Guide

pour la demande de prestation d'échantillonnage et d'analyse physicochimique dans le cadre de la surveillance DCE

Cours d'eau, plans d'eau et eaux souterraines

Janvier 2018

Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

MINISTÈRE
DE LA TRANSITION
ÉCOLOGIQUE
ET SOLIDAIRE

Ministère de la Transition écologique et solidaire

www.ecologique-solidaire.gouv.fr

Guide pour la demande de prestation d'échantillonnage et d'analyse physicochimique dans le cadre de la surveillance DCE

Cours d'eau, plans d'eau et eaux souterraines
Janvier 2018

Directive 2000/60/CE du 23 octobre 2000 du Parlement européen et du Conseil établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau

Arrêté du 7 août 2015 modifiant l'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

Édito de François Mitteault, directeur de l'eau et de la biodiversité

La direction de l'eau et de la biodiversité est responsable de la mise en œuvre de la Directive cadre sur l'eau, outil communautaire dont l'objectif est de porter une politique commune en matière de gestion et de préservation de la ressource en eau. A ce titre, elle accorde une attention toute particulière à la qualité des données recueillies dans le cadre de la surveillance des milieux aquatiques car celles-ci constituent le socle sur lequel se fondent l'action locale et nationale en matière de politique publique.

En particulier, ces données sont à la base du rapportage réalisé auprès de la Commission européenne et destiné à valider la mise en œuvre de la directive ainsi qu'à évaluer l'atteinte des objectifs fixés en matière de qualité des milieux mais aussi de réduction des émissions de substances polluantes.

Tout d'abord, elles permettent de disposer d'une image aussi fidèle que possible de l'état de contamination ou de dégradation des masses d'eau afin de définir de manière raisonnée et efficace les programmes de mesure pour rétablir la qualité des milieux.

Enfin, elles illustrent l'action publique menée pour préserver la ressource et les résultats de cette action. A ce titre, elles constituent, à travers les portails de diffusion mis en place par le Ministère et ses partenaires, une source d'information pour le monde de la recherche et des gestionnaires ainsi que de sensibilisation du grand public aux enjeux environnementaux.

C'est pourquoi la mission d'appui assurée en matière de fiabilisation des données par le consortium AQUAREF, laboratoire national de référence pour la surveillance des milieux aquatiques, est essentielle. Sous la coordination de l'Agence française pour la biodiversité et conformément au schéma national des données sur l'eau, elle permet aux acteurs de terrain d'harmoniser leurs pratiques et d'évoluer collectivement vers des performances répondant aux exigences réglementaires.

Ce guide illustre cette action concertée des gestionnaires, décideurs, scientifiques et opérationnels et constitue une référence pour la collecte de données physicochimiques dans le cadre de la surveillance des milieux aquatiques prévue par l'arrêté du 25 janvier 2010 modifié établissant le programme de surveillance de l'état des eaux.

