire du marché : Organisme sélectionné par le commanditaire, cet organisme prend la responsabilité de la réalisation de l'ensemble des prestations demandées par le commanditaire en respectant les exigences des présentes prescriptions techniques. Il peut, dans certains cas, faire appel à des prestataires.

Tournée : Ensemble de stations de mesures d'un lot sur lesquelles sont réalisés des échantillons acheminés au cours d'un même voyage vers le laboratoire d'analyses.

PRÉAMBULE

Le titulaire du marché s'assurera que l'ensemble du personnel participant aux travaux décrits ci-dessous a pris connaissance des présentes prescriptions techniques.

Le titulaire sera **l'unique responsable** de la transmission des résultats des opérations d'échantillonnage au commanditaire. Les résultats transmis devront être conformes au contexte d'échange 1 défini par le SANDRE (« demande de prestations et envoi ultérieur de résultats ») et respecter le **code de la demande**, les **codes d'échantillonnage**, les **fractions analysées** et **unités** par paramètre **spécifiés et imposés dans la demande**.

Le titulaire devra réaliser l'ensemble des opérations, avec du personnel qualifié, compétent.

Le titulaire devra s'appuyer sur les normes et / ou les guides en vigueur.

Le titulaire devra disposer de procédures écrites décrivant l'ensemble des activités présentées dans ce document et prendre connaissance des exigences en matière de démarche qualité (§ 3 : Démarche Qualité et Traçabilité).

Le titulaire devra respecter les réglementations en vigueur en matière d'hygiène et de sécurité (§ 12 : Hygiène et sécurité).

Afin de garantir la qualité des mesures, une réunion de concertation entre prestataire(s) des opérations d'échantillonnage et laboratoire d'analyses sera organisée par le commanditaire avant le démarrage des opérations d'échantillonnage. Les parties prenantes définiront à cette occasion les jalons nécessaires au bon suivi des prestations.

1 Prescriptions pour l'échantillonnage dans les cours d'eau

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

- assurer la représentativité et l'intégrité des échantillons réalisés depuis l'échantillonnage du milieu jusqu'au(x) laboratoire(s) d'analyses ;
- éviter la contamination du milieu lors de l'échantillonnage (bottes souillées, espèces invasives, etc.) en s'équipant de protections individuelles propres et en utilisant du matériel nettoyé (§ 4.6 : Matériel d'échantillonnage).

Le titulaire veillera également à assurer une bonne coordination entre les opérations d'échantillonnage et les analyses de laboratoire. Cette coordination est particulièrement importante pour les étapes suivantes : respect des délais échantillonnage-analyse, respect des consignes relatives au flaconnage, conditionnement, conservation, transport, ...

Le prestataire d'échantillonnage devra s'appuyer sur les normes ou les guides en vigueur pour les opérations d'échantillonnage, ce qui implique à ce jour le respect de :

- la norme NF EN ISO 5667-3 « Qualité de l'eau – Échantillonnage - Partie 3 : Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau » (juin 2004),

- la norme NF EN ISO 5667-15 « Qualité de l'eau – Échantillonnage - Partie 15 : Lignes directrices pour la conservation et le traitement des échantillons de boues et de sédiments » (octobre 2009),
- le guide FD T 90-523-1 « Qualité de l'Eau – Guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement – Prélèvement d'eau naturelle » (février 2008),
- le guide « Le prélèvement d'échantillons en rivière – Techniques d'échantillonnage en vue d'analyses physico-chimiques » Agence de l'eau Loire Bretagne (novembre 2006)¹,
- le guide ISO 5667-12 « Qualité de l'eau. Échantillonnage. Partie 12 : guide général pour l'échantillonnage des sédiments » (décembre 1995).

2 Personnel

Le titulaire s'engage à remplir sa mission à l'aide d'un personnel qualifié, tant en ce qui concerne l'échantillonnage lui-même que les mesures sur site. Les prescriptions techniques devront être lues et signées par chaque personnel participant aux opérations d'échantillonnage.

Le titulaire fournira au commanditaire :

- **à la remise de son offre** : le nombre d'unités d'œuvre consacrées au marché ainsi que les éléments attestant de la compétence des opérateurs.
- **avant chaque campagne de mesure** : la liste détaillée du personnel impliqué dans la campagne et les éléments attestant de la compétence de ce personnel.

Pour des raisons de sécurité et de qualité des opérations, il est imposé au titulaire que chaque opération de terrain soit assurée par une équipe composée *a minima* de 2 personnes.

3 Démarche Qualité et traçabilité

Le titulaire précisera dans son offre les éléments de démarche qualité spécifiques aux opérations d'échantillonnage.

Le prestataire devra établir et disposer de procédures écrites détaillant l'organisation d'une campagne d'échantillonnage, le suivi métrologique des appareillages de terrain, les méthodes d'échantillonnage, les moyens mis en œuvre pour s'assurer de l'absence de contamination du matériel utilisé, le conditionnement et l'acheminement des échantillons jusqu'au laboratoire d'analyses. Toutes les procédures relatives à l'échantillonnage devront être accessibles au préleveur sur le terrain.

Les principales procédures devront être jointes à l'offre.

¹ accessible sous http://www.eau-loire-bretagne.fr/espace_documentaire/documents_en_ligne/guides_milieux_aquatiques/Guide_prelevement.pdf

La traçabilité documentaire des opérations d'échantillonnage devra être assurée à toutes les étapes de préparation de la campagne jusqu'à la restitution des données. En outre, le titulaire s'engage, à faire valider par le commanditaire la « fiche de terrain » qu'il met en place pour la réalisation des échantillonnages et le recueil des mesures et observations de terrain. Cette fiche devra inclure *a minima* les éléments de traçabilité cités dans le présent cahier des charges. Un exemple de fiche est donné en annexe « Fiche terrain échantillonnage cours d'eau ».

Le titulaire rédigera un plan d'assurance qualité (PAQ). Ce document précisera notamment les moyens que l'organisme (ainsi que sous-traitants et cotraitants) mettra à disposition pour assurer la réalisation de la prestation dans les meilleures conditions. Il listera notamment les documents de référence à respecter et proposera un synoptique des intervenants habilités (nominatif) en précisant leur rôle et responsabilité dans le processus de l'opération. Le PAQ détaillera également les réponses aux exigences des présentes prescriptions techniques qui ne seraient pas prises en compte par le système d'assurance qualité.

Le prestataire d'échantillonnage s'engagera à participer à toute intercomparaison organisée par le commanditaire dans le cadre de cette opération et/ou à un essai interlaboratoires spécifique organisé par un tiers sur un paramètre problématique.

Des contrôles pourront éventuellement être réalisés par le commanditaire ou par un organisme indépendant dûment mandaté par le commanditaire. Le prestataire en sera informé par courrier, le cas échéant. Ce contrôle portera sur la conformité des présentes prescriptions techniques et à l'offre du titulaire. Au terme de cette opération, une réunion d'échanges entre tous les acteurs permettra d'améliorer les différents dispositifs mis en place (protocoles d'échantillonnage, matériels, transport d'échantillons, transmission des données, plan d'assurance qualité PAQ, ...).

Dans le cas où le titulaire revendique, dans son offre, un système d'assurance qualité (accréditation par exemple), les résultats devront, sauf exception dûment justifiée et acceptée par le commanditaire, être remis sous couvert de ce système qualité.

4 Préparation de la campagne

4.1 Demandes de prestations

Les demandes de prestations d'échantillonnage au format EDILABO précisant les stations à prélever et les périodes prévisionnelles d'échantillonnage, ainsi que les fiches signalétiques des stations (localisation précise, propriétaire, conditions d'accès, contact éventuel, contraintes particulières, ...) seront fournies par le commanditaire au titulaire avant l'engagement des prestations.

Les opérations d'échantillonnage seront regroupées en campagnes.

Au cours de l'élaboration du planning prévisionnel, le prestataire d'échantillonnage veillera notamment à conserver une cohérence d'ensemble dans ses campagnes.

- En programmant autant que possible l'échantillonnage d'une rivière et de ses affluents au cours d'une même campagne,
- En organisant autant que possible le sens des campagnes de l'amont vers l'aval de la rivière principale.

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

4.2 Station de mesure

L'emplacement des stations de mesure a été déterminé par le commanditaire à partir entre autres de considérations liées à l'objectif du programme de mesure. C'est pourquoi, il est impératif que les prestataires d'échantillonnage opèrent au point exact préalablement défini. Cette localisation sera notamment précisée par le commanditaire en utilisant les coordonnées XY² (Lambert 93) au travers de la fiche signalétique station. Les préleveurs devront donc prendre toutes les dispositions pour s'assurer :

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

Le préleveur relèvera les coordonnées de son point d'échantillonnage dans la projection Lambert 93. Il reportera ces coordonnées dans le « compte-rendu de réalisation de tournée d'échantillonnage » et dans la fiche terrain. Ces coordonnées seront fournies par le titulaire avec les résultats de mesures *in situ*. Il est impératif de renseigner cette fiche **avant** de procéder à la prise d'échantillon.

L'échantillonnage sera réalisé systématiquement sur la même station, au point défini par les coordonnées indiquées dans le marché. En cas d'impossibilité, le préleveur devra le préciser.

- **Cas d'impossibilité de prélever**

- Dans le cas d'un cours d'eau à sec ou d'un écoulement nul, le préleveur note la date et l'heure de son passage, la valeur de zéro pour le débit, renseigne les paramètres environnementaux pertinents (température de l'air, conditions météorologiques). Dans le cas d'un écoulement nul, aucun échantillon n'est prélevé en eau stagnante. Les mentions « à sec » ou « pas d'écoulement » sont renseignées sur le compte-rendu de tournée d'échantillonnage.
- Dans les autres cas où un échantillonnage ne pourrait pas être effectué pour des raisons indépendantes de la volonté du prestataire des opérations d'échantillonnage, celui-ci contacte le commanditaire (voir plan d'assurance qualité PAQ) pour exposer le problème et recevoir éventuellement de nouvelles instructions pour l'échantillonnage. S'il n'y parvient pas, il note la date et l'heure de son passage, renseigne les paramètres environnementaux pertinents et les raisons de l'impossibilité de prélever dans le compte rendu de tournée d'échantillonnage.

- **Cas de la modification d'un point d'échantillonnage**

Face à une situation d'impossibilité d'échantillonnage aux coordonnées indiquées (crue, étiage, gel, délocalisation des supports, présence d'une embarcation en amont ou en aval,...) ou d'éventuelles perturbations (rejet intermittent, abreuvoir), le lieu de l'échantillonnage pourra être exceptionnellement modifié de façon à obtenir des résultats fiables dans les conditions représentatives de la situation de la station. Le préleveur devra informer le commanditaire pour exposer le problème et recevoir de

² Coordonnée X de la localisation de l'échantillonnage et Coordonnée Y de la localisation de l'échantillonnage - dictionnaire de donnée SANDRE Echanges LABORATOIRES-COMMANDITAIRES

nouvelles instructions pour l'échantillonnage. S'il n'y parvient pas, il décidera de la modification la plus satisfaisante.

Toute modification, même mineure du point d'échantillonnage devra être mentionnée dans le compte-rendu de tournée d'échantillonnage. L'emplacement du nouveau point d'échantillonnage (coordonnées) et la méthode d'échantillonnage seront décrits et justifiés dans la fiche terrain échantillonnage cours d'eau. Un schéma des lieux sera alors à réaliser. Il devra permettre de localiser avec précision le site exact d'échantillonnage.

Dans tous les cas, les choix (de ne pas prélever ou de déplacer temporairement le point d'échantillonnage) devront être expliqués et justifiés dans la fiche terrain et dans le « Compte-rendu de réalisation de tournée d'échantillonnage ».

Le préleveur devra informer le commanditaire par écrit sous un délai maximum de deux jours.

Le commanditaire informera, par écrit, le préleveur des suites données (nouvel essai planifié, ...) et en cas de besoin en informera le prestataire d'analyses (nouveaux flacons...).

4.3 Organisation des campagnes

Le titulaire est en charge de l'organisation des tournées et des campagnes d'échantillonnage en concertation et en accord avec le commanditaire. Il veillera notamment à conserver une cohérence d'ensemble dans ses campagnes (notamment localisation, etc.).

Le titulaire mettra à disposition du commanditaire, au travers d'un agenda partagé sur internet ou bien sous forme d'un tableur, un planning prévisionnel détaillé du programme d'échantillonnage (semaine de la tournée, localisation des stations, nombre de points d'échantillonnage/jour/hebdomadaire, type de matrice à prélever, temps de trajet entre les points d'échantillonnage/jour) conforme aux demandes EDILABO du commanditaire. Il devra être validé avec le commanditaire.

Sauf raison majeure, ce planning prévisionnel devra être respecté afin de conserver une même fréquence d'échantillonnage sur toute la période considérée.

Les campagnes seront établies suivant les demandes au format EDILABO du commanditaire et organisées par masse d'eau.

Il s'engagera à prélever exclusivement aux endroits indiqués, entre le lever et le coucher du soleil.

Le titulaire veillera également en accord avec le commanditaire à définir un ordre de passage au cours de la campagne en fonction de la nature des eaux en allant de sites peu impactés vers des sites plus impactés, ceci afin de limiter les risques de contamination du matériel d'échantillonnage.

Les préleveurs, sur le terrain, devront disposer de moyen de communication leur permettant de joindre le commanditaire en cas de problème lors d'un échantillonnage.

4.4 Flaconnage

Les éléments de dialogue et de définition des responsabilités réciproques entre le prestataire des opérations d'échantillonnage et le laboratoire d'analyses devront être clairement définis dans l'offre.

Les flacons, les réactifs, le matériel nécessaires au conditionnement et les systèmes de filtration sur site (seringues, filtres, autres) devront être mis à la disposition des préleveurs par le laboratoire d'analyses *a minima* 3 semaines avant la date d'échantillonnage.

Le laboratoire d'analyses devra privilégier des flacons à large ouverture et avoir vérifié l'absence de polluant dans le contenant mis en œuvre par un blanc de flaconnage (par exemple selon NF X06-021 : Application de la statistique – Principes du contrôle statistiques de lots - *octobre 1991*). Les flacons envoyés devront être clairement identifiés (§ 4.5: Etiquetage des flacons).

Des consignes spécifiques au maniement, au remplissage, au conditionnement, au transport et à l'identification des flacons devront également être fournies par le laboratoire d'analyses afin de faciliter l'utilisation des flacons. Les flacons contenant un agent de conservation devront être clairement identifiés (cette pratique est à proscrire pour les métaux et le mercure).

Le prestataire d'échantillonnage devra s'assurer, à réception des flacons, de leur conformité en nombre, en type, de leur intégrité (propreté visuelle, fêlures, etc.), de leur identification (§ 4.5 : Etiquetage des flacons). Pour cela, il établira une fiche de réception qu'il transmettra au laboratoire d'analyses. Cette fiche de réception devra être renseignée en particulier avec les points listés ci-dessus. En cas de défaut, le prestataire d'échantillonnage avertira rapidement le laboratoire d'analyses et éventuellement le commanditaire. Il précisera la nature des anomalies constatées par le biais de la fiche de réception afin que celui-ci envoie le complément dans les meilleurs délais.

Le laboratoire est responsable des consignes de conditionnement des échantillons sur site et notamment des éventuelles consignes de rinçage des flacons.

4.5 Etiquetage des flacons

L'étiquetage sera réalisé par le laboratoire d'analyses à l'aide d'une étiquette stable et ineffaçable sur laquelle sont portées les données écrites permettant d'identifier facilement le contenant ainsi que les analyses à réaliser.

Les informations devant figurer sur chaque flacon fourni au prestataire d'échantillonnage sont au minimum les suivantes :

- Identification de la station et du site
- Nom de l'organisme préleveur
- Support
- Paramètres ou familles des paramètres
- Le cas échéant, présence et nature de l'agent de conservation

L'ensemble des informations identifiant l'échantillon, devra être identique à celui porté dans le fichier comportant les résultats des analyses saisis par le laboratoire d'analyses.

Pour les informations complémentaires à renseigner sur le terrain, en particulier **date et heure d'échantillonnage**, les feutres et les marqueurs contenant des solvants sont à proscrire afin d'éviter une contamination de l'échantillon.

4.6 Matériel d'échantillonnage

Le préleveur devra disposer du matériel lui permettant de réaliser les prestations en toute circonstance.

Le choix de l'outil d'échantillonnage dépend de plusieurs contraintes : protocole d'échantillonnage prévu, accessibilité du site, familles de paramètres, et devra être choisi comme décrit au paragraphe 6.1: Priorité de protocole d'échantillonnage.

Le matériel d'échantillonnage utilisé devra garantir l'absence d'interférence physico-chimique avec les paramètres à mesurer. La nature des matériaux du matériel d'échantillonnage sera notamment choisie en fonction de sa compatibilité avec les paramètres recherchés.

Avant chaque tournée, le matériel d'échantillonnage devra être préparé et conditionné selon le protocole de nettoyage défini.

Afin d'éviter la contamination d'un échantillon par les éventuels polluants d'un échantillonnage antérieur (contamination croisée), le matériel d'échantillonnage devra être rincé entre deux stations de mesure avec l'eau de la station. Ce nettoyage sera décrit dans l'offre. Il concerne tous les éléments ayant pu être en contact avec l'eau prélevée comme les outils d'échantillonnage des échantillons à analyser (y compris flacons intermédiaires). Il peut être réalisé par tout procédé pertinent dont l'efficacité aura été préalablement démontrée et présentée au commanditaire.

Un blanc de matériel d'échantillonnage pour les eaux est fortement conseillé (fréquence et type de paramètres à déterminer par le prestataire). Il pourra être réalisé sur le terrain ou au laboratoire avec de l'eau exempte de contaminants selon le document Méthodologie « Blanc de filtration – Blanc de matériel d'échantillonnage ».

Dans le cas où un blanc de matériel d'échantillonnage n'est pas réalisé systématiquement, le commanditaire, suite à une suspicion de contamination pour un ou plusieurs paramètres, pourra imposer au titulaire de réaliser un blanc de matériel d'échantillonnage sur ces paramètres lors de la campagne suivante.

Pour les métaux, si la filtration à 0,45 µm est réalisée sur site, un blanc de filtre devra également être réalisé. Une méthodologie est proposée dans le document « Méthodologie blanc de filtration – blanc de matériel d'échantillonnage ». Il est exigé de réaliser régulièrement des blancs de filtration pour les métaux au cours des opérations d'échantillonnage (si filtration réalisée sur site). La fréquence sera définie dans l'offre du prestataire.

Il est fortement recommandé durant l'ensemble des opérations d'échantillonnage de limiter les matériels intermédiaires afin de diminuer les contaminations. Par exemple, l'emploi d'un seau avec un bec verseur réduira considérablement les risques de contaminations en évitant d'utiliser un matériel intermédiaire. En cas d'utilisation de matériel intermédiaire il est impératif que ce matériel soit rincé avec l'eau à analyser avant tout échantillonnage.

Dans le cas des petits cours d'eau, on privilégiera un échantillonnage directement dans le cours d'eau à l'aide du flacon fourni par le prestataire des analyses.

4.6.1 Matériaux destinés à l'échantillonnage d'eau

Les matériaux sont choisis en fonction des paramètres à mesurer.

L'emploi de matériaux plastiques pigmentés (plastique coloré, bouchon coloré sans capsule) et /ou en PVC (polychlorure de vinyle) est interdit. Ce type de matériel est reconnu comme pouvant relarguer des métaux (zinc, cadmium etc.) et des composés organiques.

L'emploi de matériaux plastiques de type polyéthylène téréphtalate (PET) est également interdit, ce type de plastique est reconnu comme pouvant relarguer des phtalates.

Le prestataire d'échantillonnage doit sélectionner le matériel d'échantillonnage en respectant les consignes ci-dessus et la norme NF EN ISO 5667-3.

Les matériaux recommandés pour le matériel d'échantillonnage (seau, flacon, récipient pour canne ou autre système d'échantillonnage) sont présentés dans le Tableau 1.

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

Tableau 1 : Caractéristiques du matériel d'échantillonnage en fonction des paramètres

Paramètres	Matériel d'échantillonnage Organe en contact avec le milieu (intermédiaire)
Micropolluants organiques (<i>hormis DEHP, glyphosate et AMPA</i>)	Système en inox ou en verre. Rinçage obligatoire à 3 reprises du matériel d'échantillonnage avec l'eau du lieu d'échantillonnage
DEHP³	Système en inox ou en verre. Rinçage obligatoire à 5 reprises du matériel d'échantillonnage avec l'eau du lieu d'échantillonnage
Glyphosate / AMPA	Système en inox ou matériaux plastiques (PP, PE) Rinçage obligatoire à 3 reprises du matériel d'échantillonnage avec l'eau du lieu d'échantillonnage
Métaux (<i>hormis mercure</i>)	Matériaux plastiques (PEBD, PEHD, PP) ou téflon (PTFE, FEP, PFA) Rinçage obligatoire à 3 reprises du matériel d'échantillonnage avec l'eau du lieu d'échantillonnage
Mercure	Verre borosilicaté ou téflon (PTFE, FEP, PFA) Rinçage obligatoire à 3 reprises du matériel d'échantillonnage avec l'eau du lieu d'échantillonnage

Légende :

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

4.6.2 Flaconnage destiné à l'échantillonnage d'eau

Le choix des contenants mis en œuvre sont de la responsabilité du laboratoire en charge des analyses. Ces flaconnages devront respecter les méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux paramètres à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3⁴. Les biais constatés lors de l'essai sur site « Essai national sur site du 26 juin 2007⁵ » repris dans la note DRC-08-95687-09117B⁶ ont conduit aux exigences suivantes (Tableau 2) :

³ Fiche DEHP_version_site_3_04_09.xls accessible sous <http://www.aquaref.fr/di-2-ethylhexyl-phtalate-dehp>

⁴ La norme NF EN ISO 5667-3 : 2004 est un guide de Bonne Pratique. Quand des différences existent entre la norme NF EN ISO 5667-3 et la norme analytique spécifique à la substance, les prescriptions de la norme analytique qui prévalent toujours.

