



Techniques d'échantillonnage en vue d'analyses physico-chimiques

2016



- **Prélèvement ou échantillonnage ?**
- **Notion d'incertitude**
- **Domaine d'application**
- **Références**
- **Elaboration d'un plan d'échantillonnage**
- **Préparation de l'échantillonnage**
- **Consignes de l'échantillonnage**
- **Conditions de terrain**
- **Mesures sur le terrain**
- **Conservation et manipulation des échantillons**
- **Assurance qualité**

Prélèvement ou échantillonnage ?



Notion d'incertitude

- Souvent l'étape de l'échantillonnage n'est pas inclus dans l'estimation des incertitudes
- Réaliser le prélèvement selon une méthode définie
- Appliquer les aspects d'une assurance qualité pour le prélèvement



- Depuis 2015:
Accréditation de l'échantillonnage pour les matrices des eaux de surface et des eaux usées
- Rédaction d'une procédure d'échantillonnage

Notion d'incertitude

- Rédaction d'un rapport d'incertitude
- Les 5 m (matériel, méthode, matière, main d'œuvre, milieu)



Alzette? Sûre?

Domaine d'application

Echantillonnage ponctuel

Eaux potables	Eaux de surface		Eaux usées
	Physico-chimie	Micro- biologie	
X	#	#	#

autorisé et sous accréditation

X autorisé mais hors accréditation

Références

ISO 17025 Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais

ISO 19458 : Qualité de l'eau : Echantillonnage pour analyse microbiologique

EN ISO 5667-1 Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 1 : Lignes directrices pour la conception des programmes et des techniques d'échantillonnage

EN ISO 5667-3 Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 3 : Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau

EN ISO 5667-4 Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 4 : Guide pour l'échantillonnage des eaux et des lacs naturels et des lacs artificiels

EN ISO 5667-5 Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 5 : Guide pour l'échantillonnage de l'eau potable et de l'eau utilisée dans l'industrie alimentaire et des boissons

EN ISO 5667-6 : Qualité de l'eau – Echantillonnage- Partie 6 : Guide pour l'échantillonnage des rivières et des cours d'eau

EN ISO 5667-10 : Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 10 : Guide pour l'échantillonnage des eaux résiduaires

EN ISO 5667-11 : Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 11 : Guide pour l'échantillonnage des eaux souterraines

EN ISO 5667-12 : Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 12 : Guide pour l'échantillonnage des sédiments

EN ISO 5667-13 : Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 13 : Guide pour l'échantillonnage de boues provenant d'installations de traitement de l'eau et des eaux usées

EN ISO 5667-14 : Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 14 : Lignes directrices pour le contrôle de la qualité dans l'échantillonnage et la manutention des eaux environnementales

EN ISO 5667-15 : Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 15 : Guide général pour la préservation et le traitement des échantillons de boues et de sédiments

EN ISO 5667-16 : Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 16 : Lignes directrices pour les essais biologiques des échantillons

EN ISO 5667-17 : Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 17 : Lignes directrices pour l'échantillonnage des sédiments en suspension

Le prélèvement d'échantillons en rivière – Techniques d'échantillonnage en vue d'analyses physico-chimiques – Agence de l'eau Loire – Bretagne

Elaboration d'un plan d'échantillonnage

- Prélèvement représentatif
- Tenir compte des variations (p.ex. cycles saisonniers)

Directive 2000/60/CE (directive cadre sur l'eau)

RGD du 15.01.2016 relatif à l'évaluation de l'état des masses d'eau de surface

- Contrôle de surveillance, opérationnel, d'enquête
- Station à finalité de connaissance générale, de connaissance de l'impact d'un rejet, de connaissance de l'aptitude à un usage

Préparation de l'échantillonnage

- **planifier le chemin à suivre selon le plan d'échantillonnage**
- **revoir les sites de prélèvement et éventuellement imprimer les fiches descriptives pour mieux se retrouver**
- **s'équiper des bouteilles d'échantillonnage**
- **étiqueter les bouteilles de prélèvement**
- **calibrer les appareils et veiller à ce qu'ils soient dans un bon état**
- **se munir de l'outil opportun servant au prélèvement**



Consignes d'échantillonnages

EVITER LA POLLUTION PENDANT L'ÉCHANTILLONNAGE

Sources de pollution

- les flacons, les entonnoirs, les pelles, les spatules et autres équipements
- une pollution provenant du site de prélèvement pendant l'échantillonnage
- une pollution par les mains, les doigts, les gants et la manipulation en général
- des réactifs dégradés