Le directeur de l'eau et de la biodiversité

François MITTEAULT

Sommaire

I. Objet du présent guide..... 6

II. Origine des prescriptions proposées..... 7

III. Définition spatio-temporelle des campagnes à réaliser... 7

IV. Exigences à formuler vis-à-vis des prestataires pour la mise en œuvre de la commande..... 8

4.1 Bonnes pratiques et coordination..... 8

4.2 Démarche qualité, hygiène et sécurité, et traçabilité..... 9

4.2.1 Démarche qualité et traçabilité..... 9

4.2.2 Hygiène et sécurité..... 10

4.3 Personnel affecté au prélèvement..... 10

4.4 Organisation des tournées..... 10

4.5 Matériel à la charge du laboratoire et consignes associées..... 11

4.5.1 Responsabilités du laboratoire d'analyse..... 11

4.5.2 Flaconnage destiné à l'échantillonnage d'eau..... 11

4.5.3 Flaconnage destiné à l'échantillonnage de sédiment..... 11

4.6 Conditions de réalisation des prélèvements sur site..... 12

4.6.1 Localisation des points échantillonnés..... 12

4.6.2 Cas d'impossibilité d'échantillonner..... 13

4.6.3 Cas de la modification d'un point d'échantillonnage..... 13

4.7 Opérations techniques de prélèvements..... 13

4.7.1 Matériel d'échantillonnage..... 13

4.7.1.1 Matériels destinés à l'échantillonnage d'eau..... 13

4.7.1.2 Matériels destinés à l'échantillonnage de sédiment..... 13

4.7.2 Mesure des paramètres physico-chimiques et hydrologiques de terrain..... 15

4.7.2.1 Paramètres physico-chimiques à mesurer..... 15

4.7.2.2 Appareillage..... 16

4.7.2.3 Autres mesures en plan d'eau..... 17

4.7.3 Opérations d'échantillonnage d'eau et conditionnement des échantillons..... 17

4.7.3.1 Protocole d'échantillonnage d'eau en cours d'eau..... 17

4.7.3.2 Echantillonnage d'eau en plan d'eau..... 19

4.7.3.3 Protocole d'échantillonnage pour les eaux souterraines..... 20

4.7.3.4 Conditionnement sur site des échantillons d'eau..... 21

4.7.4 Opérations d'échantillonnage de sédiment et conditionnement des échantillons de sédiment..... 22
4.7.4.1 Définition du protocole d'échantillonnage..... 22
4.7.4.2 Conditionnement des échantillons..... 23
4.7.4.3 Constitution d'un échantillon composite homogène..... 23
4.7.4.4 Le tamisage..... 23
4.7.5 Traçabilité documentaire des opérations d'échantillonnage..... 24
4.7.6 Conservation et transport de l'échantillon..... 25
4.8 Opérations techniques pour l'analyse des échantillons..... 25
4.8.1 Réception par le laboratoire en charge des analyses..... 25
4.8.1.1 Contrôles à réception (eaux et sédiments)..... 25
4.8.1.2 Délais de démarrage des protocoles analytiques..... 25
4.8.1.3 Prétraitement des échantillons : fractions à considérer et paramètres à déterminer au préalable..... 26
4.8.2 Méthodes d'analyses des paramètres chimiques..... 27
4.8.3 Elément méthodologiques à imposer pour certains paramètres..... 28
4.8.3.1 Paramètres physico-chimiques..... 28
4.8.3.2 Substances prioritaires, autres substances..... 30
4.8.3.3 Résultats analytiques..... 31
4.9 Restitutions des résultats d'analyse au commanditaire..... 32
V. Remerciements..... 33
VI. Références..... 34

I. Objet du présent guide

La directive 2000/60/CE dite directive cadre sur l'eau (DCE) établit un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau. L'annexe X de cette directive fixe la liste des substances prioritaires et autres polluants à suivre dans les eaux de surface. La directive fixe des objectifs de bon état chimique des eaux, de suppression ou réduction des rejets, pertes et émissions des substances prioritaires et de non dégradation de l'état des eaux.

L'évaluation de l'état DCE des masses d'eau relativement aux paramètres chimiques se base sur des prélèvements ponctuels d'eau réalisés à une fréquence définie par la directive sur le réseau de contrôle de surveillance. La présence de substances y est analysée et leur concentration comparée à une valeur seuil ou une norme de qualité environnementale fixée réglementairement, qui garantissent la protection de l'ensemble des compartiments environnementaux.

En France, les gestionnaires de cette surveillance sont les agences et les offices de l'eau. Afin d'appuyer leur action, un consortium d'instituts de recherche a été créé en 2007 sous le nom d'AQUAREF. Ce consortium regroupe le BRGM, l'Ifremer, l'INERIS, Irstea et le LNE. AQUAREF constitue aujourd'hui le laboratoire national de référence dans le domaine de la surveillance des milieux aquatiques. La direction de l'eau et de la biodiversité lui a confié la mission de développer et transférer les méthodes et outils scientifiques nécessaires à la réalisation de la surveillance actuelle et à l'anticipation de la surveillance future.

Parmi ses missions d'appui aux gestionnaires dans la mise en œuvre de la surveillance, AQUAREF s'est vu confier la tâche d'élaborer des recommandations techniques pour la réalisation des opérations d'échantillonnage et d'analyse physicochimiques à mettre en œuvre dans le cadre de la directive cadre sur l'eau et au-delà[1]. Conformément au schéma national des données sur l'eau approuvé par l'arrêté ministériel du 26 juillet 2010, cette mission est placée sous la coordination technique de l'Agence française pour la biodiversité. Le ministère de l'environnement est chargé de prescrire les recommandations qui en découlent.

Le présent guide rassemble les prescriptions techniques à mettre en œuvre dans le cadre des opérations d'échantillonnage et d'analyse physicochimiques des milieux aquatiques à des fins de surveillance chimique réglementaire telle que définie par l'arrêté du 25 janvier 2010 modifié établissant le programme de surveillance de l'état des eaux. Le périmètre de ce guide couvre les opérations d'échantillonnage et d'analyse physicochimique pour les eaux continentales de surface et souterraines, dans les matrices eau et sédiment. Il intègrera à terme les prescriptions relatives à la surveillance dans la matrice biote, à la surveillance dans les eaux littorales, et sera complété par des prescriptions spécifiques pour les régions ultra-marines.

Le présent guide a pour but d'appuyer les agences et offices de l'eau dans la rédaction des cahiers des charges relatifs à la surveillance chimique des milieux aquatiques et le dépouillement des offres des laboratoires lors des passations de marchés. Il ne constitue pas pour autant un cahier des charges type, mais ses éléments sont destinés à être repris lors de la rédaction des clauses techniques particulières lorsque ces marchés comportent des paramètres cités dans ce guide et dans l'arrêté du 25 janvier 2010 modifié.

[1] *Cf. http://www.aquaref.fr/guide-recommandations-techniques-aquaref*

II. Origine des prescriptions proposées

AQUAREF a préparé depuis plusieurs années des guides de recommandations techniques concernant les opérations d'échantillonnage et d'analyses physico chimiques. Ces guides sont révisés annuellement. Ils sont consultables à l'adresse suivante :

http://www.aquaref.fr/guide-recommandations-techniques-aquaref

Les recommandations spécifiques pour les DOM sont issues du module dédié disponible à la même adresse.

En 2016, un groupe de travail national composé de la direction de l'eau et de la biodiversité, de l'Agence française pour la biodiversité, et des agences de l'eau a réalisé un travail de synthèse, de sélection et de priorisation des recommandations du consortium AQUAREF afin d'en extraire les présentes prescriptions. AQUAREF a participé aux réunions de ce groupe de travail afin d'expliciter les recommandations de ses guides.

La rédaction finale du présent guide est sous la responsabilité du Ministère de la Transition Ecologique et Solidaire en charge de la réglementation relative à la mise en œuvre de la DCE, et de l'AFB, coordinateur technique du schéma national des données sur l'eau.