⁵ Impact des opérations de échantillonnages sur la variabilité des résultats d'analyse – Essai national sur site du 26 juin 2007 : DRC-07-86076-16167B

⁶ Comparabilité des pratiques d'échantillonnages - Exercice d'intercomparaison sur les opérations d'échantillonnages ponctuels DRC-08-95687-09117B accessible sur le site <http://www.aquaref.fr/>

Tableau 2 : Exigences en termes de flaconnage pour la matrice eau

Paramètres	Type de flacon	Type de bouchon
Micropolluants organiques (<i>hormis glyphosate, AMPA</i>)	Flacons en verre brun pour les substances photosensibles, Flacons en verre pour les substances non photosensibles Dans tous les cas : flacons non pelliculés	Bouchons inertes (capsule téflon)
Glyphosate, AMPA	Flacons en plastique (PEBD, PEHD, PP)	Bouchons inertes (PEBD, PEHD, PP)
Métaux (<i>hormis le mercure</i>)	Flacons en plastique (PEBD, PEHD, PP) ou téflon (FEP, PFA)	Bouchons non pigmentés* inertes
Mercure	Flacons à col droit en verre borosilicaté, en quartz, ou téflon (FEP, PFA)	Bouchons non pigmentés* inertes

Légende :

* : non colorés, afin d'éviter le relarguage de composés

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

4.6.3 Matériaux destinés à l'échantillonnage de sédiments

Se référer au module « Opérations d'échantillonnage et de prétraitement des sédiments en milieu continental »

4.6.4 Flaconnage destiné à l'échantillonnage de sédiment

Se référer au module « Opérations d'échantillonnage et de prétraitement des sédiments en milieu continental »

5 Mesures physico-chimiques et hydrologiques de terrain

5.1 Mesures à réaliser

Les paramètres *in situ* seront mesurés **prioritairement dans le cours eau** et à défaut dans un récipient et après stabilisation de la valeur. Les paramètres *in situ* à mesurer obligatoirement dans le cours d'eau sont présentés dans le Tableau 3.

Tableau 3 : Paramètres *in situ* à mesurer dans un cours d'eau

Paramètre	Code Sandre Paramètre	Unité	Code Sandre Unité
Température de l'eau	1301	°C	27
Concentration en O ₂ dissous	1311	Mg(O ₂)/L	175
Taux saturation en O ₂ dissous	1312	%	243
Conductivité à 25°C	1303	µS/cm	147
pH	1302	Unité pH	264
Mesure de débit*	1420	m ³ /s	117
Mesure limnimétrique**	1429	mètres	111

*le cas échéant une mesure de débit pourra être demandée. Les conditions techniques de sa réalisation seront définies par le commanditaire au moment de l'appel d'offre.

**La lecture de l'échelle limnimétrique devra être enregistrée si l'échelle est présente sur la station. La position de l'échelle sera indiquée au titulaire. Dans la plupart des cas, elle se trouve au droit du point d'échantillonnage. Il arrive cependant qu'elle en soit distante de plusieurs dizaines de mètres.

Les résultats des paramètres *in situ* devront être déterminés pour chaque opération d'échantillonnage et consignés sur la fiche terrain. Il est impératif de renseigner cette fiche **avant** de procéder à la prise d'échantillon.

Les mesures *in situ*, ainsi que les paramètres environnementaux seront rendus au commanditaire au format EDILABO.

Les précautions à prendre pour réaliser les mesures *in situ* sont regroupées dans le Tableau 4.

Tableau 4 : Précautions à prendre lors des mesures in situ dans le cours d'eau

Paramètres	Recommandations
Oxygène dissous Saturation en oxygène	En cours de journée, il est possible d'enregistrer des valeurs passant de 1 mg/l à plus de 20 mg/l (par exemple eutrophisation du milieu). Sachant que, dans des conditions normales de température et de pression (20°C, 760 mm de Hg), la concentration moyenne en oxygène dans l'eau est de 8,8 mg/l, cette concentration augmente avec la pression, et diminue avec la température. Le préleveur s'interrogera sur des concentrations inférieures à 6 mg/l et supérieures à 10 mg/l ou sur des saturations en oxygène en dehors des bornes 60% - 120%. Une sonde de rechange permettra de confirmer ou d'infirmer le résultat.
Conductivité	La conductivité traduit la minéralisation de l'eau. Selon la nature du sol, les valeurs rencontrées varient de 50 µS/cm à 50 000 µS/cm. Sans influence maritime, le préleveur s'interrogera sur des valeurs supérieures à 1000 µS/cm (sauf si l'historique confirme des apports en sels ou rejets concentrés). Une sonde de rechange permettra de confirmer ou d'infirmer ce résultat.
Température de l'eau	Utilisation d'un thermomètre raccordé aux étalons nationaux (mesure permettant d'interpréter certains paramètres <i>in situ</i>).
Température de l'air	Mesure réalisée à l'extérieur, à l'endroit du lieu d'échantillonnage ou à proximité Protéger le thermomètre de la lumière directe du soleil et du vent.
pH	Privilégier l'utilisation de solutions étalons commerciales à usage unique conditionnées dans des blisters pour pouvoir étalonner les sondes sur le terrain. Les solutions étalon (raccordées aux étalons nationaux) devront encadrer le pH de l'échantillon. Au-delà des valeurs de pH comprises entre 5,5 et 9,0 (qui peuvent cependant être plausibles), il sera nécessaire de s'interroger sur les conditions qui pourraient engendrer de telles valeurs. Une sonde de rechange pourra confirmer ou infirmer ce résultat.
Mesure limnimétrique	Le préleveur sera tenu d'en faire la lecture et d'en noter le résultat sur la fiche terrain échantillonnage cours d'eau. Si l'échelle est peu lisible (recouvrement par végétation ou autre), le préleveur devra la dégager pour effectuer la lecture. Tout problème de lecture (salissures, échelle hors d'eau, ...) devra être signalé dans la fiche terrain échantillonnage cours d'eau. La localisation de cette mesure devra être notée, si ses coordonnées sont différentes des coordonnées de la station.

5.2 Appareillage

Le titulaire devra disposer de procédures de vérification et d'étalonnage pour l'ensemble des appareillages de terrain. Ces procédures devront être accessibles aux préleveurs sur le terrain.

Les instruments de mesure pour les contrôles *in situ* devront être raccordés aux étalons nationaux:

- Température de l'eau : le raccordement aux étalons nationaux devra être assuré par la détention d'un thermomètre ou sonde étalonnée par un organisme accrédité « COFRAC étalonnage », et l'existence d'une procédure de raccordement des instruments de mesure de la température à cet étalon.
- pH et conductivité : le raccordement devra être démontré :
 - par l'existence d'une procédure de traçabilité du mesurage des instruments de mesure du pH et de la conductivité aux solutions étalon raccordées et,

- par la mise à disposition de solutions étalons pH et conductivité comportant un certificat d'étalonnage (solutions étalons en sachet à usage unique) aux préleveurs sur le terrain.

Les instruments de mesure devront être étalonnés *a minima* une fois par semaine et vérifiés *a minima* en début et en fin de journée d'échantillonnage. L'ensemble de ces contrôles devra être enregistré. Ces vérifications permettront de maîtriser une dérive éventuelle des appareils au cours du temps.

Le préleveur devra prévoir des sondes de rechange en nombre suffisant en cas d'incident de fonctionnement ou de casse. Elles devront être conditionnées et étalonnées avant utilisation.

Les résultats de ces opérations (contrôle métrologique des appareils de terrain, gestion des solutions d'étalonnage) devront être enregistrés, conservés et tenus à disposition du commanditaire.

6 Opérations d'échantillonnage d'eau

Le site d'échantillonnage dépend de l'hydrologie.

Il est recommandé de :

- S'assurer qu'il y a bien un écoulement normal :
 - Sur certains cours d'eau, en cas de fort étiage, il ne peut persister que quelques flaques sans réel écoulement. Il sera alors demandé de ne pas procéder à l'échantillonnage, et de remplir la fiche terrain échantillonnage cours d'eau avec la mention « à sec » ou « pas d'écoulement ».
 - En cas de rivière en forte crue, si le cours d'eau sort de son lit, il sera demandé de ne pas procéder à l'échantillonnage, et de remplir la fiche terrain échantillonnage cours d'eau avec la mention « Crue débordante : débordement du lit mineur ».
- Pour des raisons de sécurité :
 - les préleveurs doivent être équipés d'Équipement de Protection Individuelle (EPI) comme des gants « nitrile ». Les risques de contamination des échantillons seront également réduits.
 - chaque opération de terrain doit être assurée par une équipe composée *a minima* de 2 personnes. Cette disposition permettra également d'assurer une bonne qualité des opérations et d'optimiser la répartition des tâches.

6.1 Priorités de protocole d'échantillonnage

Le préleveur devra privilégier par ordre de priorité les protocoles d'échantillonnage suivants :

- A pied dans le chenal d'écoulement principal du cours d'eau
- En cas d'impossibilité, d'un pont.
- En dernier recours, de la berge avec une canne d'échantillonnage.

✓ A pied dans le chenal d'écoulement principal du cours d'eau :

L'échantillonnage devra être réalisé dans le chenal d'écoulement principal, dans la veine d'eau principale, de préférence loin des berges et des obstacles présents dans le lit, **en se positionnant dans la veine principale du cours d'eau, face au courant** (contre courant).

Dans ce cas, l'échantillonnage est réalisé directement dans le cours d'eau à l'aide des flacons fournis par le prestataire des analyses (sauf si ceux-ci contiennent des agents de conservation). C'est-à-dire qu'aucun matériel intermédiaire (seau par exemple) n'est utilisé.

En pénétrant dans le cours d'eau, le préleveur veillera à éviter de perturber la zone d'échantillonnage (remise en suspension de sédiments). De même, durant l'étape de rinçage des flacons fournis par le laboratoire d'analyses, il veillera à rejeter les eaux de rinçage loin de la zone d'échantillonnage (c'est-à-dire en aval de la zone d'échantillonnage).

Une équipe *a minima* de 2 personnes permettra d'optimiser la répartition des tâches incombées par l'échantillonnage direct.

Il faut dans tous les cas éviter de prélever les eaux de surface et de remettre en suspension les dépôts du fond. Il est donc fortement conseillé de prélever à 30 cm sous la surface ou à mi-hauteur.

Si présence de corps flottants ou d'hydrocarbures à la surface, l'échantillonnage direct par flacon est à proscrire. Le préleveur devra utiliser une bouteille d'échantillonnage horizontale ou verticale avec messageur.

✓ A partir d'un pont :

Les échantillonnages s'effectueront à partir du pont. Le préleveur veillera à sécuriser la zone d'échantillonnage en mettant en place des panneaux de signalisation. Selon, la configuration du pont et les éventuels obstacles présents (présence de tuyaux de canalisations), l'échantillonnage pourra être réalisé soit en amont ou en aval. Il devra être réalisé **dans la veine principale du cours d'eau** hors des zones de turbulences créées par les piles du pont.

**Tableau 5 : Avantages et inconvénients des prélèvements en amont ou aval d'un pont
(Source : FD T 90-523-1)**

Prélèvement d'un pont	À l'Aval du pont	À l'Amont du pont
Sécurité du prélèvement	Difficulté à voir l'arrivée des bateaux ou des corps flottants pour les éviter. Jeter un coup d'œil à l'amont avant de prélever	Observation facile des bateaux ou des corps flottants qui vont passer sous le pont pour les éviter
Visibilité du matériel	Bien visible car le matériel est entraîné vers l'aval par le courant	Moins visible car le matériel est entraîné sous le pont par le courant
Homogénéité de la masse d'eau	Médiocre car turbulences dues aux piles du pont qui peuvent fausser les mesures <i>in situ</i>	Bonne car écoulement laminaire. Recommandé pour les mesures <i>in situ</i> .
Chutes dans l'eau de particules liées aux vibrations du pont	Risque possible	Risque minime
Chutes dans l'eau de particules liées au frottement de la chaîne sur le parapet	Le matériel est entraîné vers l'aval donc peu de risques	La chaîne appuie au maximum sur le parapet

Durant l'étape de rinçage des flacons fournis par le laboratoire d'analyses et des matériels d'échantillonnage, le préleveur veillera à rejeter les eaux de rinçage :

- Si le prélèvement est réalisé en amont du pont, les eaux de rinçage devront être rejetées en aval du pont afin d'éviter de contaminer la zone d'échantillonnage.

- Si le prélèvement est réalisé en aval du pont, elles devront être rejetées en aval du pont et hors de la zone à échantillonner.

Dans tous les cas, le matériel d'échantillonnage (seau + corde) devra être protégé de toutes sources de contamination (corde posée sur le sol, matériel d'échantillonnage utilisé pour transporter les divers équipements...).

A l'aide d'un porte-bouteille lesté équipé du flacon fourni par le prestataire des analyses, le risque de contamination est, comme pour l'échantillonnage à pied, quasi nul par rapport à l'utilisation d'un seau et d'intermédiaires.

✓ De la berge :

En dernier recours, réaliser l'échantillonnage de la berge uniquement avec une canne d'échantillonnage, en évitant les effets de bord et en **positionnant le flacon dans la veine principale du cours d'eau, face au courant** (contre-courant). Une canne équipée du flacon fourni par le prestataire des analyses limite les risques de contamination.

Pour le reste, les recommandations sont les mêmes que pour les autres types d'échantillonnage.

6.2 Échantillonnage composite

Sur certains cours d'eau, la qualité de l'eau n'est pas obligatoirement homogène sur l'ensemble du profil transversal. Il conviendra donc d'opérer un échantillon composite, en mélangeant à volume égal un échantillonnage en rive gauche, un échantillonnage en rive droite, et un échantillonnage au centre du cours d'eau selon les méthodes d'échantillonnages présentées ci-dessus.

Il sera demandé de réaliser la caractérisation du lieu d'échantillonnage pour chaque point d'échantillonnage (limpidité, odeur, couleur, présence d'irisation, présence de mousses de détergents, présence de produits ligneux ou herbacés, présence de boues organiques, etc.) et de réaliser la mesure des paramètres *in situ* sur l'échantillon composite.

Le mélange s'effectuera dans un seau à bec verseur en matériau inerte. Le remplissage du flaconnage s'effectuera comme pour les autres types d'échantillonnage, sans utilisation de matériel intermédiaire.

La mention « échantillonnage composite » sera alors indiquée sur les fiches de terrain échantillonnage cours d'eau.

6.3 Conditionnement des échantillons d'eau

Cette étape ne concerne que les échantillons issus d'un échantillonnage à l'aide d'un matériel intermédiaire.

Le conditionnement des échantillons devra être réalisé loin de toute source de contamination (moteur du véhicule du préleveur arrêté, gaz échappement de voiture, cigarette, réseau routier, échappement d'un groupe électrogène, ou autre source de contamination potentielle...). Le port de gants « nitriles » est fortement recommandé pour les opérations de constitution des échantillons.

Le remplissage du flaconnage fourni par le laboratoire d'analyses se fera sans matériel intermédiaire. Dans le cas de l'utilisation d'un intermédiaire (seau), il est donc nécessaire que celui-ci soit muni d'un bec verseur. Afin d'éviter tout phénomène de décantation (en cas de présence importante de MES), le conditionnement de l'échantillon sera fait en réalisant un remplissage fractionné des flacons.

Le flacon devra être rempli avec précaution en évitant le barbotage et l'emprisonnement d'air à la fermeture. Se conformer aux recommandations du laboratoire.

Les échantillons seront placés dans les flacons fournis par le laboratoire d'analyses, clairement identifiés.

Un ordre de remplissage des flacons sera à respecter :

1. Remplissage des flacons destinés à la mesure des paramètres volatils - paramètres sensibles au dégazage et devant être analysés sous 24 heures ;
2. Remplissage des flacons pour lesquels une filtration sur le terrain est réalisée (métaux) ;
3. Remplissage des autres flacons dans un ordre aléatoire.

Cas des composés volatils : Des précautions particulières sont à mettre en œuvre afin d'éviter la perte par dégazage. L'homogénéisation du volume prélevé est à proscrire. Remplir lentement le flacon en évitant toute perturbation. Dans tous les cas, respecter les consignes fournies par le prestataire d'analyse.

Cas des métaux⁷ :

En cas d'analyse des métaux dissous, la filtration à 0,45 µm est obligatoire avant l'analyse de ces paramètres. Elle devra être réalisée de préférence sur site si le personnel a suivi une formation adéquate ou à défaut, au laboratoire d'analyses le lendemain de l'échantillonnage. Dans ce cas, le flacon devra être rempli à ras bord dès l'échantillonnage et jusqu'à la filtration.

Dans tous les cas, l'opération de filtration et de conditionnement devra être maîtrisée et ne pas apporter de contamination. Des contrôles qualité sont demandés afin de montrer l'absence de contamination liée à cette étape. Notamment en cas de filtration sur le terrain, la réalisation d'un « blanc de filtration » est exigée.

Une méthodologie est proposée dans le document « Méthodologie Blanc de filtration – Blanc de matériel d'échantillonnage ».

Si la filtration est réalisée sur le terrain, le filtrat obtenu devra être stabilisé à l'acide de qualité adaptée à la limite de quantification (LQ) visée. Une fois acidifiée, le transport de l'échantillon peut être réalisé à température ambiante.

La qualité de l'acide sera définie par le laboratoire d'analyses afin de sélectionner l'acide répondant aux exigences de la LQ visée.

Si la filtration n'est pas réalisée sur site, l'échantillon sera transporté en glacière à $5 \pm 3^\circ\text{C}$ et filtré dès réception au laboratoire, au plus tard le lendemain de l'échantillonnage

L'heure d'échantillonnage sera l'heure de mesure des paramètres physico chimiques de terrain.

NB : Les prescriptions peuvent être différentes pour les métaux et le mercure (par exemple pour le flaconnage § 4.6.2).

Cas des phtalates :

Les phtalates sont des composés particulièrement difficiles à analyser en raison des multiples sources de contamination liées à l'utilisation des matériaux en plastique de façon générale. Le préleveur veillera donc à limiter au maximum tout contact de l'échantillon avec des matériaux ou matériel pouvant contaminer l'échantillon. Le port de gants en plastique de type latex n'est donc pas recommandé pour l'échantillonnage de ces composés (préférer l'utilisation de gants nitriles). Il est

⁷ Les travaux prévus par AQUAREF en 2010 permettront de statuer courant 2011 sur l'endroit où devra être réalisée la filtration (sur site ou au laboratoire).

recommandé de terminer l'échantillonnage des phtalates afin de maximiser le volume d'eau ayant circulé dans le matériel d'échantillonnage.

Une discussion spécifique entre préleveur et le laboratoire d'analyse est demandée dès que cette famille de paramètres doit être échantillonnée. Les éléments de discussion devront être communiqués au commanditaire sur demande par le laboratoire d'analyse.

7 Opérations d'échantillonnage de sédiment

Se référer au module « Opérations d'échantillonnage et de prétraitement des sédiments en milieu continental »

7.1 Échantillonnage de sédiment

Se référer au module « Opérations d'échantillonnage et de prétraitement des sédiments en milieu continental »

7.2 Conditionnement de l'échantillon de sédiment

Se référer au module « Opérations d'échantillonnage et de prétraitement des sédiments en milieu continental »

8 Traçabilité documentaire des opérations d'échantillonnage

L'ensemble des opérations de terrain sera consigné sur la fiche terrain échantillonnage cours d'eau. Un exemple de fiche d'échantillonnage pouvant être utilisé est présenté en annexe 1. D'autres informations demandées devront être intégrées dans la fiche terrain échantillonnage cours d'eau (limpidité, odeur, couleur, présence d'irisation, présence de mousses de détergents, présence de produits ligneux ou herbacés, présence de boues organiques etc.). L'ensemble des fiches d'échantillonnage sera remis au commanditaire à la fin de chaque campagne d'échantillonnage.

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

- Nom et code de la station
- Code de l'échantillonnage (si disponible)
- Nom du préleveur
- Date et heure de l'échantillonnage
- Support
- Matériel d'échantillonnage
- Protocole d'échantillonnage
- Conditions météorologiques
- Mesures environnementales spécifiques (exemple pour l'eau : pH, conductivité, O₂ dissous, limnimétrie et température)

- Toute observation et commentaire utile pour interpréter les futurs résultats d'analyse (source de contamination observée lors de l'échantillonnage, les raisons de changement de lieu, ou de non réalisation).

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

9 Conservation et transport de l'échantillon

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

Les consignes liées au flaconnage (nature, volume, remplissage, maniement), à l'étiquetage, au conditionnement (réactifs, consignes particulières de rinçage des flacons notamment, ...), aux conditions de transport **sont de la responsabilité du laboratoire en charge des analyses et seront fournis aux préleveurs au minimum 3 semaines avant le début de la campagne d'échantillonnage.**

Le laboratoire est notamment responsable des consignes de rinçage ou de non rinçage des flacons utilisés pour le conditionnement des échantillons. Uniquement en cas d'absence de consigne du laboratoire, il est demandé de rincer 3 fois les flacons avec l'eau du lieu d'échantillonnage.

Ces consignes devront être validées par le commanditaire avant le démarrage de la campagne, et à chaque fois que des modifications y seront introduites.

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

L'enceinte devra avoir été réfrigérée à $5\pm 3^{\circ}\text{C}$ préalablement à l'introduction des échantillons et être équipée du matériel nécessaire pour maintenir la température de l'enceinte frigorifique à $5\pm 3^{\circ}\text{C}$. La température interne de l'enceinte devra être contrôlée pendant toute la durée du transport. Plusieurs moyens peuvent être mis en œuvre : pastilles, thermomètre enregistreur.... La méthodologie retenue pour satisfaire cette exigence et sa performance devra être présentée dans l'offre. La température de l'enceinte sera contrôlée et enregistrée à l'arrivée au laboratoire et pourra être restituée sur demande au commanditaire.

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

La prise en charge des échantillons par le laboratoire d'analyse, incluant les premières étapes analytiques (filtration, stabilisation, extraction,...) doit intervenir au plus tard le lendemain de l'opération d'échantillonnage. Une tolérance d'un jour supplémentaire pourra toutefois être acceptée dans des circonstances exceptionnelles si l'analyse de paramètres particulièrement sensibles (exemple composés organiques volatils) n'est pas demandée. Cette exigence impliquant fortement à la fois les préleveurs et le laboratoire, une concertation forte entre les deux parties devra être mise en place afin de respecter ce délai.

Pour les DOM, des prescriptions particulières concernant le transport et l'acheminement des échantillons sont présentées dans le document référencé « Module spécifique DOM - Transport et Acheminement des échantillons en provenance des DOM ».