Consignes d'échantillonnages

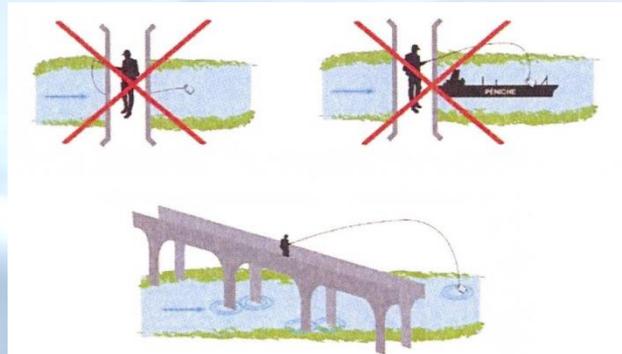
- éviter le prélèvement des échantillons sur des zones dangereuses telles que les berges instables. En cas d'impossibilité, il convient de mener cette opération en équipe plutôt que seul, en prenant les précautions adéquates
- réaliser les prélèvements d'échantillons à partir d'un pont plutôt que du rivage, sauf si l'état des rivages est l'objet spécifique de l'étude



Consignes d'échantillonnage

ECHANTILLONNAGE D'UN PONT

- veiller à ce que la rivière soit assez profonde
- veiller de ne pas toucher le sol et ainsi de perturber le sol
- veiller de ne pas contaminer l'échantillon avec du matériel traînant sur le pont
- prélever de préférence du côté aval du pont pour éviter de perdre de vue le seau



Consignes d'échantillonnage

- RINCER, RINCER, RINCER
- Pour les échantillons nécessitant la détermination de paramètres physico-chimiques, remplir en principe complètement le récipient et le boucher de manière qu'il n'y ait pas d'air au-dessus de l'échantillon.
- Les bouteilles pour le mercure, les métaux et la microbiologie en font exception.



Consignes d'échantillonnage

EAUX DE BAINNADE

- Les prélèvements en vue d'analyses micro-biologiques sont réalisés à l'aide d'une perche qui peut être désinfectée avant utilisation et qui est réservée exclusivement à cet emploi.
- Lors du remplissage de la bouteille « bactério » il faut éviter de déposer le bouchon.



Conditions de terrain

LE RAPPORT D'ÉCHANTILLONNAGE

- l'emplacement du site d'échantillonnage
- la date du prélèvement et l'heure du prélèvement
- le nom de la personne ayant effectué le prélèvement
- le type de l'échantillon
- les conditions météorologiques
- les observations sur le terrain
- la température de l'eau
- la nature de tout prétraitement éventuel, y compris la conservation

Mesures sur le terrain

ACCREDITÉ POUR LES MESURES TERRAINS SUIVANTES

Paramètre	Norme
Turbidité	ISO 7027
Température	DIN 38 404
pH	ISO 10523
Conductivité électrique	ISO 7888
Oxygène dissous	ISO 17289



DISPOSITIONS POUR L'ASSURANCE QUALITE

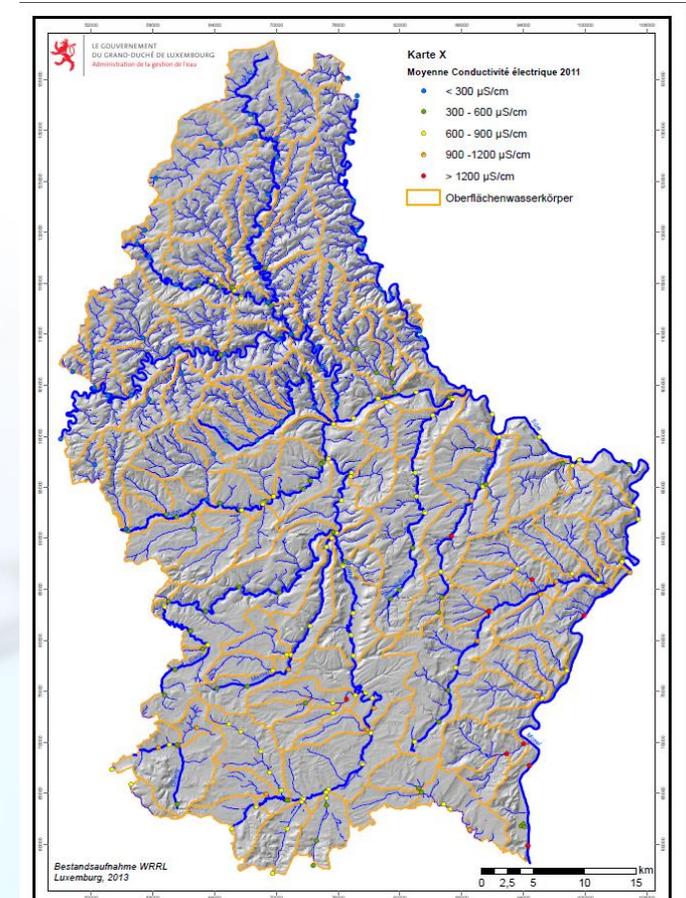
- Qualification du personnel
- Entretien des appareils de mesure
- Contrôle qualité (mesure de standards de contrôle)
- Vérifications métrologiques
- Participation à des tests interlaboratoires
- Participation aux audits interne et externe