III. Définition spatio-temporelle des campagnes à réaliser

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

Les opérations d'échantillonnage demandées seront regroupées en campagnes de mesure.

La demande de prestation devra préciser sans ambiguïté chaque paramètre objet de la mesure, ainsi que la fraction, le support, l'unité d'expression ainsi que l'ensemble des caractéristiques nécessaires à l'interprétation des résultats qui doivent être rapportées simultanément.

Afin d'optimiser l'intégrité des échantillons prélevés dans les DOM, il est recommandé, dans la mesure du possible, de favoriser une analyse locale de ces substances. Pour les analyses qui ne pourront être réalisées localement, la planification des campagnes de mesures devra également être organisée en fonction des horaires des vols vers la métropole et tenir compte de la date d'arrivée sur le sol de la métropole, ainsi que des horaires ouvrables des laboratoires. Ces contraintes devront être précisées dans la demande de prestation.

Par ailleurs, compte-tenu de la dimension critique des conditions de transport des échantillons entre les DOM et la métropole, le commanditaire est invité à examiner la faisabilité de l'intégration dans ses spécifications des recommandations d'AQUAREF spécifiques aux DOM [33].

IV. Exigences à formuler vis-à-vis des prestataires pour la mise en œuvre de la commande

4.1 Bonnes pratiques et coordination

La demande de prestation devra préciser qu'au cours de l'élaboration du planning prévisionnel, le prestataire d'échantillonnage veillera notamment à conserver une cohérence d'ensemble dans ses campagnes de mesure pour les cours d'eau :

- en programmant autant que possible l'échantillonnage d'une rivière et de ses affluents au cours d'une même campagne de mesure ;
- en organisant autant que possible le sens des campagnes de mesure de l'amont vers l'aval de la rivière principale ;
- en prélevant uniquement entre le lever et les coucher du soleil.

La demande de prestation devra préciser que pour des échantillonnages effectués en aval d'un ouvrage hydroélectrique, le prestataire devra informer le gestionnaire de l'ouvrage de sa présence sur le milieu, afin de garantir la sécurité du personnel préleveur.

La demande de prestation devra définir sans ambiguïté chaque paramètre objet de la mesure, ainsi que la fraction, le support, l'unité d'expression des résultats ainsi que l'ensemble des caractéristiques nécessaires à l'interprétation des résultats qui doivent être rapportées simultanément. La commande devra en outre préciser que l'ensemble du personnel participant aux étapes d'échantillonnage, de conditionnement et de conservation de l'échantillon soit du personnel qualifié et habilité et qu'il ait pris connaissance des recommandations techniques du cahier des clauses techniques particulières du marché concerné.

Afin de garantir la qualité des mesures, la demande exigera l'organisation d'une réunion de concertation entre les prestataire(s) des opérations d'échantillonnage et le laboratoire d'analyses avant le démarrage des opérations d'échantillonnage afin de définir notamment les responsabilités réciproques des deux parties. Les parties prenantes pourront à cette occasion définir les jalons nécessaires au bon suivi des prestations Le titulaire prendra toutes les dispositions pour :

- assurer la représentativité et l'intégrité[2] des échantillons 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 (§ 4.7.1). La demande de prestation devra exiger qu'un responsable chargé d'assurer la bonne coordination entre les opérations d'échantillonnage et les analyses de laboratoire soit identifié dans l'offre.
- Cette coordination est particulièrement importante pour les étapes suivantes :
  - respecter des délais échantillonnage-analyse ;
  - respecter des consignes relatives au flaconnage, conditionnement, conservation, transport.

La demande de prestation devra spécifier que le laboratoire en charge des analyses sera responsable, sans délégation possible :

- du choix technique du matériel de flaconnage, filtration et conditionnement, en conformité avec la demande de prestation ;
- de l'approvisionnement et de la vérification de l'absence de contamination de celui-ci ;
- de la transmission des consignes d'utilisation du flaconnage, de conditionnement et de transport des échantillons environnementaux ou relatifs aux contrôles qualité.

[2] *L'attention doit notamment être portée à la fois sur les délais entre l'échantillonnage et le démarrage des opérations d'analyse et sur le respect de la chaine du froid.*

En outre la demande de prestation devra spécifier que 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 ». [1]
- 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 ». [2]
- Le guide FD T90523-3 pour les Eaux souterraines.
- Le guide FD T 90-524 « Contrôle Qualité - Contrôle qualité pour l'échantillonnage et la conservation des eaux ».

4.2 Démarche qualité, hygiène et sécurité, et traçabilité

4.2.1 Démarche qualité et traçabilité

Concernant la partie prélèvement, la demande de prestation de prélèvement devra contenir les clauses suivantes :