10 Compte- rendus des campagnes d'échantillonnage

Un compte-rendu de réalisation de tournée d'échantillonnage devra être faxé au commanditaire à l'issue de chaque tournée. Ce compte rendu devra être tenu à la disposition du commanditaire ou de tout organisme dûment mandaté par lui à tout moment et sur simple demande. Les originaux des compte-rendus de réalisation de tournée d'échantillonnage sont envoyés au commanditaire à l'issue de chaque période d'échantillonnage.

A l'issue de chaque campagne, le titulaire du marché remettra au commanditaire un tableau faisant apparaître de façon synthétique l'ensemble des échantillonnages de la campagne, avec pour chacun d'entre eux :

- le code et le nom de la station ;
- le code de l'échantillonnage ;
- la date et l'heure de l'échantillonnage ;
- la date et l'heure de réception des échantillons ;
- si l'échantillonnage a été effectué ou non ;
- le protocole d'échantillonnage ;
- la raison pour laquelle l'échantillonnage n'a pas été effectué ;
- des commentaires généraux (notamment les remarques que le titulaire du marché aura à formuler sur les fiches stations) ;
- les conditions de transport et de réception au laboratoire.

Le titulaire s'engage à faire valider par le commanditaire le modèle de tableau qu'il envisage de lui remettre.

Les résultats des mesures *in situ*, ainsi que les paramètres relatifs aux opérations d'échantillonnage seront rendus au commanditaire au format EDILABO.

Les fiches de terrain présentant de façon détaillée les conditions de l'échantillonnage sont tenues à disposition du commanditaire.

En outre, le titulaire devra compléter et mettre à jour les fiches signalétiques fournies lorsque nécessaire, à la suite de ses passages sur le terrain. Le cas échéant, il joindra un schéma d'accès au point de suivi. Afin de garantir la pérennité du lieu de l'échantillonnage et assurer la représentativité des résultats, le préleveur devra également réaliser des photos du point de suivi dans son environnement ainsi que du lieu exact de l'échantillonnage d'eau, dans le cas où celles-ci seraient absentes des fiches fournies par le commanditaire, ou encore seraient différentes de celles existantes.

Les corrections à apporter aux fiches stations devront être remontées à l'issue de chaque campagne au commanditaire.

11 Restitution

Le rendu des résultats, en particulier les date et heure de l'échantillonnage, devra être cohérent avec les identifiants fonctionnels du code de l'échantillonnage attribué par le commanditaire : station, support de prélèvement, date début et délai de la période prévisionnelle du prélèvement.

Lorsque le préleveur réel est différent de celui spécifié dans la demande, ce préleveur réel devra être précisé lors de la restitution au format EDILABO dans la balise spécifique <Prelevement/Preleveur> du fichier de résultats.

Outre les informations obligatoires définies par le SANDRE, les informations suivantes, respectant les codifications du SANDRE, devront être transmises dans le fichier EDILABO de résultats :

- La date et l'heure de prélèvement, arrondi à la 10aine de minutes ;
- les mesures environnementales spécifiques du milieu concerné ;
- les commentaires liés à l'échantillonnage (difficultés observées au cours de l'échantillonnage pouvant induire un biais dans le résultat, les raisons de changement de lieu, ou de non réalisation) ;
- la date et heure de l'éventuelle filtration de l'échantillon (cas des métaux et métalloïdes, chlorophylle a - commémoratif 12) ;
- l'accréditation ou pas pour les opérations d'échantillonnage (matrice-méthode).

12 Hygiène et sécurité

Face à la diversité des milieux étudiés, chaque responsable d'activité (préparation de la campagne, échantillonnage, analyses) devra s'assurer que le personnel chargé de la réalisation de ces tâches est sensibilisé aux précautions nécessaires à prendre pour effectuer ces travaux afin de ne pas mettre en danger sa propre sécurité, sa santé ainsi que celles d'autrui.

En amont de toute intervention ou manipulation, le titulaire devra s'informer de la réglementation en vigueur en matière d'hygiène et de sécurité et s'y conformer.

Une attention particulière devra être apportée sur les risques liés à la transmission de maladies (tétanos, poliomyélite et leptospirose). L'organisme de médecine du travail auquel le titulaire est rattaché devra être consulté.

Lors des campagnes d'échantillonnage, il sera indispensable :

- d'avertir son entourage du circuit qui va être effectué dans la journée, avec les horaires approchés des différentes stations étudiées ;
- d'éviter, dans la mesure du possible, l'échantillonnage des eaux sur des zones dangereuses telles que les berges instables, les lits irréguliers et profonds, les ponts étroits et très fréquentés ;
- de sécuriser, le cas échéant, la zone d'échantillonnage en mettant en place des panneaux de signalisation ;
- de prévenir, notamment si la station de mesure se situe sur une propriété privée, le propriétaire ou le gestionnaire du site suffisamment longtemps avant l'intervention et d'établir si besoin un plan de prévention en conformité avec le décret 92-158 en matière d'hygiène et

de sécurité au travail afin de garantir le bon déroulement des opérations (accessibilité, conditions de sécurité, etc.)

- d'informer le propriétaire ou gestionnaire du site ainsi que les autorités compétentes en matière de police de l'eau, en cas de pollution involontaire : les chutes d'objets ou les déversements de produits, les communications entre les différents points d'échantillonnage dans le cas de contamination de l'un d'entre eux.

Pour une bonne réalisation de ces mesures de sécurité, il est imposé au titulaire que chaque opération de terrain soit assurée par une équipe composée *a minima* de 2 personnes.

Le personnel devra disposer des Equipements de Protection Individuels adéquats (EPI : gants, lunettes, combinaisons, bottes, masques, casques, gilet, harnais etc....) et devra s'en équiper avant toute intervention et manipulation afin de prévenir les risques d'exposition à des matières toxiques ou pathogènes (ingestion, inhalation, contact avec la peau).

Le personnel devra faire usage de produits et savons bactéricides après chaque intervention et manipulation.

13 Liste des annexes

ANNEXE	Libellé
1	Fiche terrain échantillonnage cours d'eau

14 Autres documents

Les documents ci-dessous sont à prendre en considération.

TYPE	Libellé
Document	Méthodologie : Blanc de système de filtration - Blanc de matériel d'échantillonnage
Document	Proposition liste des éléments techniques à fournir par le titulaire du marché



FICHE TERRAIN

ECHANTILLONNAGE DANS UN COURS D'EAU

Support : Eau Sédiment

Type d'échantillon : Ponctuel Composite Autre, préciser : _____

PRESTATAIRE DES OPERATIONS D'ECHANTILLONNAGE

Nom de l'organisme : _____ Nom du préleveur : _____

Téléphone : _____

IDENTIFICATION DU PRELEVEMENT

Code Station : _____ Coordonnées (Lambert 93): X : _____ Y : _____

Commune : _____ Cours d'eau : _____

Semaine : _____ Date : ____/____/20____ Heure : ____ h ____

SCHEMA DES LIEUX

PRE-TRAITEMENT ET CONDITIONNEMENT DES ECHANTILLONS

◆ Les échantillons ont-ils été filtrés sur site ? Oui Non si oui, pour quel(s) paramètre(s) ? _____

◆ Des agent(s) de conservation ont-ils été rajoutés sur site ? Oui Non si oui, compléter le tableau :

Type d'agent de conservation	Paramètres concernés	Conditionnement du conservateur	Conservation
		<input type="checkbox"/> déjà présent dans le flacon <input type="checkbox"/> rajouté par le préleveur	<input type="checkbox"/> Glacière + blocs eutectiques <input type="checkbox"/> Réfrigérateur <input type="checkbox"/> Autre : _____
		<input type="checkbox"/> déjà présent dans le flacon <input type="checkbox"/> rajouté par le préleveur	<input type="checkbox"/> Glacière + blocs eutectiques <input type="checkbox"/> Réfrigérateur <input type="checkbox"/> Autre : _____
		<input type="checkbox"/> déjà présent dans le flacon <input type="checkbox"/> rajouté par le préleveur	<input type="checkbox"/> Glacière + blocs eutectiques <input type="checkbox"/> Réfrigérateur <input type="checkbox"/> Autre : _____
		<input type="checkbox"/> déjà présent dans le flacon <input type="checkbox"/> rajouté par le préleveur	<input type="checkbox"/> Glacière + blocs eutectiques <input type="checkbox"/> Réfrigérateur <input type="checkbox"/> Autre : _____

IDENTIFICATION DU TRANSPORTEUR

Organisme : _____ Téléphone : _____

Nombre d'échantillons : _____ Heure de remise des échantillons au transporteur : _____ h _____

IDENTIFICATION DU PRESTATAIRE D'ANALYSES

Organisme : _____ Téléphone : _____

VISA DU PRELEVEUR (Obligatoire)

CARACTERISATION DU SITE D'ECHANTILLONNAGE

Pour chaque critère (Libellé court du Sandre), indiquer dans la case le numéro de classification Sandre observé lors du prélèvement en vous référant à la liste des valeurs possibles de la page 2

METEO	<input type="text"/>		
Présence d'un seuil	<input type="text"/>	Type de prélèvement	<input type="text"/>
Aspect des abords	<input type="text"/>		
Irisations sur l'eau	<input type="text"/>	mousse de détergent à la surface	<input type="text"/>
Présence de boues organiques flottantes	<input type="text"/>	AUTR CORPS	<input type="text"/>
		si oui, préciser : _____	
Teinte de l'eau	<input type="text"/>	Coloration apparente de l'eau	<input type="text"/>
Odeur	<input type="text"/>	Limpidité de l'eau	<input type="text"/>
Ombre	<input type="text"/>		

RELEVÉ DES MESURES *IN SITU*

Pour chaque paramètre, indiquer le numéro interne de l'appareil utilisé (suivi métrologique), la date d'étalonnage et la valeur relevée pour chaque paramètre en précisant si la mesure a été effectuée *in situ* ou dans un seau

Paramètres	N° interne appareil	Date d'étalonnage	Contrôle sur site avant mesure	Valeur relevée	Unité
pH		_ / _ / _	<input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	<input type="checkbox"/> <i>in situ</i> <input type="checkbox"/> seau	Unité pH
Température de l'eau		_ / _ / _	<input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	<input type="checkbox"/> <i>in situ</i> <input type="checkbox"/> seau	°C
Conductivité à 25°C		_ / _ / _	<input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	<input type="checkbox"/> <i>in situ</i> <input type="checkbox"/> seau	µS/cm

Paramètres	N° interne appareil	Valeur relevée		Unité
Température de l'air			_____	°C
Oxygène dissous Concentration ⇨		<input type="checkbox"/> <i>in situ</i>	_____	mg/L O2
		<input type="checkbox"/> seau	_____	
Saturation ⇨		<input type="checkbox"/> <i>in situ</i>	_____	%
		<input type="checkbox"/> seau	_____	

Lecture de l'échelle (si présente) : _____ m

MATÉRIEL D'ECHANTILLONNAGE

- Direct (dans le flacon destiné à l'analyse)
 drague manuelle
 carottier
 Avec un intermédiaire (seau muni d'un bec verseur)
 benne

OBSERVATIONS CONCERNANT LE PRÉLEVEMENT

Difficultés, explications en cas de prélèvement non réalisable, remarques concernant les valeurs obtenues *in situ*, explications en cas de mesures non réalisées *in situ* ou sur site...

Libellé court	Critères	Valeurs possibles
METEO	Conditions météorologiques pendant le prélèvement	1 = temps sec ensoleillé
		2 = temps sec couvert
		3 = temps humide
		4 = pluie
		5 = orage
		6 = neige
		7 = gel
Seuil	Présence d'un seuil	0 = inconnu
		1 = en amont d'un seuil
		2 = en aval d'un seuil
		3 = absence de seuil
		4 = prélèvement situé entre 2 seuils
		5 = prélèvement sur un seuil
		6 = un seuil à l'intérieur du point de prélèvement
7 = plusieurs seuils à l'intérieur du point de prélèvement		
TYPEPREL	Type de prélèvement	0 = inconnu
		1 = prélèvement effectué de la rive
		2 = prélèvement effectué dans le courant
		3 = prélèvement effectué depuis un pont
S.hyd.app.	Situation hydrologique apparente	4 = prélèvement effectué depuis une embarcation
		0 = inconnu
		1 = pas d'eau : <i>cours d'eau complètement à sec</i>
		2 = trous d'eau, flaques : <i>présence d'eau sans continuité hydraulique</i>
		3 = Basses eaux : <i>chenal d'étiage bien dessiné ou émergence des bas de berges ou atterrissements importants</i>
		4 = Moyennes eaux
5 = Hautes eaux : <i>lit plein ou presque</i>		
6 = Crue débordante : <i>débordement du lit mineur</i>		
ASPECT	Aspect des abords	1 = propre
		2 = sale
Irisations	Irisations sur l'eau	1 = oui
		2 = non
MOUSSES	Présence de mousse de détergent à la surface	1 = oui
		2 = non
FEUILLES	Présence de produits ligneux ou herbacés frais	1 = oui
		2 = non
BOUES	Présence de boues organiques flottantes	1 = oui
		2 = non
AUTR CORPS	Présence de tout corps ou produit ne faisant pas l'objet d'une observation spécifique	1 = oui
		2 = non
Teinte	Teinte de l'eau	1 = incolore
		2 = bleu
		3 = bleu-vert
		4 = vert
		5 = vert-jaune
		6 = jaune
		7 = jaune-marron
		8 = marron clair
		9 = marron foncé
		10 = gris
		11 = noir
		12 = blanc
Coloration	Coloration apparente de l'eau	1 = incolore
		2 = légèrement coloré
		3 = très coloré
limpidité	Limpidité de l'eau	1 = limpide
		2 = légèrement trouble
		3 = trouble
Odeur	Odeur	1 = sans
		2 = légère
		3 = forte
Ombre	Importance de l'ombrage aux alentours de la station de mesure	1 = absent
		2 = faible
		3 = important

**GUIDE DES PRESCRIPTIONS TECHNIQUES POUR LA
SURVEILLANCE PHYSICO-CHIMIQUE DES MILIEUX
AQUATIQUES**

**Opérations d'échantillonnage
en plan d'eau (eaux et sédiments)
en milieu continental**

Version 2011

Ce document contient des notes qui n'ont pas vocation à être transmises aux prestataires. Ces notes sont identifiées en rouge dans le corps du document.

TABLE DES MATIÈRES

DEFINITIONS	3
PREAMBULE.....	5
1 Prescriptions pour l'échantillonnage en plan d'eau.....	5
2 Personnel.....	6
3 Démarche Qualité et traçabilité	6
4 Préparation de la campagne.....	7
4.1 Demandes de prestations.....	7
4.2 Station de mesure	7
4.3 Organisation des campagnes.....	8
4.4 Flaconnage.....	9
4.5 Etiquetage des flacons.....	10
4.6 Matériel d'échantillonnage	10
5 Mesures physico-chimiques et hydrologiques de terrain	13
5.1 Mesures à réaliser	13
5.2 Appareillage.....	14
5.3 Autres mesures.....	15
6 Opérations d'échantillonnage d'eau	16
6.1 Echantillonnage d'eau	16
6.2 Conditionnement des échantillons d'eau	17
7 Opérations d'échantillonnage de sédiment	18
7.1 Echantillonnage de sédiments	18
7.2 Constitution de l'échantillon de sédiment	18
8 Traçabilité documentaire des opérations d'échantillonnage.....	19
9 Conservation et transport de l'échantillon	19
10 Comptes rendus des campagnes d'échantillonnage	20
11 Restitution	22
12 Hygiène et sécurité.....	22
13 Liste des annexes.....	23
14 Autres documents	23

DEFINITIONS

Les concepts et les définitions décrites ci-après sont issus des normes définies par le SANDRE relatives aux différentes thématiques abordées dans le cadre d'un suivi qualitatif des milieux naturels et de référentiels tels que directives, etc. Certaines définitions sont reprises et complétées dans les prescriptions techniques.

Bathymétrie consiste à réaliser des courbes de niveau et à évaluer les volumes et les surfaces associées des plans d'eau.

Blanc de filtration : Échantillon de contrôle destiné à vérifier l'absence de contamination liée à l'ensemble de l'opération de filtration.

Blanc solvants / matériel : Consiste en la vérification de l'absence de contamination au niveau de chacun des éléments constitutifs de la méthode globale : instruments et matériels de filtration, solvants d'extraction, instruments et matériels d'extraction, solvants de purification, solvants de conservation, instruments et matériels de purification ; instruments et matériels de reconcentration ; ambiances/environnement. C'est leur mise en œuvre rigoureuse qui permettra l'identification des sources de contamination et/ou interférences et leur maîtrise. Renouvelés dans le temps, ils permettent de s'assurer de la non dérive des conditions optimales de la méthode.

Blanc de matériel d'échantillonnage : Échantillon de contrôle préparé de telle façon qu'il permette de vérifier l'absence de contamination liée aux matériels (seau, flacon d'échantillonnage, tuyau, pompe) utilisés ou de contamination croisée entre échantillonnages successifs.

Commanditaire : Organisme public (Agences de l'eau, DIREN, DREAL) qui, par le biais d'un appel d'offre, sélectionne un titulaire à qui il attribue un marché. C'est l'émetteur de la demande.

Échantillon : Résultat d'un échantillonnage réalisé ou commandé par un commanditaire.

Échantillonnage intégré : est un échantillonnage directement intégré par bouteille (Pelletier) ou obtenu manuellement à partir de plusieurs échantillonnages équidistants, mélangés à proportions égales.

Hydromorphologie : Étude de la morphologie et de la dynamique des eaux, notamment l'évolution.

Fraction : Une fraction analysée est un composant du support sur lequel porte l'analyse.

Paramètre : Grandeur ou substance mesurée. Chaque paramètre est codé de façon unique par le SANDRE.

Point d'échantillonnage (eau de surface continentale) : Point de connexion physique entre un dispositif de captage d'eau et une seule et unique entité hydrographique (cours d'eau, plan d'eau,...). Au sein d'une station de mesure, lieu exact où est réalisé l'échantillonnage d'un support donné

Prestataire (d'échantillonnage et/ou des analyses et/ou du transport) : Organisme sélectionné par le titulaire, qui sera chargé de réaliser une partie des prestations du marché demandé par le commanditaire.

Station de mesure : Lieu physique sur lequel le commanditaire commande un ou plusieurs échantillonnage(s). Ce lieu peut être, selon la thématique : un tronçon de rivière, une source, un forage, un puits, un lieu géo-référencé au sein d'un plan d'eau, etc.

Quelque soit la thématique, chaque station de mesure est identifiée par un numéro national unique. Il est fourni par le commanditaire et doit être retourné avec les résultats d'analyses par le titulaire.

Support : Composant de la matrice sur laquelle porte l'investigation. Les supports sont, par exemple, de l'eau brute, des sédiments, des matières vivantes et sur lesquels les analyses commandées sont

réalisées. La codification de ce concept est directement liée à celui de la fraction analysée. Les deux concepts sont décrits dans les jeux de données du SANDRE.

Titulaire du marché : Organisme sélectionné par le commanditaire, cet organisme prend la responsabilité de la réalisation de l'ensemble des prestations demandées par le commanditaire en respectant les exigences des présentes prescriptions techniques. Il peut, dans certains cas, faire appel à des prestataires.

Tournée : Ensemble de stations de mesures d'un lot sur lesquelles sont réalisés des échantillons acheminés au cours d'un même voyage vers le laboratoire d'analyses.

PREAMBULE

Le titulaire du marché s'assurera que l'ensemble du personnel participant aux travaux décrits ci-dessous a pris connaissance des présentes prescriptions techniques.

Le titulaire sera **l'unique responsable** de la transmission des résultats des opérations d'échantillonnage au commanditaire. Les résultats transmis devront être conformes au contexte d'échange 1 défini par le SANDRE (« demande de prestations et envoi ultérieur de résultats ») et respecter le **code de la demande**, les **codes d'échantillonnage**, les **fractions analysées** et **unités** par paramètre **spécifiés et imposés dans la demande**.

Le titulaire devra réaliser l'ensemble des opérations, avec du personnel qualifié, compétent.

Le titulaire devra s'appuyer sur les normes et / ou les guides en vigueur.

Le titulaire devra disposer de procédures écrites décrivant l'ensemble des activités présentées dans ce document et prendre connaissance des exigences en matière de démarche qualité (§ 3 : Démarche Qualité et Traçabilité).

Le titulaire devra respecter les réglementations en vigueur en matière d'hygiène et de sécurité (§ 11 : Hygiène et sécurité)

Afin de garantir la qualité des mesures, une réunion de concertation entre prestataire(s) des opérations d'échantillonnage et laboratoire d'analyses sera organisée par le commanditaire avant le démarrage des opérations d'échantillonnage. Les parties prenantes définiront à cette occasion les jalons nécessaires au bon suivi des prestations.

1 Prescriptions pour l'échantillonnage en plan d'eau

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

- assurer la représentativité et l'intégrité des échantillons réalisés depuis l'échantillonnage du milieu jusqu'au(x) laboratoire(s) d'analyses ;
- éviter la contamination du milieu lors de l'échantillonnage (bottes souillées, espèces invasives, etc.) en s'équipant de protections individuelles propres et en utilisant du matériel nettoyé (§ 4.6 : Matériel d'échantillonnage).

Le titulaire veillera également à assurer une bonne coordination entre les opérations d'échantillonnage et les analyses de laboratoire. Cette coordination est particulièrement importante pour les étapes suivantes : respect des délais échantillonnage-analyse, respect des consignes relatives au flaconnage, conditionnement, conservation, transport, ...

Le prestataire d'échantillonnage devra s'appuyer sur les normes ou les guides en vigueur pour les opérations d'échantillonnage, ce qui implique à ce jour le respect de :

- la norme NF EN ISO 5667-3 « Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 3 : Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau » (*juin 2004*),

- la norme NF EN ISO 5667-15 « Qualité de l'eau – Échantillonnage - Partie 15 : Lignes directrices pour la conservation et le traitement des échantillons de boues et de sédiments » (octobre 2009),
- le protocole standardisé d'échantillonnage, de conservation, d'observation et de dénombrement du phytoplancton en plan d'eau pour la mise en œuvre de la DCE – INRA / CEMAGREF (septembre 2009)¹.

2 Personnel

Le titulaire s'engage à remplir sa mission à l'aide d'un personnel qualifié, tant en ce qui concerne l'échantillonnage lui-même que les mesures sur site. Les prescriptions techniques devront être lues et signées par chaque personnel participant aux opérations d'échantillonnage.