Mesures sur le terrain

DISCUSSION SUR LES PARAMETRES

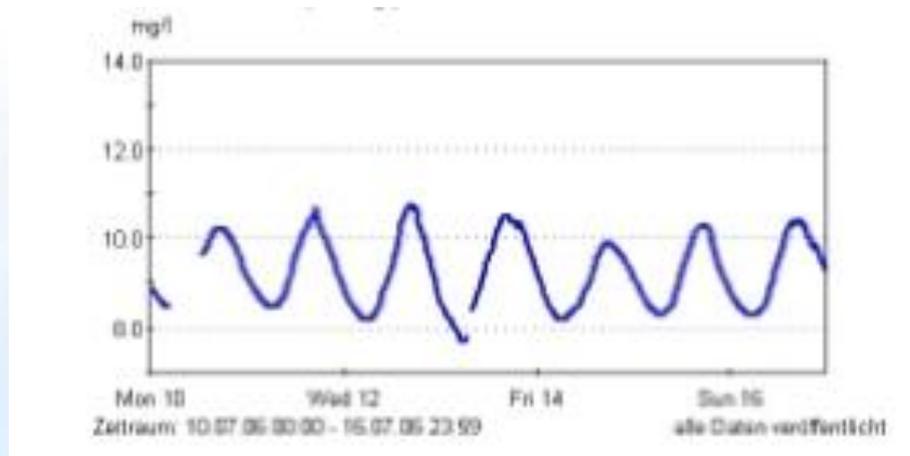
- cartes sur les moyennes annuelles
- attention aux variations saisonnières

Paramètre	Résultats usuels	Unité
Turbidité	2 - 100	FNU
Température	0 – 28	°C
pH	7.0 (Oesling) – 8.5	/
Conductivité électrique	170 (Our, Sûre supérieure) – 1400 (région est, Moselle, Ierpeldéngerbaach)	uS/cm
Oxygène dissous	3 – 20 (développement d'algues)	mg/l
Saturation en oxygène	30 – 200 (développement d'algues)	%



Mesures sur le terrain

OXYGÈNE DISSOUS



Variation journalière de la teneur en oxygène en été

Conservation et manipulation des échantillons

TRANSPORT VERS LE LABORATOIRE

- Les échantillons sont stockés à une température $< 8\text{ °C}$ pendant le transport au laboratoire
- La température de stockage est vérifiée à l'aide d'un thermomètre
- Des échantillons chargés ne devraient pas se trouver ensemble avec des échantillons propres dans le même réfrigérateur



Conservation et manipulation des échantillons

Toutes les eaux sont susceptibles de se modifier par suite à des réactions qui peuvent avoir lieu entre l'instant du prélèvement et le début de l'analyse

- **Présence de bactéries → activité biologique**
- **Oxydation de certains composés**
- **Précipitation de certaines substances ou échappement par évaporation**
- **Le pH et la conductivité peuvent être modifiés**
- **Adsorption de certains composés organiques à la surface des récipients**
- **Les produits polymérisés peuvent se dépolymériser et, inversement, les composés simples peuvent se polymériser**

Conservation et manipulation des échantillons

LIGNES DIRECTRICES D'ORDRE GENERAL

- **Ne pas fumer à proximité des échantillons**
- **Ne pas placer les échantillons ouverts près d'un ventilateur ou d'un système d'air conditionné, ou à proximité d'aliments ou de boissons**
- **Ne pas toucher les surfaces intérieures des flacons ou des bouchons avec les doigts**
- **transporter les flacons fermés hermétiquement par leur bouchon**
- **Ne pas placer de matière étrangère dans les flacons d'échantillonnage (par exemple sonde pH)**
- **chercher la présence des particules de grande taille telles que des feuilles**
- **examiner les réactifs de stabilisation avant de les utiliser**

Assurance qualité

- **Vérification de la propreté des bouteilles de prélèvement**

La propreté de chaque nouveau lot de bouteilles de prélèvements est vérifiée par la mesure de 1-3 échantillons à blanc.

- **Vérification de la propreté des outils de prélèvements**

Chaque troisième mois la propreté des outils de prélèvements est vérifiée par l'analyse d'un blanc.

Matrice	Outil de prélèvement	Location Code	Analyses à réaliser
Eaux de surface	Seau 1 (Multivan) Seau 2 (Caddy)	QC-PRELEV-1 QC-PRELEV-2	MA-16
Eaux usées	Perche équipée d'un béccher en plastique	QC-PRELEV-3	MA-21
Eaux de baignade	Perche permettant la fixation d'une bouteille stérile	/	Pas de contrôle nécessaire

Assurance qualité

- **Analyses microbiologiques**

La perche est réservée exclusivement aux prélèvements en vue d'analyse microbiologiques. Avant son utilisation elle est désinfectée par le produit « Pursept-A Xpress»

- **Nettoyage du matériel**

Le réfrigérateur et les tiroirs, ainsi que les appareils de mesure doivent être nettoyés mensuellement.

- **Audit interne**

Une fois par an l'agent réalisant l'échantillonnage est accompagné par un auditeur interne ne faisant pas partie de son unité. Lors de ces échantillonnages de routine le respect des procédures en vigueur est vérifié. Un rapport y relatif mentionnant des écarts éventuels est rédigé.



MERCI DE VOTRE ATTENTION