- L'arrêté du 27/10/2011, concernant l'agrément des laboratoires pour le Ministère de l'Ecologie, la Transition écologique et solidaire, impose aux laboratoires agréés de faire appel à un organisme accrédité pour les opérations d'échantillonnage. Il est donc demandé au prestataire préleveur d'être accrédité pour les opérations d'échantillonnage en eau et en sédiment dans les cours d'eau, dans les plans d'eau et en eau souterraine (prélèvement ponctuel pour analyses physicochimiques), dès lors que l'accréditation est ouverte par l'instance d'accréditation nationale.
- Si toutefois, le prestataire préleveur n'était pas accrédité pour les opérations d'échantillonnage en eau et en sédiment dans les cours d'eau, dans les plans d'eau et en eau souterraine, il est demandé de satisfaire aux exigences ci-dessous. Celles-ci sont considérées comme respectées pour un organisme accrédité. Le prestataire préleveur devra établir et disposer de procédures écrites détaillant l'organisation d'une campagne de mesure, 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.
- La traçabilité documentaire des opérations d'échantillonnage devra être assurée à toutes les étapes de la préparation de la campagne de mesure jusqu'à la restitution des données. En outre, le préleveur 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.
- Le préleveur rédigera avec le laboratoire en charge des analyses 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 spécifications techniques qui ne seraient pas prises en compte par le système d'assurance qualité.
- Le prestataire d'échantillonnage s'engagera à participer à toute comparaison interlaboratoires organisée par le commanditaire dans le cadre de cette opération et/ou à une comparaison interlaboratoires spécifique organisée par un tiers sur un paramètre, à la demande du commanditaire.

Des contrôles pourront éventuellement être réalisés par le commanditaire ou par un organisme indépendant dûment mandaté par le commanditaire.

Dans le cas où le préleveur revendique 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.

Concernant la partie analyse, la demande de prestation devra contenir les clauses suivantes :

- Le laboratoire en charge des analyses devra appliquer 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 laboratoire en charge des analyses)[3].

- Si les substances entrent dans le champ de l'agrément, il sera demandé que le laboratoire en charge des analyses et ses éventuels sous-traitants disposent de cet agrément.
- Dans le cas où, pour une substance donnée, le laboratoire en charge des analyses se réclame d'un système d'assurance qualité (accréditation par exemple), les résultats pour cette substance devront, sauf exception dûment justifiée et acceptée par le commanditaire, être remis sous couvert de ce système qualité. Dans son offre remise au maître d'ouvrage, le laboratoire devra préciser les critères d'exception qui conduisent à la remise d'un résultat hors accréditation (délais de réception, température,...).
- Le laboratoire en charge des analyses devra mettre en œuvre, pour chaque méthode, les contrôles nécessaires permettant d'assurer la fiabilité des résultats (participation à des comparaisons interlaboratoires, utilisation de matériaux de référence certifiés, ajouts dosés, étalons marqués, cartes de contrôle, blancs de méthode et doubles analytiques,...).
- Le laboratoire en charge des analyses rédigera, si possible avec l'organisme préleveur, un plan d'assurance qualité (PAQ). Ce document précisera notamment les moyens que l'organisme d'analyse (ainsi que sous-traitant et co-traitant) mettra à disposition pour assurer la réalisation des analyses dans les meilleures conditions et la responsabilité des différentes parties. 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 modalités de mise en œuvre des présentes prescriptions techniques qui ne seraient pas prises en compte par le système d'assurance qualité du laboratoire en charge des analyses. Le PAQ devra spécifier la façon de qualifier les blancs (terrains et labo) et l'usage qui sera fait des résultats sur ces blancs, notamment l'impact de cet usage sur les résultats des analyses produites au travers du marché. Les processus impliqués devront être tracés de façon à pouvoir faire l'objet d'une vérification par le commanditaire ou un auditeur externe.

La commande devra en outre préciser que la traçabilité documentaire des opérations sera assurée par le prestataire à toutes les étapes depuis la préparation de la campagne jusqu'à la restitution des données.

4.2.2 Hygiène et sécurité

La commande devra préciser que pour des raisons de sécurité et de qualité des opérations :

- il est imposé au préleveur que chaque opération de terrain soit assurée par une équipe composée *a minima* de 2 personnes.
- le personnel préleveur devra disposer des équipements de protection individuels adéquats (EPI : gants, lunettes, combinaisons, bottes, masques, casques, gilets, harnais etc....) et 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).

4.3 Personnel affecté au prélèvement

La demande de prestation devra préciser que :

- les prélèvements seront réalisés par un personnel qualifié, tant en ce qui concerne l'échantillonnage lui-même que les mesures sur site ; les spécifications techniques devront être lues et signées par chaque personnel participant aux opérations d'échantillonnage.
- la liste détaillée du personnel impliqué dans le marché et les éléments attestant de la compétence de ce personnel sera à fournir au commanditaire.

4.4 Organisation des tournées

La commande devra exiger que les prélèvements se fassent exclusivement aux endroits indiqués, entre le lever et le coucher du soleil.

[3] *L'accréditation par un organisme national d'accréditation répond à cette exigence.*

4.5 Matériel à la charge du laboratoire et consignes associées

4.5.1 Responsabilités du laboratoire d'analyse

La demande de prestation devra confier au laboratoire en charge des analyses les responsabilités suivantes :