Le titulaire fournira au commanditaire :

- **à la remise de son offre** : le nombre d'unités d'œuvre consacrées au marché ainsi que les éléments attestant de la compétence des opérateurs.
- **avant chaque campagne de mesure** : la liste détaillée du personnel impliqué dans la campagne et les éléments attestant de la compétence de ce personnel.

Pour des raisons de sécurité et de qualité des opérations, il est imposé au titulaire que chaque opération de terrain soit assurée par une équipe composée *a minima* de 2 personnes.

3 Démarche Qualité et traçabilité

Le titulaire précisera dans son offre les éléments de démarche qualité spécifiques aux opérations d'échantillonnage.

Le prestataire devra établir et disposer de procédures écrites détaillant l'organisation d'une campagne d'échantillonnage, le suivi métrologique des appareillages de terrain, les méthodes d'échantillonnage, les moyens mis en œuvre pour s'assurer de l'absence de contamination du matériel utilisé, le conditionnement et l'acheminement des échantillons jusqu'au laboratoire d'analyses. Toutes les procédures relatives à l'échantillonnage devront être accessibles au préleveur sur le terrain.

Les principales procédures devront être jointes à l'offre.

La traçabilité documentaire des opérations d'échantillonnage devra être assurée à toutes les étapes de la préparation de la campagne jusqu'à la restitution des données. En outre, le titulaire s'engage, à faire valider par le commanditaire la « fiche de terrain » qu'il met en place pour la réalisation des échantillonnages et le recueil des mesures et observations de terrain. Cette fiche devra inclure *a minima* les éléments de traçabilité cités dans le présent cahier des charges. Un exemple de fiche est donné en annexe « Fiche terrain échantillonnage plan d'eau ».

Le titulaire rédigera un plan d'assurance qualité (PAQ). Ce document précisera notamment les moyens que l'organisme (ainsi que sous-traitants et cotraitants) mettra à disposition pour assurer la

¹ Cemagref-INRA : Protocole standardisé d'échantillonnage, de conservation, d'observation et de dénombrement du phytoplancton en plan d'eau pour la mise en œuvre de la DCE – septembre 2009, version 3.3.1, téléchargeable sur <http://hydrobio-dce.cemagref.fr>

réalisation de la prestation dans les meilleures conditions. Il listera notamment les documents de référence à respecter et proposera un synoptique des intervenants habilités (nominatif) en précisant leur rôle et responsabilité dans le processus de l'opération. Le PAQ détaillera également les réponses aux exigences des présentes prescriptions techniques qui ne seraient pas prises en compte par le système d'assurance qualité.

Le prestataire d'échantillonnage s'engagera à participer à toute intercomparaison organisée par le commanditaire dans le cadre de cette opération et/ou à un essai interlaboratoire spécifique organisé par un tiers sur un paramètre problématique.

Des contrôles pourront éventuellement être réalisés par le commanditaire ou par un organisme indépendant dûment mandaté par le commanditaire. Le prestataire en sera informé par courrier, le cas échéant. Ce contrôle portera sur la conformité des présentes prescriptions techniques et à l'offre du titulaire. Au terme de cette opération, une réunion d'échanges entre tous les acteurs permettra d'améliorer les différents dispositifs mis en place (protocoles d'échantillonnage, matériels, transport d'échantillons, transmission des données, plan d'assurance qualité PAQ, ...).

Dans le cas où le titulaire revendique, dans son offre, un système d'assurance qualité (accréditation par exemple), les résultats devront, sauf exception dûment justifiée et acceptée par le commanditaire, être remis sous couvert de ce système qualité.

4 Préparation de la campagne

4.1 Demandes de prestations

Les demandes de prestations d'échantillonnage au format EDILABO précisant les stations à prélever et les périodes prévisionnelles d'échantillonnage, ainsi que les fiches signalétiques des stations (localisation précise, propriétaire, conditions d'accès, contact éventuel, contraintes particulières, ...) seront fournies par le commanditaire au titulaire avant l'engagement des prestations.

Les opérations d'échantillonnage seront regroupées en campagnes.

Au cours de l'élaboration du planning prévisionnel, le prestataire d'échantillonnage veillera notamment à conserver une cohérence d'ensemble dans ses campagnes.

Le commanditaire fournira la liste des contacts que le titulaire devra mettre à jour en cas de modification. La liste ainsi mise à jour devra être fournie au commanditaire sur demande et en fin de contrat.

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

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

4.2 Station de mesure

L'emplacement des stations de mesure a été déterminé par le commanditaire à partir entre autres de considérations liées à l'objectif du programme de mesure. C'est pourquoi, il est impératif que les prestataires d'échantillonnage opèrent au point exact préalablement défini. Cette localisation sera notamment précisée par le commanditaire en utilisant les coordonnées XY² (Lambert 93) au travers

² Coordonnée X de la localisation de l'échantillonnage et Coordonnée Y de la localisation de l'échantillonnage - dictionnaire de donnée SANDRE Echanges LABORATOIRES-COMMANDITAIRES

de la fiche signalétique station. Les préleveurs devront donc prendre toutes les dispositions pour s'assurer :

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

Le préleveur relèvera les coordonnées de son point d'échantillonnage dans la projection Lambert 93. Il reportera ces coordonnées dans le « compte-rendu de réalisation de tournée d'échantillonnage » et dans la fiche terrain. Ces coordonnées seront fournies par le titulaire avec les résultats de mesures *in situ*. Il est impératif de renseigner cette fiche **avant** de procéder à la prise d'échantillon.

L'échantillonnage sera réalisé systématiquement sur la même station, au point défini par les coordonnées indiquées dans le marché et dans les mêmes conditions (profondeur). En cas d'impossibilité, le préleveur devra le préciser.

- **Cas d'impossibilité de prélever**

Dans le cas où un échantillonnage ne pourrait pas être effectué pour des raisons indépendantes de la volonté du prestataire d'échantillonnage (vent, ...), celui-ci contacte le commanditaire (voir PAQ) pour exposer le problème et recevoir éventuellement de nouvelles instructions pour l'échantillonnage. S'il n'y parvient pas, il note la date et l'heure de son passage, renseigne les paramètres environnementaux pertinents et les raisons de l'impossibilité de prélever dans le compte rendu de tournée d'échantillonnage.

- **Cas de la modification d'un point d'échantillonnage**

Face à une situation d'impossibilité d'échantillonner aux coordonnées indiquées (notamment en cas de vent ou de travaux rendant impossible l'accès ou l'échantillonnage dans des conditions convenables de représentativité), le préleveur devra contacter le commanditaire pour exposer le problème et recevoir de nouvelles instructions pour l'échantillonnage. S'il n'y parvient pas, il décidera de la modification la plus satisfaisante.

Toute modification, même mineure du point d'échantillonnage devra être mentionnée dans le compte-rendu de tournée d'échantillonnage. L'emplacement du nouveau point d'échantillonnage (coordonnées) et la méthode d'échantillonnage seront décrits et justifiés dans la fiche terrain échantillonnage plan d'eau. Un schéma des lieux sera alors à réaliser. Il devra permettre de localiser avec précision le site exact d'échantillonnage.

Dans tous les cas, les choix (de ne pas prélever ou de déplacer temporairement le point d'échantillonnage) devront être expliqués et justifiés dans la fiche terrain et dans le « Compte-rendu de réalisation de tournée d'échantillonnage ».

Le préleveur devra informer le commanditaire par écrit sous un délai maximum de deux jours.

Le commanditaire informera par écrit le préleveur des suites données (nouvel essai planifié, ...) et en cas de besoin en informera le prestataire d'analyses (nouveaux flacons...).

4.3 Organisation des campagnes

Le titulaire est en charge de l'organisation des tournées et des campagnes d'échantillonnage en concertation et en accord avec le commanditaire. Il veillera notamment à conserver une cohérence d'ensemble dans ses campagnes (notamment localisation, etc). Il se chargera des **contacts**

nécessaires avec le propriétaire du point de suivi pour l'accès au lieu d'échantillonnage lors de chaque campagne.

Le titulaire mettra à disposition du commanditaire, au travers d'un agenda partagé sur internet ou bien sous forme d'un tableur, un planning prévisionnel détaillé du programme d'échantillonnage (semaine de la tournée, localisation des stations, nombre de points d'échantillonnage/jour/hebdomadaire, type de matrice à prélever, temps de trajet entre les points d'échantillonnage/jour) conforme aux demandes EDILABO du commanditaire. Il devra être validé avec le commanditaire.

Sauf raison majeure, ce planning prévisionnel devra être respecté afin de conserver une même fréquence d'échantillonnage sur toute la période considérée.

Les campagnes seront établies suivant les demandes au format EDILABO du commanditaire et organisées par masse d'eau.

Il s'engagera à prélever exclusivement aux endroits indiqués, entre le lever et le coucher du soleil.

Le titulaire veillera également en accord avec le commanditaire à définir un ordre de passage au cours de la campagne en fonction de la nature des eaux en allant de sites peu impactés vers des sites plus impactés, ceci afin de limiter les risques de contamination du matériel d'échantillonnage.

Les préleveurs, sur le terrain, devront disposer de moyen de communication leur permettant de joindre le commanditaire en cas de problème lors d'un échantillonnage.

4.4 Flaconnage

Les éléments de dialogue et de définition des responsabilités réciproques entre le prestataire des opérations d'échantillonnage et le laboratoire d'analyses devront être clairement définis dans l'offre.

Les flacons, les réactifs, le matériel nécessaires au conditionnement et les systèmes de filtration sur site (seringues, filtres, autres) devront être mis à la disposition des préleveurs par le laboratoire d'analyses *a minima* 3 semaines avant la date d'échantillonnage.

Le laboratoire d'analyses devra privilégier des flacons à large ouverture et avoir vérifié l'absence de polluant dans le contenant mis en œuvre par un blanc de flaconnage (par exemple selon NF X06-021 : Application à la statistique – Principes du contrôle statistique du lot – *octobre 1991*). Les flacons envoyés devront être clairement identifiés (§ 4.5 :Etiquetage des flacons).

Des consignes spécifiques au maniement, au remplissage, au conditionnement, au transport et à l'identification des flacons devront également être fournies par le laboratoire d'analyses afin de faciliter l'utilisation des flacons. Les flacons contenant un agent de conservation devront être clairement identifiés (cette pratique n'est pas recommandée pour les métaux et le mercure).

Le prestataire d'échantillonnage devra s'assurer, à réception des flacons, de leur conformité en nombre, en type, de leur intégrité (propreté visuelle, fêlures, etc.), de leur identification (§ 4.5 : Etiquetage des flacons). Pour cela, il établira une fiche de réception qu'il transmettra au laboratoire d'analyses. Cette fiche de réception devra être renseignée en particulier avec les points listés ci-dessus. En cas de défaut, le prestataire d'échantillonnage avertira rapidement le laboratoire d'analyses et éventuellement le commanditaire. Il précisera la nature des anomalies constatées par le biais de la fiche de réception afin que celui-ci envoie le complément dans les meilleurs délais.

Le laboratoire est responsable des consignes de conditionnement des échantillons sur site et notamment des éventuelles consignes de rinçage des flacons.

4.5 Etiquetage des flacons

L'étiquetage sera réalisé par le laboratoire d'analyses à l'aide d'une étiquette stable et ineffaçable sur laquelle sont portées les données écrites permettant d'identifier facilement le contenant ainsi que les analyses à réaliser.

Les informations devant figurer sur chaque flacon fourni au prestataire d'échantillonnage sont au minimum les suivantes :

- Identification de la station et du site
- Nom de l'organisme préleveur
- Support
- Paramètres ou familles des paramètres
- Le cas échéant, présence et nature de l'agent de conservation

L'ensemble des informations identifiant l'échantillon, devra être identique à celui porté dans le fichier comportant les résultats des analyses saisis par le laboratoire d'analyses.

Pour les informations complémentaires à renseigner sur le terrain, en particulier **date et heure d'échantillonnage**, **profondeur d'échantillonnage**, les feutres et les marqueurs contenant des solvants sont à proscrire afin d'éviter une contamination de l'échantillon.

4.6 Matériel d'échantillonnage

Le préleveur devra disposer du matériel lui permettant de réaliser les prestations en toute circonstance.

Le choix de l'outil d'échantillonnage dépend de plusieurs contraintes : protocole d'échantillonnage prévu, accessibilité du site, familles de paramètres, et devra être choisi comme décrit en § 6.1 : Echantillonnage d'eau.

Le matériel d'échantillonnage utilisé devra garantir l'absence d'interférence physico-chimique avec les paramètres à mesurer. La nature des matériaux du matériel d'échantillonnage sera notamment choisie en fonction de sa compatibilité avec les paramètres recherchés.

Avant chaque tournée, le matériel d'échantillonnage devra être préparé et conditionné selon le protocole de nettoyage défini.

Afin d'éviter la contamination d'un échantillon par les éventuels polluants d'un échantillonnage antérieur (contamination croisée), le matériel d'échantillonnage devra être rincé entre deux stations de mesure avec l'eau de la station. Ce nettoyage sera décrit dans l'offre. Il concerne tous les éléments ayant pu être en contact avec l'eau prélevée comme les outils d'échantillonnage des échantillons à analyser (y compris flacons intermédiaires). Il peut être réalisé par tout procédé pertinent dont l'efficacité aura été préalablement démontrée et présentée au commanditaire.

Un blanc de matériel d'échantillonnage pour les eaux est fortement conseillé (fréquence et type de substances à déterminer par le prestataire). Il pourra être réalisé sur le terrain ou au laboratoire avec de l'eau exempte de contaminants selon le document Méthodologie « Blanc de filtration – Blanc de matériel d'échantillonnage ».

Dans le cas où un blanc de matériel d'échantillonnage n'est pas réalisé systématiquement, le commanditaire, suite à une suspicion de contamination pour un ou plusieurs paramètres, pourra imposer au titulaire de réaliser un blanc de matériel d'échantillonnage sur ces paramètres lors de la campagne suivante.

Pour les métaux et la chlorophylle *a*, si la filtration est réalisée sur site, un blanc de filtre devra également être réalisé. Une méthodologie est proposée dans le document « Méthodologie blanc de filtration – blanc de matériel d'échantillonnage ». Il est exigé de réaliser régulièrement des blancs de filtration pour les métaux lors des opérations d'échantillonnage (si filtration réalisée sur site). La fréquence sera définie dans l'offre du prestataire.

Il est fortement recommandé durant l'ensemble des opérations d'échantillonnage de limiter les matériels intermédiaires afin de diminuer les contaminations.

4.6.1 Matériaux destinés à l'échantillonnage d'eau

Les matériaux sont choisis en fonction des paramètres à mesurer.

L'emploi de matériaux plastiques pigmentés (plastique coloré, bouchon coloré sans capsule) et /ou en PVC (polychlorure de vinyle) est interdit. Ce type de matériel est reconnu comme pouvant relarguer des métaux (zinc, cadmium etc.) et des composés organiques.

L'emploi de matériaux plastiques de type polyéthylène téréphtalate (PET) est également interdit, ce type de plastique est reconnu comme pouvant relarguer des phtalates.

Le prestataire d'échantillonnage doit sélectionner le matériel d'échantillonnage en respectant les consignes ci-dessus et la norme NF EN ISO 5667-3.

Il est fortement recommandé durant l'ensemble des opérations d'échantillonnage de limiter l'utilisation de matériels intermédiaires afin de diminuer les contaminations.

Les matériaux recommandés pour le système d'échantillonnage (bouteille intégratrice, systèmes d'échantillonnage en profondeur avec messenger) sont présentés dans le Tableau 1.

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

Tableau 1 : Caractéristiques du matériel d'échantillonnage en fonction des paramètres

Paramètres	Matériel d'échantillonnage Organe en contact avec le milieu (intermédiaire)
Micropolluants organiques <i>(hormis DEHP, glyphosate et AMPA)</i>	Système en inox ou en verre. Rinçage obligatoire à 3 reprises du matériel d'échantillonnage avec l'eau du lieu d'échantillonnage
DEHP³	Système en inox ou en verre. Rinçage obligatoire à 5 reprises du matériel d'échantillonnage avec l'eau du lieu d'échantillonnage
Glyphosate / AMPA	Système en inox ou matériaux plastiques (PP, PE) Rinçage obligatoire à 3 reprises du matériel d'échantillonnage avec l'eau du lieu d'échantillonnage
Métaux <i>(hormis mercure)</i>	Matériaux plastiques (PEBD, PEHD, PP) ou téflon (PTFE, FEP, PFA) Rinçage obligatoire à 3 reprises du matériel d'échantillonnage avec l'eau du lieu d'échantillonnage
Mercure	Verre borosilicaté ou téflon (PTFE, FEP, PFA) Rinçage obligatoire à 3 reprises du matériel d'échantillonnage avec l'eau du lieu d'échantillonnage

Légende :

³ Fiche DEHP_version_site_3_04_09.xls accessible sous <http://www.aquaref.fr/di-2-ethylhexyl-phtalate-dehp>

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

4.6.2 Flaconnage destiné à l'échantillonnage d'eau

Le choix des contenants mis en œuvre sont de la responsabilité du laboratoire en charge des analyses. Ces flaconnages devront respecter les méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux paramètres à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3⁴. Les biais constatés lors de l'essai sur site « Essai national sur site du 26 juin 2007⁵ » repris dans la note DRC-08-95687-09117B⁶ ont conduit aux exigences suivantes (Tableau 2) :

Tableau 2 : Exigences en terme de flaconnage pour la matrice eau

Paramètres	Type de flacon	Type de bouchon
Micropolluants organiques (hormis glyphosate, AMPA)	Flacons en verre brun pour les substances photosensibles, Flacons en verre pour les substances non photosensibles Dans tous les cas : Flacons non pelliculés	Bouchons inertes (capsule téflon)
Glyphosate, AMPA	Flacons en plastique (PEBD, PEHD, PP)	Bouchons inertes (PEBD, PEHD, PP)
Métaux (hormis le mercure)	Flacons en plastique (PEBD, PEHD, PP) ou téflon (FEP, PFA)	Bouchons non pigmentés ^x inertes
Mercure	Flacons à col droit en verre borosilicaté, en quartz, ou téflon (FEP, PFA)	Bouchons non pigmentés ^x inertes

Légende :

* : non colorés, afin d'éviter le relarguage de composés

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

⁴ La norme NF EN ISO 5667-3 : 2004 est un guide de Bonne Pratique. Quand des différences existent entre la norme NF EN ISO 5667-3 et la norme analytique spécifique à la substance, les prescriptions de la norme analytique qui prévalent toujours.

⁵ Impact des opérations de échantillonnages sur la variabilité des résultats d'analyse – Essai national sur site du 26 juin 2007 : DRC-07-86076-16167B

⁶ Comparabilité des pratiques d'échantillonnages Exercice d'intercomparaison sur les opérations d'échantillonnages ponctuels DRC-08-95687-09117B accessible sur le site <http://www.aquaref.fr/>

4.6.3 Matériaux destinés à l'échantillonnage de sédiments

Se référer au module « Opérations d'échantillonnage et de prétraitement des sédiments en milieu continental »

4.6.4 Flaconnage destiné à l'échantillonnage de sédiment

Se référer au module « Opérations d'échantillonnage et de prétraitement des sédiments en milieu continental »

5 Mesures physico-chimiques et hydrologiques de terrain

5.1 Mesures à réaliser

Les mesures *in situ* seront à réaliser au niveau de la colonne d'eau correspondant au secteur de plus grande profondeur du plan d'eau et au moment de l'échantillonnage. Les paramètres *in situ* à mesurer obligatoirement dans le plan d'eau seront présentés dans le Tableau 3 :

Tableau 3 : Paramètres *in situ* à mesurer dans un plan d'eau

Paramètres	Code Sandre Paramètre	Unité	Code Sandre Unité
Température de l'eau	1301	°C	27
Concentration en O ₂ dissous	1311	Mg(O ₂)/L	175
Taux saturation en O ₂ dissous	1312	%	243
Conductivité à 25°C	1303	µS/cm	147
pH	1302	Unité pH	264
Température de l'air	1409	°C	27
Transparence au disque de Secchi	1332	cm	13
Profondeur			

Les résultats des paramètres *in situ* devront être déterminés pour chaque opération d'échantillonnage et consignés sur la fiche terrain. Il est impératif de renseigner cette fiche **avant** de procéder à la prise d'échantillon.

Les mesures *in situ*, ainsi que les paramètres environnementaux seront rendus au commanditaire au format EDILABO.

Les paramètres température de l'air, transparence au disque de Secchi et profondeur de la colonne d'eau seront systématiquement mesurés sur site lors de chaque échantillonnage, ainsi que l'ensemble des paramètres physico chimiques température, oxygène dissous, pH, conductivité.

La transparence sera évaluée au moyen du disque de Secchi (EN ISO 7027⁷) ; elle permettra de calculer la profondeur de l'échantillonnage intégré.

Les profils verticaux du pH, de la température, de la conductivité et de l'oxygène dissous (mg/L et %) sont à réaliser *a minima* tous les mètres de la surface jusqu'à un mètre au-dessus du fond. Pour des plans d'eau très peu profonds (inférieur à 5 m), les profils verticaux seront à réaliser tous les 50 cm de la colonne d'eau. Le profil de la température permettra d'identifier la présence d'une thermocline.

L'emploi d'une sonde multi-paramètres est obligatoire pour réaliser les profils verticaux (à l'exception du point le plus proche du fond pour lequel l'échantillonnage pour les mesures *in situ* peut être fait directement dans une bouteille d'échantillonnage).

Si la profondeur du plan d'eau est telle que la sonde multi-paramètres ne permet pas de couvrir toute la verticale, des mesures ponctuelles sont effectuées sur des échantillonnages d'eau réalisés à différentes profondeurs intermédiaires. Le nombre de points de mesure doit être suffisant pour obtenir une bonne représentativité des variations des paramètres sur un profil vertical.

Un profil vertical de la chlorophylle *a* mesuré *in situ* à l'aide d'un capteur optique spécifique pourra être demandé par les commanditaires.

Ponctuellement, il peut être demandé au préleveur de renseigner des éléments complémentaires de description, comme :

- Le type d'occupation des sols en utilisant la typologie suivante : prairie, terre cultivées, espace urbain, espace naturel
- Un schéma localisant précisément le site d'échantillonnage pour chaque matrice (eau, sédiment, biote) et des photographies (amont, aval, point d'accès). Ce schéma devra permettre de localiser avec précision le site exact d'échantillonnage. Ces documents sont à fournir au commanditaire.