- La fourniture aux opérateurs d'échantillonnage des consignes liées au flaconnage (nature, volume, remplissage, manipulation), à l'étiquetage, au conditionnement des échantillons sur site (réactifs, ...), aux conditions de transport, et notamment des éventuelles consignes de rinçage des flacons, avant le début de la campagne d'échantillonnage. La norme NF EN ISO 5667-3 [1] devra constituer la base de ces consignes. Il sera demandé de rincer 3 fois les flacons avec l'eau du site. Si le laboratoire préconise de ne pas rincer, il devra justifier cette pratique.
- La mise à la disposition des opérateurs d'échantillonnage des flacons (les flacons à large ouverture sont à privilégier pour les eaux de surface et les sédiments), des réactifs, des systèmes de filtration sur site (seringues, filtres, autres) et du matériel nécessaire au conditionnement et transport des échantillons (glacières, blocs eutectiques, enregistreurs de température, ...). Le matériel de transport réfrigéré doit avoir la capacité de maintenir une température de transport de 5 ± 3°C. La méthodologie retenue pour satisfaire cette exigence et sa performance doivent être décrites. Pour le suivi de la température, plusieurs moyens peuvent être mis en œuvre : pastilles, thermomètre flacon, enregistreur [14].
- La vérification et l'assurance que le matériel fourni est exempt de contamination (réalisation régulière de blancs de flaconnage par exemple selon la norme NF X06-021 : Application de la statistique – Principes du contrôle statistique de lots [15], réactifs, matériel, ...) ;
- L'identification claire des flacons vis-à-vis de l'analyse à réaliser, en particulier ceux contenant un agent de conservation. Si le laboratoire pratique le pré-conditionnement de flacons, il devra le préciser et apporter la preuve (documentaire si besoin) que la pratique de pré-conditionnement des flacons n'a pas d'impact sur la fiabilité des analyses. L'utilisation de feutres à solvant sera proscrite afin d'éviter les contaminations parasites..
- La fourniture le cas échéant du matériel nécessaire à la réalisation de contrôle qualité échantillonnage, flaconnage supplémentaire, eau de blanc, ...

Il conviendra de demander que ces éléments soient envoyés suffisamment à l'avance afin que les opérateurs d'échantillonnage puissent respecter les durées de mises au froid des blocs eutectiques.

Pour éviter les risques de casse, il conviendra de demander que des systèmes de calage des flacons fournis par les opérateurs d'échantillonnage ou le laboratoire en charge des analyses soient mis en œuvre.

4.5.2 Flaconnage destiné à l'échantillonnage d'eau

La demande de prestation précisera les exigences du tableau ci-après pour le choix des flaconnages.

Elle devra préciser aussi qu'en cas de non application de ces flaconnages, un argumentaire devra être fourni par le laboratoire pour justifier de la validité de l'alternative choisie.

4.5.3 Flaconnage destiné à l'échantillonnage de sédiment

La demande de prestation devra préciser que le laboratoire en charge des analyses aura pour responsabilité :

- De fournir le nombre de flacons nécessaires selon les polluants à analyser. Ces flacons devront être de volume adapté pour permettre l'échantillonnage du sédiment en quantité suffisante.
- De fournir deux types de flacons clairement identifiés selon les polluants analysés [16], [17] :
  - verre teinté ou inox pour les composés organiques et les mesures complémentaires de caractérisation du sédiment ;
  - polyéthylène, polypropylène, téflon ou polystyrène cristal pour les métaux.
- De fournir des flacons à col large.
- De ne pas fournir de flacons ni de bouchons en plastique si des phtalates sont à analyser.

Paramètres	Type de flacon	Type de bouchon
Métaux (hormis le mercure)	Flacons en plastique (PE, PP) ou téflon (PTFE, FEP, PFA)	Bouchons non pigmentés* inertes
Mercure	Flacons en verre borosilicaté, en quartz, ou téflon (PTFE, FEP, PFA)	Bouchons non pigmentés* inertes
COV/COHV**	Flacons en verre	Opercules serti type pénicilline ou Flacons type « espace de tête » à vis, septum PTFE
Micropolluants organiques (hormis exceptions listées ci-dessous)	Flacons en verre teinté 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, aminotriazole	Flacons en plastique (PE, PP) ou téflon (PTFE, FEP, PFA)	Bouchons inertes (PE, PP, PTFE)
PFCs	Flacons en plastique (PE, PP ; à l'exclusion du téflon type PTFE, PFA, FEP)	Bouchons inertes (PE, PP)
Acide monochloroacétique	Flacon en verre inactinique	Bouchons inertes (avec capsule téflon)

**non colorés, afin d'éviter le relargage de sels métalliques*

***il est conseillé de dupliquer cet échantillon afin d'avoir la possibilité de réaliser une deuxième détermination en tant que de besoin*

Légende :

***PP :** Polypropylène, **PE :** Polyéthylène (incluant PEBD : Polyéthylène basse densité, PEHD : Polyéthylène haute densité), **PTFE :** Polytétrafluoroéthylène, **FEP :** Ethylène-propylène fluorés, **PFA :** Perfluoroalkoxy, **PFCs :** composés perfluorés, **COV :** Composés organiques volatils, **COHV :** Composés organiques halogénés volatils*

4.6 Conditions de réalisation des prélèvements sur site

4.6.1 Localisation des points échantillonnés

La demande de prestation devra exiger que les prestataires d'échantillonnage opèrent aux stations de mesure préalablement définies. 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,...).

La demande de prestation devra exiger que le préleveur relève les coordonnées de son point d'échantillonnage, qu'il reporte ces coordonnées dans le « compte-rendu de réalisation de tournée d'échantillonnage » et dans la fiche terrain (mentionner le code BSS dans le cas des eaux souterraines). La demande de prestation précisera qu'il est impératif de renseigner cette fiche avant de procéder à la prise d'échantillon d'eau ou lors de la prise d'échantillon de sédiment.

La demande de prestation devra exiger que :

- L'échantillonnage soit réalisé systématiquement sur la même station de mesure, au point défini par les coordonnées indiquées.
- Les sites de prélèvements de sédiments fins soient adaptés par le prestataire d'échantillonnage en accord avec le commanditaire si le site initialement identifié en présentait une quantité accessible insuffisante.

4.6.2 Cas d'impossibilité d'échantillonner

La demande de prestation devra préciser qu'en d'à-sec ou, en cours d'eau, d'un écoulement nul « présence d'eau sans continuité hydraulique», le préleveur note la date et l'heure de son passage, la valeur de zéro pour le débit, et renseigne les paramètres environnementaux pertinents (température de l'air, conditions météorologiques). Dans le cas d'un écoulement nul, aucun prélèvement d'eau ne devra être réalisé même si un volume d'eau important est présent. Par contre l'opérateur pourra procéder au prélèvement de sédiments si des éléments objectifs sont établis pour indiquer que ceux-ci ont toujours été immergés à l'étiage.

La demande de prestation devra aussi préciser qu'en cas de rivière en forte crue, si le cours d'eau sort de son lit, le prestataire ne devra pas procéder à l'échantillonnage de sédiments, et de remplir la fiche terrain échantillonnage avec la mention « Crue débordante » ou « débordement du lit mineur ».

4.6.3 Cas de la modification d'un point d'échantillonnage

La demande de prestation devra prévoir que face à une situation d'impossibilité d'échantillonner 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 de mesure.

La demande de prestation précisera alors que :

- toute modification, même mineure du point d'échantillonnage devra être mentionnée dans le compte-rendu de réalisation de la 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 et il devra permettre de localiser avec précision le point exact d'échantillonnage.

Dans tous les cas, la demande de prestation exigera que les choix (de ne pas prélever ou de déplacer temporairement le point d'échantillonnage) soient expliqués et justifiés dans la fiche terrain et dans le « Compte-rendu de réalisation de campagne d'échantillonnage ».

4.7 Opérations techniques de prélèvements

4.7.1 Matériel d'échantillonnage

La demande de prestation devra préciser que le matériel d'échantillonnage utilisé devra garantir l'absence d'interférence physico-chimique avec les paramètres à mesurer.

Pour ce qui concerne les **eaux de surface**, la demande de prestation exigera que :

- Avant chaque tournée, le matériel d'échantillonnage soit préparé et conditionné selon un protocole de nettoyage défini.
- Pendant la tournée, afin d'éviter la contamination d'un échantillon par les éventuels polluants d'un échantillonnage antérieur (contamination croisée), le matériel d'échantillonnage (tuyau, seau...) soit rincé entre chaque mesure ou échantillonnage de stations de mesure différentes. Cela concerne tous les outils descendus dans le cours d'eau et tous les éléments ayant pu être en contact avec l'eau prélevée : les outils d'échantillonnage (y compris flacons intermédiaires, corde, tuyau) et les sondes destinées aux mesures physico-chimiques *in situ*.

La demande de prestation recommandera durant l'ensemble des opérations d'échantillonnage de limiter les matériels intermédiaires afin de diminuer les contaminations quel que soit le milieu échantillonné. En cas d'utilisation de matériel intermédiaire il est impératif que ce matériel soit rincé avec l'eau du site avant tout échantillonnage.

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

Pour l'échantillonnage en **plans d'eau**, lors de l'utilisation d'embarcation et afin d'optimiser l'espace de travail disponible sur celle-ci, la commande exigera que le préleveur définisse les endroits pour entreposer le matériel, assure une bonne répartition des tâches avec son binôme (limitation des contaminations), s'assure de stocker toute source potentielle de contamination (exemple : bidon de carburant, moteur) loin du matériel d'échantillonnage.

Pour l'échantillonnage **d'eaux souterraines**, la demande de prestation précisera que les tuyaux doivent être vidés après chaque opération d'échantillonnage et que pour l'échantillonnage des métaux dissous une filtration à 0,45 µm est réalisée sur site ou exceptionnellement au laboratoire.

Afin de limiter le risque de contamination croisée entre ouvrages successivement échantillonnés en eau souterraine, les consignes suivantes seront exigées :

- cas de l'utilisation d'une pompe d'échantillonnage : si la pompe de purge n'est pas utilisée pour l'échantillonnage, la pompe d'échantillonnage devra être soigneusement décontaminée entre chaque ouvrage échantillonné (ces opérations seront réalisées conformément à la description que le titulaire en a donné dans son offre), ou à défaut rincée très soigneusement en la faisant pomper l'eau du forage pendant au moins 15 minutes avant l'échantillonnage.
- Cas de l'utilisation d'un matériel d'échantillonnage autre qu'une pompe : ce matériel devra être soigneusement décontaminé entre chaque ouvrage échantillonné (ces opérations seront réalisées conformément à la description que le titulaire en a donné dans son offre).

4.7.1.1 Matériels destinés à l'échantillonnage d'eau

La demande de prestation précisera que, en dehors des matériels fourni par le laboratoire (cf.§,4.5) le prestataire pour l'échantillonnage doit sélectionner le matériel d'échantillonnage en respectant les consignes ci-dessous et la norme NF EN ISO 5667-3 [1].

Elle proscrira l'utilisation de :

- Matériaux plastiques pigmentés (plastique coloré, bouchon coloré sans capsule) et /ou en PVC (polychlorure de vinyle). Ce type de matériel est reconnu comme pouvant relarguer des métaux (zinc, cadmium etc.) et des composés organiques. [4]
- Matériaux plastiques de type polyéthylène téréphtalate (PET) pour la recherche des phtalates, ce type de plastique étant reconnu comme pouvant relarguer des phtalates.
- Raccords en laiton pour l'analyse des métaux dissous, notamment sur les chaines de pompage en eaux souterraines.