5.2 Appareillage

Le titulaire devra disposer de procédures de vérification et d'étalonnage pour l'ensemble des appareillages de terrain. Ces procédures devront être accessibles aux préleveurs sur le terrain.

Les instruments de mesure pour les contrôles *in situ* devront être raccordés aux étalons nationaux :

- Température de l'eau : le raccordement aux étalons nationaux devra être assuré par la détention d'un thermomètre ou sonde étalonnée par un organisme accrédité « COFRAC étalonnage », et l'existence d'une procédure de raccordement des instruments de mesure de la température à cet étalon.
- pH et conductivité : le raccordement devra être démontré :
 - par l'existence d'une procédure de traçabilité du mesurage des instruments de mesure du pH et de la conductivité aux solutions étalon raccordées et,

⁷ NF EN ISO 7027 – 2000 - Qualité de l'eau - Détermination de la turbidité § 5.2.

- par la mise à disposition de solutions étalons pH et conductivité comportant un certificat d'étalonnage (solutions étalons en sachet à usage unique) aux préleveurs sur le terrain

Les instruments de mesure devront être étalonnés *a minima* une fois par semaine et vérifiés *a minima* en début et en fin de journée d'échantillonnage. L'ensemble de ces contrôles devra être enregistré. Ces vérifications permettront de maîtriser une dérive éventuelle des appareils au cours du temps.

Le préleveur devra prévoir des sondes de rechange en nombre suffisant en cas d'incident de fonctionnement ou de casse. Elles devront être conditionnées et étalonnées avant utilisation.

Les résultats de ces opérations (contrôle métrologique des appareils de terrain, gestion des solutions d'étalonnage) devront être enregistrés, conservés et tenus à disposition du commanditaire.

5.3 Autres mesures

5.3.1 Bathymétrie

En absence de bathymétrie, le commanditaire pourra demander au titulaire de procéder à un relevé bathymétrique et de cartographier les isobathes pour l'ensemble des plans d'eau lors de la première campagne. La précision du positionnement, la précision de relevé des hauteurs d'eau et la densité de points devront être précisées dans l'offre. Le positionnement devra être réalisé par GPS. Il s'agit de faire des relevés de profondeur avec un échosondeur mono ou bi-fréquence. Le matériel devra en tout état de cause être adapté à la conformation des lieux et à la nature du terrain. Il sera admis des mesures à la perche pour les zones de faible profondeur.

Le compte rendu détaillé des opérations, les résultats de bathymétrie et leur analyse, le résultat du calcul des volumes et surfaces et leur analyse, la carte avec les isobathes ayant localisation précise du point de plus grande profondeur devront être fournis pour chaque plan d'eau au commanditaire.

5.3.2 Hydromorphologie

Le cas échéant et sur demande du commanditaire, le titulaire recueille *a minima* pour la première campagne :

- Les éléments descriptifs du régime hydrologique : temps de séjour, connexion avec les eaux souterraines, mesures de débits moyens entrant et sortant,
- Des caractéristiques hydromorphologiques (régime hydrologique, volume, marnage, linéaires de rives artificialisées, taille du bassin versant, forme de la cuvette, géologie,...) en s'appuyant sur le protocole d'acquisition de données «Lake Habitat Survey » qui constitue un projet de norme PR NF EN 16039⁸. Le titulaire devra appliquer le protocole décrit sur le site du Snifer (<http://www.sniffer.org.uk/>) et remplir les fiches proposées dans le document.

Cette méthode consiste à rassembler un certain nombre de descripteurs :

- Les descripteurs généraux, caractéristiques de la morphologie générale du plan d'eau (profondeur, surface, périmètre, volume,...) pour certains disponibles dans la base de données des agences de l'eau ;

⁸ PR NF EN 16039 : Qualité de l'eau - Guide pour l'évaluation des caractéristiques hydromorphologiques des lacs

- Les descripteurs physiques, caractérisés lors de la visite de terrain : ils portent sur la zone riveraine et sur la zone rivulaire.

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

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

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

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

6 Opérations d'échantillonnage d'eau

Pour des raisons de sécurité, il est recommandé que :

- les préleveurs doivent être équipés d'Equipement de Protection Individuelle (EPI) comme des gants « nitrile ». Les risques de contamination des échantillons seront également réduits.
- chaque opération de terrain doit être assurée par une équipe composée *a minima* de 2 personnes. Cette disposition permettra également d'assurer une bonne qualité des opérations et d'optimiser la répartition des tâches.

6.1 Echantillonnage d'eau

L'échantillonnage devra être réalisé au point de plus grande profondeur et pour les retenues artificielles, en dehors de la zone d'influence du barrage (souvent matérialisée par une ligne de bouée). La carte bathymétrique précise du plan d'eau permettra le repérage de la zone la plus profonde.

La technique est à adapter aux conditions du site (accès, profondeur...).

Pour les paramètres chimiques, à chaque campagne, deux échantillonnages sur une verticale devront être réalisés :

- Un échantillonnage intégré sur une tranche d'eau dont la hauteur est égale à 2,5 fois la profondeur de disparition du disque de Secchi. Si cette hauteur est supérieure à la profondeur du plan d'eau, l'échantillonnage intégré sera réalisé de la surface jusqu'à 1 mètre au dessus du fond.
- Un échantillonnage effectué à 1 mètre du fond.

Pour les paramètres chlorophylle a et phéopigments, à chaque campagne, un échantillonnage sur la verticale devra être réalisé :

- Un échantillonnage intégré sur une tranche d'eau dont la hauteur est égale à 2,5 fois la profondeur de disparition du disque de Secchi.

6.2 Conditionnement des échantillons d'eau

Cette étape ne concerne que les échantillons issus d'un échantillonnage à l'aide d'un matériel intermédiaire.

Le conditionnement de l'échantillon devra être réalisé sur le bateau. Le moteur du bateau devra être arrêté et la zone de travail protégée (loin des sources de contamination : essence, graisse etc.). Le port de gants « nitriles » est fortement recommandé pour les opérations de constitution des échantillons.

Le remplissage du flaconnage fourni par le laboratoire d'analyses se fera si possible sans matériel intermédiaire. Le flaconnage devra être rempli avec précaution en évitant le barbotage et l'emprisonnement d'air à la fermeture.

Les échantillons seront placés dans les flacons fournis par le laboratoire d'analyses, clairement identifiés.

Un ordre de remplissage des flacons sera à respecter :

1. Remplissage des flacons destinés à la mesure des paramètres volatils – paramètres sensibles au dégazage et devant être analysés sous 24 heures ;
2. Remplissage des flacons pour lesquels une filtration sur le terrain est réalisée (métaux et chlorophylle a) ;
3. Remplissage des autres flacons dans un ordre aléatoire

Cas des composés volatils : Des précautions particulières sont à mettre en œuvre afin d'éviter la perte par dégazage. L'homogénéisation du volume prélevé est à proscrire. Remplir lentement le flacon en évitant toute perturbation. Dans tous les cas, respecter les consignes fournies par le laboratoire d'analyse.

Cas des métaux⁹

En cas d'analyse des métaux dissous, la filtration à 0,45 µm est obligatoire avant l'analyse de ces paramètres. Elle devra être réalisée de préférence sur site si le personnel a suivi une formation adéquate ou à défaut, au laboratoire d'analyses le lendemain de l'échantillonnage. Dans ce cas, le flacon devra être rempli à ras bord dès l'échantillonnage et jusqu'à la filtration.

Dans tous les cas, l'opération de filtration et de conditionnement devra être maîtrisée et ne pas apporter de contamination. Des contrôles qualité sont demandés afin de montrer l'absence de contamination liée à cette étape. Notamment en cas de filtration sur le terrain, la réalisation d'un « blanc de filtration » est exigée.

Une méthodologie est proposée dans le document « Méthodologie Blanc de filtration – Blanc de matériel d'échantillonnage ».

Si la filtration est réalisée sur le terrain, le filtrat obtenu devra être stabilisé à l'acide de qualité adaptée à la limite de quantification (LQ) visée. Une fois acidifié, le transport de l'échantillon peut être réalisé à température ambiante.

La qualité de l'acide sera définie par le laboratoire d'analyses afin de sélectionner l'acide répondant aux exigences de la LQ visée.

⁹ Les travaux prévus par AQUAREF en 2010 permettront de statuer en 2011 sur l'endroit où devra être réalisée la filtration (sur site ou au laboratoire).

Si la filtration n'est pas réalisée sur site, l'échantillon sera transporté en glacière à $5 \pm 3^\circ\text{C}$ et filtré dès réception au laboratoire, au plus tard le lendemain de l'échantillonnage.

L'heure d'échantillonnage sera l'heure de mesure des paramètres physico chimiques de terrain.

NB : Les prescriptions peuvent être différentes pour les métaux et le mercure (par exemple pour le flaconnage § 4.6.2).

Cas de la chlorophylle a :

La filtration est obligatoire avant l'analyse de la chlorophylle a. Elle devra être réalisée de préférence sur site si le personnel a suivi une formation adéquate ou à défaut, au laboratoire d'analyses quelques heures après l'échantillonnage.

L'échantillon devra être filtré, sur un filtre en fibre de verre ou en acétate de cellulose de $0,7 \mu\text{m}$ de porosité (type GF/F de Whatman)¹⁰.

Il ne faut en aucun cas toucher les filtres en fibres de verre avec les doigts mais utiliser des pinces pour les manipuler (risque de détérioration par l'acidité des mains).

Cas des phtalates :

Les phtalates sont des composés particulièrement difficiles à analyser en raison des multiples sources de contamination liées à l'utilisation des matériaux en plastique de façon générale. Le préleveur veillera donc à limiter au maximum tout contact de l'échantillon avec des matériaux ou matériel pouvant contaminer l'échantillon. Le port de gants en plastique de type latex n'est donc pas recommandé pour l'échantillonnage de ces composés (préférer l'utilisation de gants nitriles).

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

Une discussion spécifique entre préleveur et le laboratoire d'analyse est demandée dès que cette famille de paramètres doit être échantillonnée. Les éléments de discussion devront être communiqués au commanditaire sur demande par le laboratoire d'analyse.

7 Opérations d'échantillonnage de sédiment

7.1 Echantillonnage de sédiments

Se référer au module « Opérations d'échantillonnage et de prétraitement des sédiments en milieu continental »

7.2 Constitution de l'échantillon de sédiment

Se référer au module « Opérations d'échantillonnage et de prétraitement des sédiments en milieu continental ».

¹⁰ Cemagref-INRA : Protocole standardisé d'échantillonnage, de conservation, d'observation et de dénombrement du phytoplancton en plan d'eau pour la mise en œuvre de la DCE – septembre 2009, version 3.3.1 et NF T 90-117 : 1999 - Qualité de l'eau - Dosage de la chlorophylle a et d'un indice phéopigments - Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire – décembre 1999

8 Traçabilité documentaire des opérations d'échantillonnage

L'ensemble des opérations de terrain sera consigné sur la fiche terrain échantillonnage plan d'eau¹¹. Un exemple de fiche d'échantillonnage pouvant être utilisé est présenté en annexe 1. D'autres informations demandées devront être intégrées dans la fiche terrain (limpidité, odeur, couleur, présence d'irisation, présence de mousses de détergents, présence de produits ligneux ou herbacés, présence de boues organiques etc.). L'ensemble des fiches d'échantillonnage sera remis au commanditaire à la fin de chaque campagne d'échantillonnage.

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

- Code national identifiant de la station (8 caractères) ;
- Code national du plan d'eau ;
- Nom du plan d'eau ;
- Nom du préleveur ;
- Date et heure d'échantillonnage ;
- Support ;
- Matériel d'échantillonnage (type, nature) ;
- Protocole d'échantillonnage ;
- Conditions météorologiques ;
- Mesures environnementales spécifiques (pH, conductivité, O₂ dissous, transparence au disque de Secchi, profondeur, température,...)
- Toute observation et commentaire utile pour interpréter les futurs résultats d'analyse (source de contamination observée lors de l'échantillonnage, les raisons de changement de lieu, ou de non réalisation).

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

9 Conservation et transport de l'échantillon

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

Les consignes liées au flaconnage (nature, volume, remplissage, maniement), à l'étiquetage, au conditionnement (réactifs, consignes particulières de rinçage des flacons notamment, ...), aux conditions de transport **sont de la responsabilité du laboratoire en charge des analyses et seront fournis aux préleveurs au minimum 3 semaines avant le début de la campagne de échantillonnage.**

Le laboratoire est notamment responsable des consignes de rinçage ou de non rinçage des flacons utilisés pour le conditionnement des échantillons. Uniquement en cas d'absence de consigne du laboratoire, il est demandé de rincer 3 fois les flacons avec l'eau du lieu d'échantillonnage.

¹¹ Une trame spécifique fiche terrain échantillonnage plan d'eau sera élaborée en 2011 à partir des retours d'expériences de l'essai d'intercomparaison plan d'eau

Ces consignes devront être validées par le commanditaire avant le démarrage de la campagne, et à chaque fois que des modifications y seront introduites.

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

L'enceinte devra avoir été réfrigérée à $5\pm 3^{\circ}\text{C}$ préalablement à l'introduction des échantillons et être équipée du matériel nécessaire pour maintenir la température de l'enceinte frigorifique à $5\pm 3^{\circ}\text{C}$. La température interne de l'enceinte devra être contrôlée pendant toute la durée du transport. Plusieurs moyens peuvent être mis en œuvre : pastilles, thermomètre enregistreur.... La méthodologie retenue pour satisfaire cette exigence et sa performance devra être présentée dans l'offre. La température de l'enceinte sera contrôlée et enregistrée à l'arrivée au laboratoire et pourra être restituée sur demande au commanditaire.

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

La prise en charge des échantillons par le laboratoire d'analyse, incluant les premières étapes analytiques (filtration, stabilisation, extraction,...) doit intervenir au plus tard le lendemain de l'opération d'échantillonnage. Une tolérance d'un jour supplémentaire pourra toutefois être acceptée dans des circonstances exceptionnelles si l'analyse de paramètres particulièrement sensibles (exemple composés organiques volatils) n'est pas demandée. Cette exigence impliquant fortement à la fois les préleveurs et le laboratoire, une concertation forte entre les deux parties devra être mise en place afin de respecter ce délai.

Pour les DOM, des prescriptions particulières concernant le transport et l'acheminement des échantillons sont présentées dans le document référencé « Module spécifique DOM - Transport et Acheminement des échantillons en provenance des DOM ».

10 Comptes rendus des campagnes d'échantillonnage

Un compte-rendu de réalisation de tournée d'échantillonnage devra être faxé au commanditaire à l'issue de chaque tournée. Ce compte rendu devra être tenu à la disposition du commanditaire ou de tout organisme dûment mandaté par lui à tout moment et sur simple demande. Les originaux des comptes rendus de réalisation de tournée d'échantillonnage sont envoyés au commanditaire à l'issue de chaque période d'échantillonnage.

A l'issue de chaque campagne, le titulaire du marché remettra au commanditaire un tableau faisant apparaître de façon synthétique l'ensemble des échantillonnages de la campagne, avec pour chacun d'entre eux :

- le code et le nom du plan d'eau ;
- le code de l'échantillonnage ;
- la date et l'heure de l'échantillonnage ;
- la date et l'heure de réception des échantillons ;
- si l'échantillonnage a été effectué ou non ;
- le protocole d'échantillonnage ;
- la raison pour laquelle l'échantillonnage n'a pas été effectué ;
- des commentaires généraux (notamment les remarques que le titulaire du marché aura à formuler sur les fiches stations) ;
- les conditions de transport et de réception au laboratoire.

Le titulaire s'engage à faire valider par le commanditaire le modèle de tableau qu'il envisage de lui remettre.

Les résultats des mesures *in situ*, ainsi que les paramètres relatifs aux opérations d'échantillonnage seront rendus au commanditaire au format EDILABO.

Les fiches de terrain présentant de façon détaillée les conditions de l'échantillonnage sont tenues à disposition du commanditaire.

En outre, le titulaire devra compléter et mettre à jour les fiches signalétiques fournies lorsque nécessaire, à la suite de ses passages sur le terrain. Le cas échéant, il joindra un schéma d'accès au point de suivi. Afin de garantir la pérennité du lieu de l'échantillonnage et assurer la représentativité des résultats, le préleveur devra également réaliser des photos du point de suivi dans son environnement ainsi que du lieu exact de l'échantillonnage d'eau, dans le cas où celles-ci seraient absentes des fiches fournies par le commanditaire, ou encore seraient différentes de celles existantes.

Les corrections à apporter aux fiches stations devront être remontées à l'issue de chaque campagne au commanditaire.

11 Restitution

Le rendu des résultats, en particulier les date et heure de l'échantillonnage, devra être cohérent avec les identifiants fonctionnels du code d'échantillonnage attribué par le commanditaire : station, support d'échantillonnage, date début et délai de la période prévisionnelle de l'échantillonnage.

Lorsque le préleveur réel est différent de celui spécifié dans la demande, ce préleveur réel devra être précisé lors de la restitution au format EDILABO dans la balise spécifique <Prelevement/Preleveur> du fichier de résultats.

Outre les informations obligatoires définies par le SANDRE, les informations suivantes, respectant les codifications du SANDRE, devront être transmises dans le fichier EDILABO de résultats :

- La date et l'heure de l'échantillonnage, arrondie à la 10aine de minutes ;
- les mesures environnementales spécifiques du milieu concerné ;
- les commentaires liés à l'échantillonnage (difficultés observées au cours de l'échantillonnage pouvant induire un biais dans le résultat, les raisons de changement de lieu, ou de non réalisation) ;
- la date et heure de l'éventuelle filtration de l'échantillon (cas des métaux et métalloïdes, chlorophylle a - commémoratif 12) ;
- l'accréditation ou pas pour les opérations d'échantillonnage (matrice-méthode).

12 Hygiène et sécurité

Face à la diversité des milieux étudiés, chaque responsable d'activité (préparation de la campagne, échantillonnage, analyses) devra s'assurer que le personnel chargé de la réalisation de ces tâches est sensibilisé aux précautions nécessaires à prendre pour effectuer ces travaux afin de ne pas mettre en danger sa propre sécurité, sa santé ainsi que celles d'autrui.

En amont de toute intervention ou manipulation, le titulaire devra s'informer de la réglementation en vigueur en matière d'hygiène et de sécurité et s'y conformer.

Une attention particulière devra être apportée sur les risques liés à la transmission de maladies (tétanos, poliomyélite et leptospirose). L'organisme de médecine du travail auquel le titulaire est rattaché devra être consulté.

Lors des campagnes d'échantillonnage, il sera indispensable :

- d'avertir son entourage du circuit qui va être effectué dans la journée, avec les horaires approchés des différentes stations étudiées ;
- de sécuriser, le cas échéant, la zone d'échantillonnage en mettant en place des panneaux de signalisation ;
- de prévenir, notamment si la station de mesure se situe sur une propriété privée, le propriétaire ou le gestionnaire du site suffisamment longtemps avant l'intervention et d'établir si besoin un plan de prévention en conformité avec le décret 92-158 en matière d'hygiène et de sécurité au travail afin de garantir le bon déroulement des opérations (accessibilité, conditions de sécurité, etc.)
- d'informer le propriétaire ou gestionnaire du site ainsi que les autorités compétentes en matière de police de l'eau, en cas de pollution involontaire : les chutes d'objets ou les déversements de produits, les communications entre les différents points d'échantillonnage dans le cas de contamination de l'un d'entre eux.

Pour une bonne réalisation de ces mesures de sécurité, il est imposé au titulaire que chaque opération de terrain soit assurée par une équipe composée *a minima* de 2 personnes.

Le personnel devra disposer des Equipements de Protection Individuels adéquats (EPI : gants, lunettes, combinaisons, bottes, masques, casques, gilet, harnais etc....) et devra s'en équiper avant toute intervention et manipulation afin de prévenir les risques d'exposition à des matières toxiques ou pathogènes (ingestion, inhalation, contact avec la peau).

Le personnel devra faire usage de produits et savons bactéricides après chaque intervention et manipulation.

13 Liste des annexes

ANNEXE	Libellé
1	Fiche terrain échantillonnage plan d'eau ¹²

14 Autres documents

Les documents ci-dessous sont à prendre en considération.

TYPE	Libellé
Document	Méthodologie : Blanc de filtration – Blanc de matériel d'échantillonnage
Document	Proposition liste des éléments techniques à fournir par le titulaire du marché

¹² La fiche terrain Echantillonnage plan d'eau sera réalisée en 2011 suite aux retours de l'essai interlaboratoire plan d'eau

Date

Nom préleveur

Société

Situation et caractéristique de la station

Identification station :

Code BSS :

Commune :

Nature (AEP, PZ, ...)

Lieu-dit :

Aquifère :

Département :

Usage :

Caractéristique de l'ouvrage

Profondeur (m)

Nature tubage

Longueur et position de crépine
(sommet base)

Diamètre (mm)

Piézométrie

Niveau piézométrique (m)

Point de référence

Volume colonne d'eau

(faire un schéma si besoin)

Purge

Profondeur de pompe

m

Durée de purge (heure début et heure fin)

Sans pompe à demeure (et remplir le tableau ci-dessous)
Méthode de purge
(type de pompe,
tuyaux, ...)

Débit de purge :

m³/h

Durée de purge :

min

Niveau dynamique final :

m

Renouvellement

(x fois le v d'eau)

Avec Pompe à demeure (et remplir le tableau ci-dessous)

Débit de pompage :

m³/h

Durée du pompage avant prélèvement :

min

Lieu précis du prélèvement (robinet, ...)

Date

Nom préleveur

Société

Situation et caractéristique de la station

Identification station :

Code BSS :

Commune :

Nature (AEP, PZ, ...)

Lieu-dit :

Aquifère :

Département :

Usage :

Caractéristique de l'ouvrage

Profondeur (m)

Nature tubage

Longueur et position de crépine
(sommet base)

Diamètre (mm)

Piézométrie

Niveau piézométrique (m)

Point de référence

Volume colonne d'eau

(faire un schéma si besoin)

Purge

Profondeur de pompe

m

Durée de purge (heure début et heure fin)

Sans pompe à demeure (et remplir le tableau ci-dessous)
Méthode de purge
(type de pompe,
tuyaux, ...)

Débit de purge :

m³/h

Durée de purge :

min

Niveau dynamique final :

m

Renouvellement

(x fois le v d'eau)

Avec Pompe à demeure (et remplir le tableau ci-dessous)

Débit de pompage :

m³/h

Durée du pompage avant prélèvement :

min

Lieu précis du prélèvement (robinet, ...)