La demande de prestation devra préciser qu'en cas de non application de ces prescriptions, un argumentaire devra être fourni pour justifier de la validité de l'alternative choisie.

4.7.1.2 Matériels destinés à l'échantillonnage de sédiment

La demande de prestation précisera que quels que soient les outils utilisés, leur revêtement ne devra pas être altéré. Le choix du matériau de l'outil préleveur doit être fait de façon à limiter la contamination de l'échantillon c'est-à-dire :

- Drague manuelle ou écope : en plastique (pour l'analyse des métaux) ou en métal (pour l'analyse des composés organiques).
- Benne et carottier : préférer l'acier inoxydable.

La demande de prestation devra préciser qu'en cas de non application de ces prescriptions, un argumentaire devra être fourni pour justifier de la validité de l'alternative choisie.

4.7.2 Mesure des paramètres physico-chimiques et hydrologiques de terrain

4.7.2.1 Paramètres physico-chimiques à mesurer

La demande de prestation précisera les paramètres physico-chimiques in situ à mesurer obligatoirement (tableau 1). Les résultats des paramètres physico-chimiques in situ devront être déterminés pour chaque opération d'échantillonnage et consignés impérativement sur la fiche terrain.

Tableau 1 : *paramètres à mesurer sur site*

Paramètre	Code Sandre Paramètre	Unité	Code Sandre Unité	CE	PE	ESOU
Température de l'eau	1 301	°C	27	X	X	X
Concentration en O_2 dissous	1 311	$Mg(O_2)/L$	175	X	X	X
Taux saturation en O_2 dissous	1 312	%	243	X	X	
Conductivité à 25°C	1 303	µS/cm	147	X	X	X
pH	1 302	Unité pH	264	X	X	X
Mesure limnométrique**	1 429	mètres	111	Facultatif		
Profondeur	/	mètres	/		X	
Transparence au disque de Secchi	1 332	centimètres	13		X	
Potentiel d'oxydoréduction (EH)*	1 330	mV H+/H2	476			X
Turbidité	1 295	NFU	232			X

**EH : le potentiel de référence sera le potentiel de l'électrode standard hydrogène H+/H2*

*** La lecture de l'échelle limnométrique devra être enregistrée si l'échelle est présente et lisible sur la station*

La demande de prestation précisera que les paramètres physico-chimiques in situ doivent être mesurés :

- Prioritairement dans le cours eau et à défaut dans un récipient et après stabilisation de la valeur.
- Lors d'échantillonnage en plan d'eau, la mesure des paramètres physico-chimiques doit être réalisée sur un profil vertical au niveau de la colonne d'eau correspondant au secteur de plus grande profondeur du plan d'eau (en dehors de la zone d'influence du barrage (souvent matérialisée par une ligne de bouée) et au moment de l'échantillonnage.
- Lors d'échantillonnage en eaux souterraines, la mesure de ces paramètres servira également à déterminer la fin de purge et donc le début de la phase d'échantillonnage. Les mesures se feront par immersion des sondes dans le fluide en alimentation continue. Afin de limiter les perturbations sur les mesures des paramètres, l'écoulement devra se faire de façon non turbulente et en évitant tout contact avec l'atmosphère (notamment pour les paramètres oxygène dissous et potentiel redox). Exceptionnellement, en cas d'impossibilité de réaliser la mesure dans le fluide en alimentation continue (analyse en conditions statiques dans un bécher) ce point sera précisé dans la fiche terrain.

Pour l'échantillonnage en plan d'eau, la commande exigera que la mesure de la profondeur soit systématiquement réalisée au-dessus de la zone la plus profonde du plan d'eau avant les mesures in situ et avant toute opération d'échantillonnage. Elle devra être répétée régulièrement durant toutes les opérations d'échantillonnage afin de s'assurer que l'embarcation ne dérive pas au cours des opérations d'échantillonnage ou elle devra être réalisée au point exact précisé par le commanditaire. L'instrument de mesure de la profondeur devra être identifié et vérifié régulièrement.

Pour les plans d'eau de profondeur < 5 mètres :

- Les profils verticaux du pH, de la température, de la conductivité, de l'oxygène dissous (mg/l et %) et de la chlorophylle a (voir commentaire ci-dessus) seront à réaliser tous les 50 cm de la surface jusqu'à un mètre au-dessus du fond.

Pour les plans d'eau de profondeur entre 5 et 20 mètres :

- Les profils verticaux du pH, de la température, de la conductivité, de l'oxygène dissous (mg/l et %) et de la chlorophylle a (voir commentaire ci-dessus) sont à réaliser a minima tous les mètres de la surface jusqu'à un mètre au-dessus du fond.

Pour les plans d'eau de profondeur > 20 mètres :

- Les profils verticaux du pH, de la température, de la conductivité, de l'oxygène dissous (mg/l et %) et de la chlorophylle a (voir commentaire ci-dessus) sont à réaliser a minima tous les mètres jusqu'à 20 mètres, puis tous les 5 mètres jusqu'à un mètre au-dessus du fond.

Les mesures se feront de préférence à l'aide d'une sonde multi-paramètres.