**GUIDE DES PRESCRIPTIONS TECHNIQUES POUR LA
SURVEILLANCE PHYSICO-CHIMIQUE DES MILIEUX
AQUATIQUES**

**Opérations d'analyse physico-chimique d'eaux et de
sédiments en milieu continental**

Version 2011

Ce document contient des notes qui n'ont pas vocation à être transmises aux prestataires. Ces notes sont identifiées en rouge dans le corps du document.

TABLE DES MATIÈRES

DEFINITIONS	3
PREAMBULE.....	5
1 Responsabilité du laboratoire en matière d'échantillonnage	5
1.1 Généralités	5
1.2 Flaconnage et consignes.....	6
2 Conditionnement et transport	7
3 Réception au laboratoire d'analyses	8
3.1 Contrôles à réception (eaux et sédiments)	8
3.2 Fraction et paramètres à déterminer au préalable.....	9
4 <i>Des éléments d'informations complémentaires peuvent être consultés dans le dans le module « Opérations d'échantillonnage et de prétraitement des sédiments en milieu continental»</i> Analyses au laboratoire	11
4 Analyses au laboratoire	12
4.1 Prescriptions générales	12
4.2 Délais de démarrage des protocoles analytiques	12
4.3 Méthodes d'analyses.....	12
4.4 Paramètres	14
4.5 Résultats analytiques.....	15
5 Restitution	16
6 Démarche qualité	18
7 Autres documents	19

DEFINITIONS

Les concepts et les définitions décrites ci-après sont issus des normes définies par le SANDRE relatives aux différentes thématiques abordées dans le cadre d'un suivi qualitatif des milieux naturels et de référentiels tels que directives, etc. Certaines définitions sont reprises et complétées dans les prescriptions techniques.

Blanc de filtration : Échantillon de contrôle destiné à vérifier l'absence de contamination liée à l'ensemble de l'opération de filtration.

Blanc instrumental : Consiste en la mise en œuvre d'un blanc solvant (conditions de solvants identiques à celles des échantillons à analyser à l'issue des étapes de préparation de l'échantillon) qui est analysé au début de chaque série d'analyse afin de vérifier l'intégrité du couplage instrumental : c'est à dire de l'absence de contamination et/ou interférences au niveau du système instrumental (absence de pic chromatographique au temps de rétention et/ou caractéristiques de détection (qui varient selon le type de détection mis en œuvre de l'analyte ciblée) et vérification de la ligne de base de l'instrument. Répétés au cours de la séquence d'analyses, ils permettent d'une part de s'assurer de l'absence de contaminations croisées entre les différents échantillons et d'autre part de vérifier l'absence de dérive de la ligne de base (ce qui est un signe indirect du maintien de la sensibilité du système instrumental).

S'ils restent exposés, les blancs instrumentaux peuvent également mettre en évidence des contaminations par les ambiances de laboratoire.

Blanc de matériel d'échantillonnage : Echantillon de contrôle préparé de telle façon qu'il permette de vérifier l'absence de contamination liée aux matériels (seau, flacon d'échantillonnage, tuyau, pompe) utilisés ou de contamination croisée entre échantillonnages successifs.

Blanc matrice : Consiste en la mise en œuvre d'un matériau naturel exempt des composés d'intérêt soumis à la totalité du mode opératoire analytique, y compris l'échantillonnage, l'extraction, la purification et l'identification. Réalisé au cours des étapes de caractérisation des performances de la méthode, c'est un élément déterminant à la démonstration de la spécificité de la méthode. Sa représentativité par rapport aux échantillons à analyser est déterminante à sa pertinence.

Blanc de méthode autrement appelé blanc de procédure : Consiste en la mise en œuvre d'un matériau test simulé exempt des composés d'intérêt soumis à la totalité du mode opératoire analytique, y compris l'extraction, la purification et l'identification. Réalisé en parallèle à chaque série d'échantillon, il permet de s'assurer du respect des conditions optimales de mise en œuvre de la méthode. Le blanc méthode est un élément déterminant pour garantir que la méthode employée permettra de répondre aux objectifs de la série de mesure qu'ils soient qualitatifs, semi-quantitatifs ou quantitatifs dans le temps où elle a été mise en œuvre.

Blanc solvants / matériel : Consiste en la vérification de l'absence de contamination au niveau de chacun des éléments constitutifs de la méthode globale : instruments et matériels de filtration, solvants d'extraction, instruments et matériels d'extraction, solvants de purification, solvants de conservation, instruments et matériels de purification ; instruments et matériels de reconcentration ; ambiances/environnement. C'est leur mise en œuvre rigoureuse qui permettra l'identification des sources de contamination et/ou interférences et leur maîtrise. Renouvelés dans le temps, ils permettent de s'assurer de la non dérive des conditions optimales de la méthode.

Commanditaire : Organisme public (Agences de l'eau, DIREN, DREAL) qui, par le biais d'un appel d'offre, sélectionne un titulaire à qui un marché est attribué. C'est l'émetteur de la demande.

Echantillon : Résultat d'un échantillonnage réalisé ou commandé par un commanditaire.

Famille de paramètres ou Groupe de paramètres (sandre) (se réfère au cadre métier de certains commanditaires travaillant dans le domaine de l'Eau). En effet, certains organismes déterminent des ensembles d'analyses à appliquer sur leurs échantillonnages. Ce regroupement paramétrique est déterminé par le commanditaire selon ses propres critères, pouvant être de nature géographique (ex: groupes de paramètres à mesurer sur la rivière 'Fontaine'), analytique (ex :groupe pesticides), voire réglementaire (groupes de paramètres se rapportant au décret XXXX-XX). Il est défini par un code et un libellé spécifique au commanditaire et se caractérise par une liste de valeurs regroupant un paramètre, une méthode, une fraction analysée, une unité, un type d'analyse (in situ/en labo).

Fraction : Une fraction analysée est un composant du support sur lequel porte l'analyse.

Limite de détection (selon la norme NF T 90-210) : Plus petite quantité ou concentration d'un analyte dans l'échantillon d'essai pouvant être distinguée de manière fiable du zéro.

Limite de quantification (selon la norme NF T 90-210) : Plus petite grandeur d'un analyte à examiner dans un échantillon pouvant être déterminée quantitativement dans des conditions expérimentales décrites dans la méthode avec une exactitude définie (note : dans le cadre de cette norme, une valeur maximale d'exactitude de 60% est exigée pour un niveau de confiance de 95%)

Norme de qualité environnementale : Concentration d'un polluant ou d'un groupe de polluants dans l'eau, les sédiments ou le biote ne devant pas être dépassée afin de protéger la santé humaine et les écosystèmes.

Paramètre : Grandeur ou substance mesurée. Chaque paramètre est codé de façon unique par le SANDRE.

Prestataire (de l'échantillonnage et/ou des analyses et/ou du transport) : Organisme sélectionné par le titulaire, qui sera chargé de réaliser une partie des prestations du marché demandé par le commanditaire.

Station de mesure : Lieu physique sur lequel le commanditaire commande un ou plusieurs échantillonnage(s). Ce lieu peut être, selon la thématique : un tronçon de rivière, une source, un forage, un puits, un lieu géo-référencé au sein d'un plan d'eau, etc.

Quelque soit la thématique, chaque station de mesure est identifiée par un numéro national unique. Il est fourni par le commanditaire et doit être retourné avec les résultats d'analyses par le titulaire.

Support : Composant de la matrice sur laquelle porte l'investigation. Les supports sont, par exemple, de l'eau brute, des sédiments, des matières vivantes et sur lesquels les analyses commandées sont réalisées. La codification de ce concept est directement liée à celui de la fraction analysée. Les deux concepts sont décrits dans les jeux de données du SANDRE.

Titulaire du marché : Organisme sélectionné par le commanditaire prenant la responsabilité de la réalisation de l'ensemble des prestations demandées par le commanditaire en respectant les exigences des présentes prescriptions techniques. Il peut, dans certains cas, faire appel à des prestataires.

Tournée : Ensemble de stations de mesures d'un lot sur lesquelles sont réalisés des échantillons acheminés au cours d'un même voyage vers le laboratoire d'analyses.

Ce guide est rédigé pour tous les milieux mais il peut ne pas convenir à tous les milieux (par exemple certains points peuvent ne pas être adaptés aux eaux souterraines). Ce guide est transversal aux analyses des eaux superficielles et souterraines. Des prescriptions spécifiques en milieu considéré sont détaillées dans les guides relatifs aux opérations d'échantillonnage et prévalent sur les exigences du guide.

PRÉAMBULE

Le titulaire du marché s'assurera que l'ensemble du personnel participant aux travaux décrits ci-dessous a pris connaissance des présentes prescriptions techniques.

Le titulaire sera l'unique responsable de la transmission des résultats au commanditaire. Les résultats transmis devront être conformes au contexte d'échange 1 défini par le SANDRE (« demande de prestations et envoi ultérieur de résultats ») et respecter le code de la demande, les codes d'échantillonnage, les fractions analysées et unités par paramètre spécifiés et imposés dans la demande.

Le titulaire devra réaliser l'ensemble des opérations, avec du personnel qualifié, compétent.

Le titulaire devra s'appuyer sur les normes en vigueur.

Le titulaire devra disposer de procédures écrites décrivant l'ensemble des activités présentées dans ce document et prendre connaissance des exigences en matière de démarche qualité (§ 6: Démarche Qualité).

Le titulaire devra respecter les réglementations en vigueur en matière d'hygiène et de sécurité.

Afin de garantir la qualité des mesures, une réunion de concertation entre prestataire(s) des opérations d'échantillonnage et le laboratoire d'analyses sera organisée par le commanditaire avant le démarrage des opérations d'échantillonnage. Les parties prenantes définiront à cette occasion les jalons nécessaires au bon suivi des prestations.

1 Responsabilité du laboratoire en matière d'échantillonnage

1.1 Généralités

La bonne pratique de l'échantillonnage conditionne en très grande partie la fiabilité des analyses et donc l'interprétation qui en sera faite. Pour ce qui le concerne, le prestataire d'échantillonnage prend toutes les dispositions pour assurer la représentativité et l'intégrité des échantillonnages réalisés depuis l'extraction du milieu jusqu'au laboratoire.

Le prestataire d'analyse est responsable sans délégation possible :

- Du choix technique du flaconnage et du matériel de conditionnement,
- De son approvisionnement et de la vérification de l'absence de contamination,
- De la transmission de consignes d'utilisation du flaconnage, de conditionnement et de transport des échantillons.

Dans ce cadre, il garantira la fiabilité des opérations qui sont liées à ces étapes.

Le prestataire d'analyse veillera notamment à assurer une bonne coordination entre les opérations d'échantillonnage et les analyses de laboratoire. Cette coordination est particulièrement importante pour les étapes suivantes :

- respect des délais échantillonnage-analyse,

- respect des consignes relatives au flaconnage, conditionnement, conservation, transport, etc et demande une concertation étroite avec le responsable des opérations d'échantillonnage.

Cet aspect de la prestation sera précisément décrit dans l'offre. Les éléments de dialogue et de définition des responsabilités réciproques entre le prestataire des opérations d'échantillonnage et le laboratoire d'analyse devront être clairement définis dans l'offre.

1.2 Flaconnage et consignes

Les flacons, les réactifs, le matériel nécessaire au conditionnement et transport des échantillons (glacières, blocs eutectiques, ...) et, si nécessaire, les systèmes de filtration sur site (seringues, filtres, autres) devront être mis à la disposition des préleveurs par le prestataire d'analyses au minimum 3 semaines avant le début de la campagne d'échantillonnage. Ce flaconnage devra être exempt de toute contamination qui empêcherait le respect des exigences fixées dans ce document. Le laboratoire sera responsable des procédures nécessaires pour assurer que le matériel fourni est exempt de contamination (réalisation régulière de blancs de flaconnage, réactifs, matériel, ...). Ces procédures seront décrites dans l'offre.

Le laboratoire d'analyses devra privilégier des flacons à large ouverture et avoir vérifié l'absence de polluant dans le contenant mis en œuvre par un blanc de flaconnage (par exemple selon NF X06-021 : Application de la statistique – Principes du contrôle statistique de lots – octobre 1991). Les flacons envoyés devront être clairement identifiés.

Pour éviter les risques de casse, le préleveur utilisera des systèmes de calage des flacons fournis par lui-même ou par le laboratoire ; la responsabilité de la fourniture est à définir dans l'offre.

Les consignes liées au flaconnage (nature, volume, remplissage, manipulation), à l'étiquetage, au conditionnement (réactifs, consignes particulières de rinçage des flacons notamment, ...), aux conditions de transport sont de la responsabilité du prestataire d'analyses et seront fournies aux préleveurs au minimum 3 semaines avant le début de la campagne d'échantillonnage. Les dispositions des normes en vigueur et notamment de la norme NF EN ISO 5667-3 constituent la base de ces consignes. Les flacons contenant un agent de conservation devront être clairement identifiés. La pratique d'ajout d'agents de conservation directement dans le flacon avant l'échantillonnage n'est pas recommandée dans le cadre de ce guide. Elle est à proscrire concernant l'échantillonnage des métaux, y compris le mercure.

Le prestataire d'analyse est responsable des consignes de conditionnement des échantillons sur site et notamment des éventuelles consignes de rinçage des flacons.

1.2.1 Flaconnage destiné à l'échantillonnage d'eau

Les contenants mis en œuvre devront respecter les méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux paramètres à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3¹. Les biais constatés lors de l'essai sur

¹ La norme NF EN ISO 5667-3 : 2004 est un guide de Bonne Pratique. Quand des différences existent entre la norme NF EN ISO 5667-3 et la norme analytique spécifique à la substance, ce sont les prescriptions de la norme analytique qui prévalent toujours.

site « Essai national sur site du 26 juin 2007² » repris dans la note DRC-08-95687-09117B³ ont conduit aux exigences suivantes (Tableau 1) :

Tableau 1 : Exigences en termes de flaconnage pour la matrice eau

Paramètres	Type de flacon	Type de bouchon
Micropolluants organiques (<i>hormis glyphosate, AMPA</i>)	Flacons en verre brun pour les paramètres photosensibles, Flacons en verre pour les paramètres non photosensibles Dans tous les cas : flacons non pelliculés	Bouchons inertes (capsule téflon)
Glyphosate, AMPA	Flacons en plastique (PEBD, PEHD, PP)	Bouchons inertes (PEBD, PEHD, PP)
Métaux (<i>hormis le mercure</i>)	Flacons en plastique (PEBD, PEHD, PP) ou téflon (FEP, PFA)	Bouchons non pigmentés [*] inertes
Mercure	Flacons à col droit en verre borosilicaté, en quartz, ou téflon (FEP, PFA)	Bouchons non pigmentés [*] inertes

Légende :

* : non colorés, afin d'éviter le relarguage de composés

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

1.2.2 Flaconnage destiné à l'échantillonnage de sédiment

Se référer au module « Opérations d'échantillonnage et de prétraitement des sédiments en milieu continental »

2 Conditionnement et transport

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

² Impact des opérations de échantillonnages sur la variabilité des résultats d'analyse – Essai national sur site du 26 juin 2007 : DRC-07-86076-16167B

³ Comparabilité des pratiques d'échantillonnages Exercice d'intercomparaison sur les opérations d'échantillonnages ponctuels DRC-08-95687-09117B accessible sur le site <http://www.aquaref.fr/>

Les consignes liées au flaconnage (nature, volume, remplissage, maniement), à l'étiquetage, au conditionnement (réactifs, consignes particulières de rinçage des flacons notamment, ...), aux conditions de transport **sont de la responsabilité du laboratoire en charge des analyses et seront fournis aux préleveurs au minimum 3 semaines avant le début de la campagne de échantillonnage.**

Le laboratoire est notamment responsable des consignes de rinçage ou de non rinçage des flacons utilisés pour le conditionnement des échantillons. Uniquement en cas d'absence de consigne du laboratoire, il est demandé de rincer 3 fois les flacons avec l'eau du lieu d'échantillonnage.

Ces consignes devront être validées par le commanditaire avant le démarrage de la campagne, et à chaque fois que des modifications y seront introduites.

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

L'enceinte devra avoir été réfrigérée à $5\pm 3^{\circ}\text{C}$ préalablement à l'introduction des échantillons et être équipée du matériel nécessaire pour maintenir la température de l'enceinte frigorifique à $5\pm 3^{\circ}\text{C}$. La température interne de l'enceinte devra être contrôlée pendant toute la durée du transport et à réception au laboratoire. Plusieurs moyens peuvent être mis en œuvre : pastilles, thermomètre enregistreur.... La méthodologie retenue pour satisfaire cette exigence et sa performance devra être présentée dans l'offre. La température sera contrôlée et enregistrée à leur arrivée au laboratoire et pourra être restituée sur demande au commanditaire.

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

La prise en charge des échantillons par le laboratoire, incluant les premières étapes analytiques (filtration, stabilisation, extraction,...) doit intervenir au plus tard le lendemain de l'opération d'échantillonnage. Une tolérance d'un jour supplémentaire pourra toutefois être acceptée dans des circonstances exceptionnelles si l'analyse de paramètres particulièrement sensibles (exemple composés organiques volatils) n'est pas demandée. Cette exigence impliquant fortement à la fois les préleveurs et le laboratoire, une concertation forte entre les deux parties devra être mise en place afin de respecter ce délai.

Pour les DOM, des prescriptions particulières concernant le transport et l'acheminement des échantillons sont présentées dans le document référencé « Module spécifique DOM - Transport et Acheminement des échantillons en provenance des DOM ».

3 Réception au laboratoire d'analyses

3.1 Contrôles à réception (eaux et sédiments)

Un contrôle des échantillons sera effectué à leur réception lors de l'enregistrement par le laboratoire d'analyses. Ce contrôle portera sur l'intégrité des échantillons, la conformité des références, du nombre de flacons, du délai entre l'échantillonnage et la réception au laboratoire d'analyses et de la température de l'enceinte frigorifique ($5\pm 3^{\circ}\text{C}$). Ce contrôle devra être enregistré et tenu à disposition du commanditaire.

En cas de non respect du délai entre l'échantillonnage et l'analyse et/ou de la température l'enceinte, le laboratoire d'analyses avertira le commanditaire et des actions correctives devront être engagées. Afin d'éviter que cette situation ne se reproduise, l'efficacité des actions correctives mises en œuvre devra être vérifiée et enregistrée. Ces données pourront être demandées à tout moment par le commanditaire.

- La prise en charge des échantillons par le laboratoire, incluant les premières étapes analytiques (filtration, stabilisation, extraction,...) est dépassée, l'échantillonnage est refait. Toutefois, pour le support « eau » et en l'absence de stabilisation au moment des opérations d'échantillonnage, une tolérance d'un jour supplémentaire pourra toutefois être acceptée dans des circonstances exceptionnelles si l'analyse des paramètres particulièrement sensibles n'est pas demandée : (par exemple : Chlorophylle a, Hydrazine, Composés Organiques Volatils, Demande Biochimique en Oxygène, Turbidité, MES, nitrites et Demande Chimique en Oxygène, Carbone Organique Total, NH_4^+). En cas de dépassement de cette tolérance, l'échantillonnage devra être refait.
- Si la température de l'enceinte réfrigérée est supérieure à 8°C ou inférieure 2°C, le commanditaire examinera les conditions du dépassement (amplitude, durée...) et se réserve la possibilité de ne pas admettre les résultats. Dans tous les cas si la température de l'enceinte réfrigérée est supérieure à 10°C ou inférieure 0°C, l'échantillonnage devra être refait.

Une concertation forte entre les deux parties (préleveurs / analystes) devra être mise en place dès attribution du marché et avant chaque campagne d'échantillonnage.

3.2 Fraction et paramètres à déterminer au préalable

3.2.1 Echantillons d'eaux

Cas des métaux:

Pour l'analyse des métaux dissous, tous les échantillons d'eaux devront être filtrés à 0,45 µm avant analyse, avec un filtre en acétate de cellulose. La filtration des échantillons d'eaux destinés à l'analyse des métaux doit être réalisée le plus rapidement possible après l'échantillonnage.

La filtration peut être réalisée sur le terrain ou dès réception au laboratoire, et en tout état de cause au plus tard le lendemain des opérations d'échantillonnage. Dans tous les cas, un blanc devra être réalisé soit sur le terrain, soit au laboratoire. La fréquence de réalisation de ces blancs sera à définir dans l'offre.

Ce blanc de méthode devra être préparé afin de rendre compte de l'absence de contamination de l'ensemble de la chaîne de mesure. Il devra notamment prendre en compte les éléments suivants : flaconnage, filtre, matériel de filtration, acide utilisé.

Une méthodologie est proposée dans le document « Méthodologie : Blanc de filtration - Blanc de matériel d'échantillonnage ».

Cas de la chlorophylle a :

La filtration de la chlorophylle a devra être réalisée préférentiellement sur site si le personnel a suivi une formation adéquate, ou à défaut, au laboratoire d'analyses le soir même de l'échantillonnage.

L'échantillon devra être filtré, sur un filtre en fibre de verre ou en acétate de cellulose de 0,7 µm de pores (type GF/F de Whatman)⁴

Il ne faut en aucun cas toucher les filtres en fibres de verre avec les doigts mais utiliser des pinces pour les manipuler (risque de détérioration par l'acidité des mains).

Cas des Micropolluants organiques :

Toutes les analyses de micropolluants seront effectuées en prenant en compte la totalité de l'échantillon (fraction dissoute et matières en suspension) : fraction « Eau Brute » [code Sandre 23].

Cas des micropolluants hydrophobes⁵ :

Pour les composés hydrophobes et selon la teneur en matière en suspension, l'analyse directe sur eau brute ne conduit qu'à une quantification partielle. Il est recommandé aux laboratoires d'analyses de mener en parallèle une extraction sur la phase dissoute et une extraction sur la phase particulaire, après avoir mesuré le taux de MES. Selon la norme NF EN 872, la filtration pour les MES doit être réalisée sur un filtre en fibre de verre de porosité équivalente à 0,7 µm. Un seuil pour la teneur en MES a été fixé arbitrairement suite aux essais réalisés par le passé. Les plages de décision sont présentées dans le Tableau 2 :

Tableau 2 : Méthodologie à appliquer pour les micropolluants hydrophobes en fonction de la concentration en MES

Concentration en MES en mg/L	Support d'extraction et traitement
MES < 50	Analyse directe sur eau brute
50 < MES < 250	Répéter 3 fois la phase d'extraction liquide/liquide sur l'eau brute ; Séparer la phase solide dans tous les cas si un autre mode d'extraction est mis en œuvre.
MES > 250	Filtration de l'eau brute sur filtre en fibre de verre à 0,7 µm, Extraction de l'eau filtrée, Extraction de la phase particulaire, Regroupement des extraits, Analyse

Les laboratoires d'analyses peuvent choisir de réaliser systématiquement l'analyse sur chaque phase après séparation.

Ils restitueront la somme des résultats obtenus sur la phase dissoute et la phase particulaire combinés de manière à obtenir une teneur équivalente en µg/L d'eau brute.

Micropolluants volatils⁶ ou hydrophiles⁷ :

⁴ Cemagref-INRA : **Protocole standardisé d'échantillonnage, de conservation, d'observation et de dénombrement du phytoplancton en plan d'eau pour la mise en œuvre de la DCE – septembre 2009, version 3.3.1 et NF T 90-117** : 1999 - Qualité de l'eau - Dosage de la chlorophylle a et d'un indice phéopigments - Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire – décembre 1999

⁵ Le caractère hydrophobe d'une substance ($\log Kow > 3$) entraîne que cette substance se fixe préférentiellement sur les particules contenues dans l'eau et sur les parois des flacons. En effet un $\log Kow$ positif et très élevé, exprime le fait que la substance considérée est bien plus soluble dans l'octanol que dans l'eau, ce qui reflète son caractère lipophile, et inversement. Une valeur de $\log Kow = 0$ signifie que la substance se répartit de manière égale entre les deux phases et $C_{oct} = C_{eau}$

Toutes les analyses de micropolluants organiques volatils ou hydrophiles devront être obligatoirement effectuées sur la **fraction « Eau Brute »** [code Sandre 23] sans mise en œuvre d'une étape de filtration.

3.2.2 Echantillons de sédiments

Les échantillons destinés à l'analyse des métaux, des micropolluants organiques devront être préparés afin de ne conserver que la fraction « < 2 mm » [code Sandre 32].

Au préalable, il sera demandé d'analyser les paramètres suivants.

- le taux de matière sèche [code Sandre 1799] sur une aliquote séparée pour l'expression des résultats ultérieurs en $\mu\text{g}/\text{kg MS}$,
- le Carbone Organique Total [code Sandre 1841] et si besoin la perte au feu [code Sandre 6578],
- l'aluminium [code Sandre 1370] (et/ou lithium [code sandre 1364] si l'on souhaite effectuer une confirmation),
- le fer [code Sandre 1393],
- le manganèse [code Sandre 1394],
- la granulométrie. Pour la granulométrie, il sera nécessaire de déterminer *a minima* le pourcentage de la fraction < 63 μm (fraction limoneuse et argileuse).

Ces mesures serviront à interpréter les résultats.

4 **Des éléments d'informations complémentaires peuvent être consultés dans le dans le module « Opérations d'échantillonnage et de prétraitement des sédiments en milieu continental »**

⁶ Une substance volatile est une substance ayant pour propriété de se partager entre les phases d'un système binaire air-eau. Plus la constante de Henry (K_H) en [$\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{mol}$] sera élevée plus la substance sera volatile. A 20-25°C, si $K_H \geq 500$ la substance est considérée très volatile, $100 \leq K_H \leq 500$, la substance est considérée volatile.

⁷ Une substance « hydrophile » est une substance ayant une affinité pour l'eau et les solvants polaires.

Analyses au laboratoire

4.1 Prescriptions générales

Les demandes de prestations analytiques seront transmises par le commanditaire exclusivement au format EDILABO. Le prestataire d'analyses sera responsable des analyses et de la restitution des données au format EDILABO.

Celui-ci s'engagera à remplir sa mission en ayant recours à un personnel qualifié. Le personnel chargé des opérations analytiques devra notamment avoir pris connaissance de l'ensemble des exigences des prescriptions techniques.

Le prestataire d'analyse mettra en œuvre toutes les dispositions nécessaires pour éviter la contamination de l'échantillon au sein du laboratoire d'analyses.

4.2 Délais de démarrage des protocoles analytiques

La prise en charge des échantillons par le laboratoire, incluant les premières étapes analytiques (filtration, stabilisation, extraction,...) doit intervenir au plus tard le lendemain de l'opération d'échantillonnage. Une tolérance d'un jour supplémentaire pourra toutefois être acceptée dans des circonstances exceptionnelles si l'analyse de paramètres particulièrement sensibles (exemple composés organiques volatils) n'est pas demandée.

Pour les autres paramètres (métaux, paramètres stabilisés) le laboratoire respectera la durée maximale entre le moment de l'échantillonnage et l'analyse compatible avec les prescriptions des normes en vigueur et le délai de rendu des résultats défini dans l'offre et mentionnée dans le PAQ du marché (§ 6 : Démarche Qualité).

Dans le cas où ce délai ne serait pas respecté, le titulaire demandera une dérogation au commanditaire qui se réserve la possibilité de faire refaire les prestations d'échantillonnage s'il refuse d'accorder la dérogation. Dans tous les cas, le titulaire devra engager des actions correctives. Afin d'éviter que cette situation se reproduise, l'efficacité des actions correctives mises en œuvre devra être vérifiée et enregistrée. Ces données pourront être demandées à tout moment par le commanditaire.

Un délai supplémentaire pourra être accepté uniquement pour les DOM « Module spécifique DOM - Transport et Acheminement des échantillons en provenance des DOM ».

4.3 Méthodes d'analyses

Pour les paramètres chimiques, les limites de quantification et les incertitudes de mesure devront respecter l'article 4 de la directive 2009/90/CE⁸. Cet article stipule que la limite de quantification doit être inférieure ou égale à 30% de la valeur des normes de qualité environnementale (NQE) et que les méthodes d'analyses utilisées soient capables d'assurer une incertitude de mesure inférieure ou égale à 50% (k=2) à la NQE.

⁸ Directive 2009/90/CE DE LA COMMISSION du 31 juillet 2009 établissant, conformément à la directive 2000/60/CE du parlement européen et du Conseil, des spécifications techniques pour l'analyse chimique et la surveillance des états des eaux.

Les normes de qualité environnementales associées sont issues de l'arrêté du 25 janvier 2010⁹, de la directive 2008/105/CE, de la directive 2006/118/CE et de l'arrêté du 17/12/2008.

Les méthodes d'analyse utilisées par le laboratoire devront être (par ordre décroissant de priorité) :

- Des méthodes agréées,
- Des méthodes accréditées selon le référentiel NF EN ISO 17025 (ou référentiel équivalent – l'équivalence devra être précisément argumentée dans l'offre si cette option est choisie),
- Des méthodes validées suivant les exigences de la norme NF EN ISO 17025 (ou référentiel équivalent – l'équivalence devra être précisément argumentée dans l'offre). Le référentiel technique de caractérisation de performances des méthodes est la norme NF T 90-210 (2009) pour les dossiers de caractérisation établis après mars 2010. Pour les méthodes caractérisées avant cette date la norme XP T90-210 (1998) est autorisée à titre transitoire jusqu'à l'actualisation des limites de quantification.

Le laboratoire d'analyses s'engagera à réaliser les prestations qui lui seront demandées dans le respect des prescriptions des normes AFNOR, CEN ou ISO lorsqu'elles existent. Des méthodes différentes de la norme peuvent être utilisées si elles ont été caractérisées en suivant les exigences de la norme NF T90-210 (2009).

Le laboratoire d'analyses garantira la validité des méthodes utilisées, l'incertitude de la mesure et la limite de quantification pour chaque paramètre. Dans son offre, le laboratoire d'analyses présentera un rapport succinct justifiant des performances des méthodes proposées en complétant le document « Performances analytiques ».

La justification des méthodes utilisées pourra être exigée par le commanditaire, pour tout ou partie des résultats, à tout moment au cours de l'exécution du contrat. Leur traçabilité documentaire devra donc être assurée au sein du laboratoire d'analyses.

Le titulaire présentera un dossier de caractérisation de performances incluant les incertitudes pour les méthodes qui ne figurent pas dans son dossier d'accréditation ou dans son dossier d'agrément.

Toute modification des méthodes d'analyses en cours de programme devra être préalablement signalée au commanditaire qui se réserve le droit de ne pas l'accepter.

Les méthodes proposées devront permettre d'atteindre les limites de quantification fixées dans l'article 4 de la directive 2009/90/CE. La limite de quantification sera estimée suivant la norme NF T90-210 (2009), ou à titre transitoire suivant la norme XP T90-210 §5.1.3.3 (1998) jusqu'à actualisation des limites de quantification selon la norme NF T90-210 (pour les LQ estimées avant le 1^{er} Mars 2010). Les limites de quantification à respecter pendant la durée du marché seront celles indiquées dans l'offre du titulaire. Le non respect de ces limites et des incertitudes lors de la remise des résultats devra être exceptionnel et devra être systématiquement documenté.

Au moins une fois par campagne et si besoin par une procédure simplifiée, le laboratoire d'analyses s'engagera à vérifier analytiquement qu'il respecte toujours les performances analytiques déclarées en termes de limites de quantification, de rendement d'extraction et de blancs de méthode (vérification sur échantillon naturel avec mise en œuvre de l'ensemble de la méthode d'analyse, vérification des rendements...). En cas de modification de ces rendements d'extraction, le titulaire en avertira le commanditaire.

⁹ Arrêté du 25 janvier 2010 relatif aux méthodes et critères d'évaluation de l'état écologique, de l'état chimique et du potentiel écologique des eaux de surface pris en application des articles R212-10, R212-11 et R212-18 du code de l'environnement.

Le laboratoire devra préciser dans son offre, sa politique quant à la correction des résultats par le rendement d'extraction et les blancs de méthode.

4.4 Paramètres

Les paramètres concernés découlent de l'arrêté du 25 janvier 2010¹⁰, de la directive 2008/105/CE¹¹, de la directive 2006/118/CE¹² et de l'arrêté du 17/12/2008¹³. Ils sont regroupés dans les tableaux du document « Performances analytiques ». La liste est précisée par le commanditaire, qui peut l'adapter.

Pour l'ensemble des paramètres, le laboratoire d'analyses devra remettre, au format EDILABO, les résultats associés de leurs niveaux d'incertitude avec un facteur d'élargissement $k=2$. Les informations obligatoires à transmettre au commanditaire sont précisées au § 5 : Restitution. La réalisation d'un blanc de méthode lors de chaque série d'analyses est recommandée.

4.4.1 Paramètres physico-chimiques

DCO : il est demandé au prestataire d'analyse d'utiliser la norme ISO 15705 « Qualité de l'eau – Détermination de la demande chimique en oxygène des eaux usées (ST-DCO) – Méthode à petite échelle en tube fermé ». Cette méthode, normalisée en novembre 2002, doit être appliquée sur toutes les stations et à chaque prise d'échantillons. Cette méthode permet de valider des concentrations inférieures à 30 mg/l, rendant ainsi ce paramètre compatible avec les outils d'interprétation mis en œuvre au niveau national dans le cadre du programme de surveillance.

Nitrites : afin de limiter autant que possible l'évolution de l'échantillon au sein du flacon, une filtration est réalisée dès sa réception par le laboratoire d'analyses.

4.4.2 Substances prioritaires, autres substances

- Les substances dans les eaux :

Les HAP : Eu égard au caractère ubiquiste des HAP, un blanc de méthode est demandé pour chaque série analytique. Une carte de contrôle des blancs de méthode « HAP » devra être mise en place ainsi qu'une recherche des sources de pollution. Ces données pourront être demandées à tout moment par les commanditaires. Le rapport indiquera si les résultats ont été corrigés du blanc de méthode.

Les alkylphénols : Eu égard au caractère ubiquiste des alkylphénols, un blanc de méthode est demandé pour chaque série analytique. Une carte de contrôle des blancs de méthode « nonylphénols » devra être mise en place ainsi qu'une recherche des sources de pollution. Ces données pourront être demandées à tout moment par les commanditaires. Le rapport indiquera si les résultats ont été corrigés du blanc de méthode.

Les phtalates : Face aux résultats de l'EIL « *Phtalates* »¹⁴ organisé en 2008 par l'INERIS, il sera demandé au laboratoire d'analyses, pour chaque série d'échantillons de phtalates, de réaliser un

¹⁰ Arrêté du 25 janvier 2010 établissant le programme de surveillance de l'état des eaux en application de l'article R.212-22 du code de l'environnement.

¹¹ 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, 83/513/CEE, 84/156/CEE, 84/491/CEE, 86/280/CEE et modifiant la directive 2000/60/CE.

¹² Directive 2006/118/CE du parlement européen et du conseil du 12 décembre 2006 sur la protection des eaux souterraines contre la pollution et la détérioration

¹³ Arrêté du 17 décembre 2008 établissant les critères d'évaluation et les modalités de détermination de l'état des eaux souterraines et des tendances significatives et durables de dégradation de l'état chimique des eaux souterraines

blanc de méthode afin de vérifier la maîtrise des influences suivantes : contamination liée à l'utilisation de gants en plastique, à l'air du laboratoire d'analyses, aux raccords de seringues, septa de l'injecteur ou septa des flacons d'échantillonnage, des réactifs, de la verrerie de laboratoire ou du système de mesure et défauts instrumentaux. Une carte de contrôle des blancs « phtalates » devra être mise en place avec une recherche des sources de pollution lorsque la valeur maximale de 80 ng/l est dépassée¹⁵. Ces données pourront être demandées à tout moment par les commanditaires. Le rapport indiquera si les résultats ont été corrigés du blanc de méthode.

Mercuré, Cadmium : Un blanc de méthode est demandé pour chaque série analytique. Une carte de contrôle des blancs de méthode devra être mise en place pour chaque substance, ainsi qu'une recherche des sources de pollution. Ces données pourront être demandées à tout moment par les commanditaires. Le rapport indiquera si les résultats ont été corrigés du blanc de méthode.

- Les métaux dans les sédiments :

Les micropolluants métalliques : La minéralisation à mettre en œuvre pour l'analyse de ces métaux sera la minéralisation à l'eau régale. Plusieurs normes proposent cette minéralisation à l'eau régale : NF ISO 11466¹⁶ et NF EN 13346¹⁷.

Remarque : La norme NF EN 13346 utilise deux fois plus d'acide que les deux autres normes.

Les métaux majeurs (aluminium ou lithium, manganèse, fer) : La minéralisation à mettre en œuvre pour ces trois métaux sera une minéralisation totale (par exemple norme NFX 31 147 ou autre méthode permettant une attaque totale de la matrice de l'échantillon).

Des éléments d'informations complémentaires peuvent être consultés dans le module « Opérations d'échantillonnage et de prétraitement des sédiments en milieu continental »

4.5 Résultats analytiques

Les résultats seront rendus **sous forme électronique au format EDILABO et sous forme de bulletin papier**.

4.5.1 Validation des résultats avant transmission

Le titulaire du marché, par ailleurs unique destinataire des demandes, est l'unique responsable de la transmission des résultats au commanditaire. Le prestataire d'analyse devra s'assurer que le résultat à transmettre au commanditaire est fiable.

Tout résultat douteux, entre autres les valeurs élevées, devra systématiquement être confirmé. La restitution des données sera alors accompagnée d'une page présentant les valeurs initialement mesurées ainsi que les valeurs mesurées à titre de confirmation.

La procédure permettant de démontrer la fiabilité du résultat devra être présentée dans l'offre.

¹⁴ DRC-09-95687-06768B : Essai interlaboratoires sur les substances prioritaires de la Directive Cadre Eau – Phtalates accessible sous http://www.ineris.fr/eil/documents/2008/R_09_06768B_phtalates_complet.pdf

¹⁵ Valeur maximale imposée par la NF EN ISO 18856 (Décembre 2005) : Qualité de l'eau - Dosage de certains phtalates par chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse.

¹⁶ NF ISO 11466 : 1995 : Qualité du sol – Extraction des éléments en traces solubles dans l'eau régale.

¹⁷ NF EN 13346 : 2000 : Caractérisation des boues – Détermination des éléments traces et du phosphore- Méthodes d'extraction à l'eau régale.

4.5.2 Admission des résultats par le commanditaire

En cas de résultat douteux (erreur technique, valeurs suspectes) constaté par le commanditaire, et à la demande de celui-ci, le titulaire devra rechercher les causes et engager les actions appropriées (vérification, remplacement des valeurs erronées et/ou confirmation des valeurs initiales).

4.5.3 Analyses de confirmation

Le laboratoire d'analyses devra conserver les échantillons dans les meilleures conditions pour assurer la stabilité des paramètres et notamment à l'état congelé les extraits, les minéralisats et les sédiments surnuméraires issus des échantillons ayant servi à la prise d'essai afin de pouvoir procéder le cas échéant à une analyse complémentaire. Les délais de conservation seront définis par le commanditaire selon la nature des substances¹⁸.

5 Restitution

Le titulaire du marché, par ailleurs unique destinataire des demandes, sera l'**unique responsable** de la transmission des résultats au commanditaire.

Les résultats seront rendus **sous forme électronique au format EDILABO et sous forme de bulletin papier**.

Les fichiers de résultats devront être conformes au contexte d'échange 1 défini par le SANDRE (« demande de prestations et envoi ultérieur de résultats ») et respecter le **code de la demande**, les **codes d'échantillonnage**, les **fractions analysées** et les **unités** par paramètre **spécifiés et imposés dans la demande**.

Outre les informations obligatoires définies par le SANDRE, les informations suivantes, respectant les codifications du SANDRE, devront être transmises dans le fichier EDILABO de résultats :

- ⇒ La date et l'heure d'échantillonnage, arrondie à la 10aine de minutes ;
- ⇒ la référence de l'échantillon au laboratoire ;
- ⇒ la date et l'heure de réception des échantillons au laboratoire ;
- ⇒ la température de l'enceinte à réception laboratoire (commémoratif 11) ;
- ⇒ la date et heure de l'éventuelle filtration de l'échantillon (cas des métaux et métalloïdes, chlorophylle a - commémoratif 12) ;
- ⇒ la date de mise en route du processus d'analyse (extraction, minéralisation) ;
- ⇒ la limite de quantification (exprimée dans la même unité que le résultat) ;
- ⇒ le résultat de l'analyse (en expliquant s'il s'agit d'une donnée brute, d'une donnée corrigée du blanc de méthode, d'une donnée corrigée du rendement,...)
- ⇒ l'incertitude analytique sur le résultat (avec un facteur d'élargissement k=2) ; (voir balise Sandre)
- ⇒ le code remarque ;
- ⇒ l'unité du résultat ;
- ⇒ la fraction analysée ;
- ⇒ le support ;
- ⇒ Analyse confirmée ;
- ⇒ Réserve émise sur l'analyse ;
- ⇒ la méthode d'analyse ;

¹⁸ Recommandations en terme de délai de conservation des extraits (eaux) : micropolluants organiques : 4 mois après la date d'échantillonnage après congélation à - 18°C - Recommandations en terme de délai de conservation des sédiments : 6 mois après la date d'échantillonnage après congélation à - 18°C. Pour les métaux, les minéralisats acidifiés se conservent bien à température ambiante et n'ont pas besoin d'être congelés.

- ⇒ le statut vis-à-vis de l'accréditation du couple paramètre-méthode ainsi que le numéro de dossier d'accréditation (commémoratif 18) ;
- ⇒ les commentaires analyse (indiquer les difficultés analytiques rencontrées, interférences, etc.)
- ⇒ le laboratoire ayant réalisé l'analyse (balise <Analyse/Laboratoire>), si l'analyse a été confiée à un sous-traitant.

Conformément au SANDRE, le code remarque 0 sera réservé aux analyses qui ne seront pas réalisées. Pour les analyses en attente de résultats, la balise <Analyse> sera absente du fichier.

6 Démarche qualité

Le titulaire est responsable de la bonne exécution du marché. En cela :

- **Il s'assure que l'ensemble des intervenants respectent les préconisations du présent document.**
- **Il s'assure que le laboratoire applique un système de gestion de la qualité conforme à la norme NF EN ISO/CEI 17025 ou à toute autre norme équivalente reconnue à l'échelle internationale (l'équivalence éventuelle est à justifier par le titulaire). L'accréditation COFRAC répond à cette exigence.**

Dans le cas où, pour un paramètre donné, le titulaire se réclame dans son offre, d'un système d'assurance qualité (accréditation par exemple), les résultats pour ce paramètre devront, sauf exception dûment justifiée et acceptée par le commanditaire, être remis sous couvert de ce système qualité.

Le laboratoire d'analyses mettra en œuvre, pour chaque méthode, les contrôles nécessaires permettant d'assurer la fiabilité des résultats (participation à des essais interlaboratoires, utilisation de matériaux de référence certifiés, ajouts dosés, étalons marqués, cartes de contrôle, blancs de méthode et doubles analytiques, ...). Le titulaire s'engagera à fournir la synthèse des résultats des essais interlaboratoires et autres contrôles sur demande du commanditaire.

Le prestataire d'analyse s'engagera à participer à tout exercice d'intercomparaison organisé par le commanditaire dans le cadre de cette opération.

Le titulaire rédigera un plan d'assurance qualité (PAQ). Ce document précisera notamment les moyens que l'organisme (ainsi que sous traitant et cotraitant) mettra à disposition pour assurer la réalisation de la prestation dans les meilleures conditions. Il listera notamment les documents de référence à respecter et proposera un synoptique des organismes intervenants en précisant leur rôle et responsabilité dans le processus. Le PAQ détaillera également les réponses aux exigences des présentes prescriptions techniques qui ne seraient pas prises en compte par le système d'assurance qualité.

La traçabilité documentaire des opérations devra être assurée à toutes les étapes de la préparation de la campagne jusqu'à la restitution des données.

Des contrôles pourront éventuellement être réalisés par un organisme indépendant dûment mandaté par le commanditaire. Le prestataire en sera informé par courrier, le cas échéant. Ce contrôle portera sur la conformité des présentes prescriptions techniques et à l'offre du titulaire.

Au terme de cette opération, une réunion d'échanges entre tous les acteurs permettra d'améliorer les différents dispositifs mis en place (protocoles analytiques, matériels, transport d'échantillons, transmission des données, PAQ, ...).

7 Autres documents

Les documents ci-dessous sont à prendre en considération.

TYPE	Libellé
Document	Méthodologie Blanc de filtration – Blanc de matériel d'échantillonnage
Document	Performances analytiques (critères de sélection des offres)
Document	Proposition liste des éléments techniques à fournir par le titulaire du marché

GUIDE DES PRESCRIPTIONS TECHNIQUES POUR LA SURVEILLANCE PHYSICO-CHIMIQUE DES MILIEUX AQUATIQUES

Aide technique Assurance Qualité liée à l'analyse Définitions et Recommandations

Version 2011

Annexe à destination des commanditaires

Rendement d'extraction

L'étape d'extraction d'un échantillon consiste à séparer la substance à analyser de la matrice eau ou de la matrice sédiment, pour lui rendre la chaîne de mesure instrumentale accessible. A cette étape du protocole analytique est associé un rendement, en particulier un rendement d'extraction des micropolluants organiques.

Afin que la mesure subséquente soit la plus représentative possible de la teneur de l'échantillon initial, il est particulièrement important que cette étape permette de récupérer la quantité maximale d'analyte sans apporter de pollution. Un mauvais rendement d'extraction conduit à un résultat sous-estimé (si la valeur obtenue n'est pas corrigée du rendement). Une pollution conduit à un résultat surestimé.

C'est pourquoi le rendement d'extraction est une caractéristique intrinsèque du protocole de mesure, que le laboratoire d'analyses doit connaître et surveiller, et qui doit être connu du commanditaire. Concernant les micropolluants organiques, suivant les substances, un rendement d'extraction de 80 à 120 % est jugé satisfaisant. Pour des familles difficiles, telles que les urées substituées, cette tolérance est généralement élargie à [70, 130] %.

Cette caractéristique influe évidemment sur la limite de quantification d'un protocole de mesure, ainsi que sur l'incertitude associée : de façon schématisée (ou simplifiée) si $\pm 30\%$ de variation sont admis sur l'étape d'extraction sans correction, et en absence d'information supplémentaire sur le rendement d'extraction, l'incertitude associée à cette absence de correction sera de l'ordre de 30 %.

De manière analogue, il convient d'interroger le prestataire sur les moyens qu'il met en œuvre pour s'assurer de la stabilité de cette caractéristique dans le temps, et sur les mesures qu'il prend lorsqu'une déviation apparaît : exemple : si le rendement d'extraction d'une étape de préparation est mesuré à 40 %, le résultat de l'analyse est-il corrigé, ou la préparation recommencée ?

Blanc

Le blanc est une caractéristique à part entière de la maîtrise d'une analyse. Il reflète le soin apporté à préserver l'échantillon des contaminations externes au cours du processus de mesure. Il existe plusieurs types de blancs, de niveau d'information croissant :

- **Le blanc instrumental** consiste en la mise en œuvre d'un blanc solvant (conditions de solvants identiques à celles des échantillons à analyser à l'issue des étapes de préparation de l'échantillon) qui est analysé au début de chaque série d'analyse afin de vérifier l'intégrité du couplage instrumental : c'est à dire de l'absence de contamination et/ou interférences au niveau du système instrumental (absence de pic chromatographique au temps de rétention et/ou caractéristiques de détection (qui varient selon le type de détection mis en œuvre) de l'analyte ciblée) et vérification de

la ligne de base de l'instrument. Répétés au cours de la séquence d'analyses, ils permettent d'une part de s'assurer de l'absence de contaminations croisées entre les différents échantillons et d'autre part de vérifier l'absence de dérive de la ligne de base (ce qui est un signe indirect du maintien de la sensibilité du système instrumental).

S'ils restent exposés, les blancs instrumentaux peuvent également mettre en évidence des contaminations par les ambiances de laboratoire.

- **Le blanc méthode autrement appelé blanc de procédure** consiste en la mise en œuvre d'un matériau test simulé exempt des composés d'intérêt soumis à la totalité du mode opératoire analytique, y compris l'extraction, la purification et l'identification. Réalisé en parallèle à chaque série d'échantillon, il permet de s'assurer du respect des conditions optimales de mise en œuvre de la méthode. Le blanc méthode est un élément déterminant pour garantir que la méthode employée permettra de répondre aux objectifs de la série de mesure qu'ils soient qualitatifs, semi-quantitatifs ou quantitatifs dans le temps où elle a été mise en œuvre.
- **Le blanc de solvant / matériel** (analyses organiques et organométalliques) : consiste en la vérification de l'absence de contamination au niveau de chacun des éléments constitutifs de la méthode globale : instruments et matériels de filtration, solvants d'extraction, instruments et matériels d'extraction, solvants de purification, solvants de conservation, instruments et matériels de purification ; instruments et matériels de reconcentration ; ambiances/environnement. C'est leur mise en œuvre rigoureuse qui permettra l'identification des sources de contamination et/ou interférences et leur maîtrise. Renouvelés dans le temps, ils permettent de s'assurer de la non dérive des conditions optimales de la méthode.
- **Blanc matrice** consiste en la mise en œuvre d'un matériau naturel exempt des composés d'intérêt soumis à la totalité du mode opératoire analytique, y compris l'échantillonnage, l'extraction, la purification et l'identification. Réalisé au cours des étapes de caractérisation des performances de la méthode, c'est un élément déterminant à la démonstration de la spécificité de la méthode. Sa représentativité par rapport aux échantillons à analyser est déterminante à sa pertinence.

L'usage qui est fait de cette mesure de blanc, quelle qu'elle soit, est également très important : le blanc peut soit

- Etre soustrait du résultat de la mesure de l'échantillon. Pour cela, le laboratoire devra avoir des informations/arguments lui permettant d'assurer que la valeur estimée du blanc est une valeur stable et qu'elle est identique pour tous les échantillons analysés de la série considérée. Dans ce cas, la limite de quantification (LQ) sera basse. Il est toutefois nécessaire de connaître la valeur du blanc, valeur réelle ou valeur typique, afin d'être en mesure d'estimer si le calcul qui conduit à la concentration dans l'échantillon présente une bonne sécurité, ou s'il s'agit de deux valeurs du même ordre avant soustraction ;
- Constituer une valeur de contrôle du biais incompressible induit par l'une des composantes du protocole analytique, parfois appelée « limite de quantification instrumentale », qui n'est pas soustraite du résultat de mesure d'un échantillon. Dans ce cas, la valeur rapportée pour un échantillon ne peut être inférieure au blanc, et la LQ doit en tenir compte. Il est, là aussi et pour les mêmes raisons, nécessaire de connaître la valeur du blanc, valeur réelle ou valeur typique.

Dans tous les cas, il est indispensable de savoir si la valeur mesurée a été corrigée et quelles ont été les règles de correction mises en œuvre.

Incertitude

Une note pédagogique « Résultats de mesures et incertitude » a été élaborée en 2008 par AQUAREF. Elle est accessible sous <http://www.aquaref.fr/domaine/chimie/estimation-un-resultat-de-mesure-et-de-son-incertitude-note-pedagogique> et présente :

- A quoi servent les incertitudes ?
- Quels sont les paramètres dont dépendent les incertitudes ?
- Quels sont les modes d'estimation de l'incertitude ?
- Quelles sont les informations fournies par les incertitudes ?
- Les obligations des laboratoires accrédités ?

L'incertitude de mesure est le paramètre non négatif qui caractérise la dispersion des valeurs attribuées à un mesurande, à partir des informations utilisées (VIM : Vocabulaire International de Métrologie)

L'incertitude de mesure rend compte à la fois, et de manière combinée, de :

- La justesse de la mesure : le résultat annoncé constitue-il une bonne estimation de la « valeur vraie », en général inaccessible ?
- La fidélité de la mesure : si la mesure était dupliquée (dans le même laboratoire d'analyses le même jour, un autre jour, ou dans un autre laboratoire d'analyses), quelle serait la différence observée ?

De multiples méthodes, basées sur le calcul ou au contraire sur la répétition expérimentales, peuvent être employées pour estimer l'incertitude. Elles sont représentatives de sources de variabilité différentes, qui ont chacune leur utilité suivant le contexte d'utilisation du résultat de mesure. Toutefois, la présentation de cette caractéristique intrinsèque de la mesure ne permet pas toujours de savoir si les différentes parties attachent la même signification à ce paramètre, et si c'est bien cette signification qui est pertinente dans le contexte qui les réunit.

C'est pourquoi, entre 2000 et 2003, les laboratoires d'analyses et représentants des pouvoirs publics réunis à l'AFNOR au sein de la commission de normalisation T90Q « qualité de l'eau-assurance qualité des mesures physico-chimiques », ont élaboré la norme NF T90-220, afin de publier la liste des protocoles pertinents d'estimation de l'incertitude de mesure pour l'analyse physico-chimique des eaux, ainsi que des recommandations d'emploi.

L'incertitude associée à un résultat de mesure peut être estimée selon l'une des 3 approches suivantes :

- Approche 1 « type GUM¹ » : cette approche repose sur un calcul selon la norme EN 13005, prenant en compte des valeurs issues du contrôle métrologique du processus de mesure, et un part de variabilité attribuée à l'échantillon. Elle nécessite la décomposition mathématique complète du processus de mesure. L'approche GUM peut être utilisée dans tous les cas (si le modèle mathématique peut être décrit) et doit être appliquée à des matrices et des niveaux de concentrations généralement rencontrés par le laboratoire d'analyses. Seule cette approche permet d'évaluer l'importance relative des différentes sources d'incertitude. C'est l'approche la plus difficile à mettre en œuvre de façon générale.

¹ Norme NF ENV 13005 -1999- (GUM) : « Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure »

- Approche 2 « *type carte de contrôle* » : cette approche, découlant de l'exploitation des cartes de contrôle du processus de mesure, réalisées à partir de l'analyse de solutions synthétiques/matériaux de références certifiés, caractérise la dispersion des valeurs qui pourraient être observée en cas de nouvelle analyse de l'échantillon par le même laboratoire d'analyses dans un délai compatible avec sa conservation.

Si elle est réalisée sur un matériau de référence représentatif de la matrice à un niveau de concentration, l'incertitude est exploitable directement à ce niveau de concentration. Si elle est réalisée sur un matériau synthétique à un niveau de concentration, l'incertitude représente a priori une incertitude minimisée qui ne tient pas compte entre autre de l'effet matrice de l'échantillon à ce niveau de concentration. La valeur d'incertitude ainsi déterminée n'est utilisable qu'au(x) niveau(x) de concentration étudié(s).

- Approche 3 « *type essais interlaboratoire* » : l'incertitude indiquée résulte de l'exploitation des données issues des essais interlaboratoires auquel le laboratoire d'analyses a participé. Elle représente la valeur maximale de la dispersion couramment observée pour des résultats produits par plusieurs laboratoires d'analyses différents sur le même échantillon.

L'approche 1 est rare en analyse instrumentale (ex : MES par méthode gravimétrique), la décomposition mathématique totale d'un processus de mesure étant complexe et les calculs résultants longs.

Suivant le but poursuivi, les approches 2 ou 3 pourront être recevables :

- L'approche 2 réalisée sur un matériau synthétique est acceptable pour la détermination des métaux sur les eaux sans effet matrice ;
- L'approche 4 donnera une évaluation de la variation induite par l'intervention de plusieurs laboratoires d'analyses en même point de mesure.

Dans tous les cas, il convient de vérifier que ces approches ont été mises en œuvre sur le domaine de concentrations étudiées.

GUIDE DES PRESCRIPTIONS TECHNIQUES POUR LA SURVEILLANCE PHYSICO-CHIMIQUE DES MILIEUX AQUATIQUES

Proposition d'une liste des éléments techniques à fournir par le titulaire du marché

Version 2011

Ces exigences s'appliquent au titulaire du marché et à l'ensemble des sous-traitants.

Avec l'offre :

- ⇒ Document précisant notamment les moyens que le titulaire (ainsi que sous-traitant et cotraitant) mettra à disposition pour assurer la réalisation de la prestation dans les meilleures conditions. Il listera notamment les documents de référence à respecter et proposera un **synoptique** des intervenants habilités (nominatif) en précisant leur rôle et responsabilité dans le processus de l'opération. Ce document détaillera également les réponses aux exigences du CCTP qui ne seraient pas pris en compte par le système d'assurance qualité.
- ⇒ Constitution de l'équipe de prélèvement (2 personnes)
- ⇒ Liste détaillée des préleveurs et preuve de leur qualification (formation)
- ⇒ Les procédures principales relatives aux opérations de prélèvement (par exemple organisation d'une campagne de prélèvement, suivi météorologique des appareillages de terrain, méthodes de prélèvement, moyens mis en œuvre pour s'assurer de l'absence de contamination du matériel utilisé, conditionnement et acheminement des échantillons jusqu'au laboratoire d'analyses).
- ⇒ Procédure de contrôle à réception des flacons, glacières, systèmes de filtration
- ⇒ Protocole de nettoyage du matériel d'échantillonnage (avant campagne et pendant la campagne)
- ⇒ Méthodologie « Blanc de filtration – Blanc de matériel d'échantillonnage » si différente de celle présentée en annexe
- ⇒ Le Certificat COFRAC de la sonde de température ou du thermomètre et copie des certificats de raccordement au système international pour les solutions étalons (pH, conductivité).
- ⇒ Critères d'acceptabilité de la conformité d'un appareil mis en œuvre sur le terrain. (ex : pH : 5 % à 10% de la valeur de l'étalon)
- ⇒ Description du moyen utilisé pour contrôler la température de l'enceinte frigorifique et démonstration de sa performance
- ⇒ Procédure de contrôle des échantillons à réception au laboratoire
- ⇒ Preuve de l'agrément avec la liste des paramètres agréés, les matrices concernées et les méthodes utilisées
- ⇒ Reconnaissance Qualité : Accréditation : justificatifs d'accréditation sur les opérations de prélèvement (si disponible) et d'analyses de substances dans les matrices concernées (numéro d'accréditation + extrait de l'annexe technique sur les substances concernées)
- ⇒ Rapport justifiant les performances des méthodes proposées avec indication du processus analytique en fonction des matières en suspension pour les paramètres organiques
- ⇒ Dossier de validation des méthodes non normalisées, conçues/développées par le laboratoire, normalisées mais employées en dehors de leur domaine d'application prévu pour les substances non accréditées

- ⇒ L'ensemble des informations liées à l'assurance qualité du prestataire d'analyse devront être synthétisées dans le tableau Performances analytiques (Paramètres, Niveau de Reconnaissance, Méthodes, LQ, Rendement de préparation, Blanc, Incertitude...)
- ⇒ Pour chaque type de matrice, préciser le délai de conservation des extraits, minéralisats, sédiments destinés le cas échéant, à des analyses complémentaires
- ⇒ Procédure de vérification et de confirmation de résultats
- ⇒ Procédure de contrôle de la performance analytique (LQ et incertitude, blancs, rendements)
Liste des matériaux certifiés utilisés et synthèse de performance de ces matériaux

Avant chaque campagne :

- ⇒ Liste détaillée du personnel impliqué dans chaque campagne (constitution de l'équipe de 2 personnes) et preuve de qualification

A la fin du contrat :

- ⇒ Pour les eaux souterraines et les plans d'eau, fournir la liste mise à jour des propriétaires et/ou des exploitants des points de suivi

GUIDE DES PRESCRIPTIONS TECHNIQUES POUR LA SURVEILLANCE PHYSICO-CHIMIQUE DES MILIEUX AQUATIQUES

Module spécifique DOM

Transport et Acheminement des échantillons en provenance des DOM

(Propositions en attente des conclusions des travaux AQUAREF 2011).

Version 2011

- Prélèvement des échantillons sur site et transport en enceinte réfrigérée
- Regroupement et expédition vers la métropole des échantillons à la fin de chaque journée de prélèvement (*cas où les analyses sont réalisées en métropole*)
- Conditions d'expédition: identification des colis et des échantillons, stockage en enceintes réfrigérées capables de maintenir une température à $5 \pm 3^{\circ}\text{C}$ jusqu'à la réception au laboratoire.
- Transport aérien.
- Arrivée à l'aéroport : prise en charge des échantillons par un transporteur afin qu'ils soient acheminés au laboratoire dans les 12 heures qui suivent l'atterrissage. La température des enceintes devra être contrôlée dès réception au laboratoire.
- La planification des prélèvements est importante pour optimiser le délai de prise en charge par le laboratoire et limiter les stockages prolongés. Les échantillons devront être pris en charge immédiatement et analysés en priorité dans les 24 heures.
- La planification des campagnes est primordiale. Elle devra être organisée en fonction du trafic aérien et tenir compte de la date d'arrivée sur le sol de la métropole.

Afin de pouvoir réaliser cette étape dans les délais impartis, il est indispensable d'avoir une bonne concertation entre le transporteur et le laboratoire.

GUIDE DES PRESCRIPTIONS TECHNIQUES POUR LA SURVEILLANCE PHYSICO-CHIMIQUE DES MILIEUX AQUATIQUES

Méthodologie : Blanc de système de filtration - Blanc de matériel d'échantillonnage

Version 2011

La filtration sur site

Plusieurs méthodologies peuvent être mises en œuvre pour filtrer l'eau prélevée sur le terrain. En général, la méthodologie choisie dépend du volume à filtrer. Les méthodologies les plus pratiquées sur le terrain sont :

- La filtration sous vide à l'aide de pompe (manuelle ou électrique), cette filtration est généralement mise en œuvre pour des volumes de l'ordre de 1000 ml,
- La filtration à l'aide d'une seringue et d'un filtre seringue, filtration mise en œuvre pour des volumes plus faibles de l'ordre de 100 à 200 ml.

La seconde méthodologie est régulièrement mise en œuvre par AQUAREF et donne de bons résultats pour la filtration des métaux sur le terrain pourvu que chaque élément ait été rincé au préalable.

Proposition d'un protocole « blanc de système de filtration sur site » :

Fréquence : *a minima* tous les XX échantillonnages

- Préparation par le laboratoire d'analyse de 500 ml à 1 litre d'eau ultra pure dans un conditionnement inerte, d'un flacon spécifique (absence de contamination, flacon pré nettoyé) destiné à l'analyse du paramètre à rechercher (métaux) identifié « Blanc d'eau ultra pure » et d'un flacon « Blanc de système de filtration sur site » destiné à l'analyse du paramètre à rechercher (métaux),
- Transport sur le terrain par le prestataire des opérations d'échantillonnage de l'eau ultra pure dans son conditionnement inerte et des différents flacons spécifiques,
- Sur le terrain, en premier lieu, le prestataire des opérations de prélèvement remplit le flacon spécifique identifié « Blanc d'eau ultra pure » avec l'eau ultra pure afin de vérifier que l'eau ultra pure utilisée est exempte de contamination,
- Sur le terrain, en second lieu, le prestataire des opérations d'échantillonnage rince, de la même façon que pour un échantillon, le flacon « Blanc de système de filtration sur site », le système de filtration (seringue ou pompe à vide) et le filtre selon la méthodologie mise en œuvre lors de l'échantillonnage des échantillons d'eau.
- Puis le prestataire des opérations d'échantillonnage filtre le volume nécessaire d'eau ultra pure à l'aide du système de filtration équipé du filtre rincé en vue de remplir le flacon « Blanc de système de filtration sur site » destiné à l'analyse du paramètre à rechercher.
- Cas des métaux : L'acide utilisé pour la conservation des échantillons pour métaux doit également faire partie du protocole de « blanc ». Il suffit d'acidifier le flacon « blanc de filtration » avec l'acide utilisé pour acidifier les échantillons.

Un rinçage du filtre avec l'eau du milieu étudié est obligatoire avant toute filtration.

Rappel : Il ne faut en aucun cas toucher les filtres avec les doigts mais utiliser des pinces pour les manipuler (risque de détérioration par l'acidité des mains).

Proposition d'un protocole Blanc de matériel d'échantillonnage

**Fréquence : à définir par le titulaire,
ou à la demande des commanditaires**

La réalisation d'un blanc de matériel d'échantillonnage est fortement conseillée. Elle doit être faite sur le terrain au même moment que les opérations d'échantillonnage. Pour une exploitation correcte de ces blancs, l'analyse devra être réalisée en même temps que les échantillons. Dans le cas où un blanc de matériel d'échantillonnage n'est pas réalisé systématiquement, le commanditaire suite à une suspicion de contamination pour un ou plusieurs paramètres pourra imposer au titulaire de réaliser un blanc de matériel d'échantillonnage sur ces paramètres lors de la campagne suivante.

Selon le milieu étudié, la faisabilité en routine d'un blanc de matériel d'échantillonnage sera plus ou moins contraignante (surtout dans le cas des eaux souterraines). Elle reste envisageable et fortement conseillée pour les cours d'eaux et les plans d'eau où les matériels d'échantillonnage sont plus compacts.

- Préparation par le laboratoire d'analyse de x litres d'eau ultra pure dans un conditionnement inerte, d'un flacon spécifique (absence de contamination, flacon pré nettoyé) destiné à l'analyse des paramètres problématiques (ex : phtalates et/ou métaux) identifiés « Blanc d'eau ultra pure » et d'un flacon « Blanc de matériel d'échantillonnage » afin de vérifier le protocole de nettoyage des matériels sur site pour les paramètres problématiques,
- Transport sur le terrain par le prestataire des opérations d'échantillonnage de l'eau ultra pure dans son conditionnement inerte et des différents flacons spécifiques,
- Sur le terrain, en premier lieu, le prestataire des opérations d'échantillonnage remplit le flacon spécifique identifié « Blanc d'eau ultra pure » avec l'eau ultra pure afin de vérifier que l'eau ultra pure utilisée est exempte du paramètre problématique,
- Sur le terrain, en second lieu, le prestataire des opérations d'échantillonnage conditionne le matériel d'échantillonnage (seau, bouteille intégrée, intermédiaire etc) selon la méthodologie mise en œuvre lors de l'échantillonnage des échantillons d'eau,
- Le prestataire des opérations d'échantillonnage prélève un échantillon du dernier rinçage à l'eau ultra pure et remplit le flacon « Blanc de matériel d'échantillonnage » destiné à l'analyse des paramètres problématiques.
- Le nombre de flacons « Blanc de matériel d'échantillonnage » et de flacons « Blanc d'eau ultra pure » sera à adapter en fonction du nombre de paramètres et les quantités nécessaires en vue de l'analyse.

Les paramètres identifiés à ce jour comme problématiques et pour lesquels il est conseillé de réaliser ce type de contrôle qualité sont :

Classe polluants	Blanc matériel d'échantillonnage	Remarques
Phtalates	oui	Matériel d'échantillonnage en plastique, tuyaux....
HAP	oui	Routes, prélèvements sur engins motorisés ...
Métaux	oui	Matériel d'échantillonnage en plastique, tuyaux....
Etc....		