À défaut de sonde multi-paramètres, les mesures in situ devront être réalisées préférentiellement à l'aide d'appareils de physico-chimie de terrain par immersion des sondes dans le fluide en alimentation continue. La méthodologie est présentée dans le fascicule FD T90-523-1 [2]. L'écoulement devra se faire de façon non turbulente et en évitant tout contact avec l'atmosphère (notamment pour le paramètre oxygène dissous) afin de limiter les perturbations sur la mesure des paramètres.

La mesure de la transparence sera systématiquement réalisée au-dessus de la zone la plus profonde du plan d'eau avant toute opération d'échantillonnage intégré. Elle sera réalisée par la technique du disque de Secchi. Le disque de Secchi lesté aura un diamètre de 20 cm et chaque quart de cercle sera, en alternance, de couleur noir et blanc. Le disque lesté sera immergé au bout d'un câble ou d'une corde graduée. Dans le cas d'une corde graduée, les repères visuels doivent être identifiés tous les mètres et tous les décimètres avec des marques de couleurs différentes afin de bien distinguer les unités.

Le préleveur évitera de réaliser cette mesure dans des conditions venteuses et pluvieuses et s'installera dos au soleil, de manière à ce que l'ombre de l'opérateur et celle de l'embarcation bloquent les reflets aveuglants du soleil sur l'eau. Le port de lunettes de soleil est déconseillé même polarisantes. Dans les cas où le préleveur sera obligé de faire les mesures en conditions venteuses et pluvieuses, ces conditions devront être bien consignées sur la fiche de terrain.

Pour l'échantillonnage en eaux souterraines, la commande exigera que la mesure du niveau piézométrique soit systématiquement réalisée avant pompage ainsi que, dans la mesure du possible, la mesure de la profondeur totale de l'ouvrage.

Ces deux mesures doivent être effectuées par rapport à un point de référence commun et documenté. La mesure du niveau piézométrique doit être effectuée le plus précisément possible (± 1 cm).Le niveau pris comme référence (haut du tubage par exemple ou tout autre point fixe pérenne dans le temps) ainsi que les résultats de l'ensemble des mesures devront être déterminés pour chaque opération d'échantillonnage et consignés très précisément sur la fiche terrain « échantillonnage eau souterraine » (une photo de l'ouvrage indiquant le repère choisi ou bien la réalisation d'un schéma est recommandée).

4.7.2.2 Appareillage

La demande de prestation exigera que le prestataire des opérations d'échantillonnage dispose de procédures de vérification et d'étalonnage pour l'ensemble des appareillages de terrain et que celles-ci soient accessibles aux préleveurs sur le terrain.

La demande de prestation exigera que les instruments de mesure pour les mesures in situ soient 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 d'étalonnage des instruments de mesure à des solutions étalon de pH et de conductivité raccordées et,

  - par la mise à disposition de solutions étalons pH et conductivité (par exemple solutions étalons en sachet à usage unique) aux préleveurs sur le terrain.
- Oxygène dissous : l'appareil de mesure de l'oxygène dissous devra faire l'objet de vérification de sa capacité à « descendre à zéro » (mesure dans de l'eau contenant du sulfite) et de sa capacité à mesurer 100% de taux de saturation (mesure dans de l'eau ayant subie une aération avec un bulleur type aquarium), ou autre procédure selon le type de sonde utilisé.

La demande de prestation exigera une fréquence minimale hebdomadaire d'étalonnage des instruments de mesure et une vérification a minima en début et en fin de journée d'échantillonnage. L'ensemble de ces contrôles devra être enregistré.

La demande de prestation précisera que des sondes de rechange en nombre suffisant doivent être prévues 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.

4.7.2.3 Autres mesures en plan d'eau

La demande de prestation exigera la mise en œuvre du Protocole d'échantillonnage et descripteurs morphométriques [6] pour la bathymétrie d'un plan d'eau ;

Elle précisera également que les caractéristiques hydromorphologiques (régime hydrologique, volume, marnage, linéaires de rives artificialisées, taille du bassin versant, forme de la cuvette, géologie,....) doivent être recueillies en s'appuyant sur les protocoles suivants : protocole Charli [7] et protocole Alber [8].

4.7.3 Opérations d'échantillonnage d'eau et conditionnement des échantillons

4.7.3.1 Protocole d'échantillonnage d'eau en cours d'eau

La demande de prestation exigera que l'opérateur du prélèvement s'assure de la situation hydrologique apparente et la précise sur la fiche terrain (pas d'eau, trou d'eau, moyenne eau, haute eau et crue débordante).

La demande de prestation précisera que soient privilégiés par ordre de priorité les protocoles d'échantillonnage suivants :

- Echantillonnage direct dans la veine principale d'écoulement du cours d'eau :
  - échantillonnage à pied dans le cours d'eau ;
  - échantillonnage à l'aide d'une canne d'échantillonnage équipée du flacon destiné à l'analyse.
- Echantillonnage indirect (utilisation d'un intermédiaire) :
  - à partir d'un pont ;
  - en dernier recours, de la berge avec une canne d'échantillonnage.

La demande précisera que le flacon doit être fermé directement sous l'eau afin de garantir un remplissage à ras bord. Pour les flacons contenant un stabilisant, l'échantillonnage devra être réalisé en utilisant comme intermédiaire un autre flacon de même nature, dont le contenu sera transvasé dans le flacon avec stabilisant.

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

La demande de prestation précisera que l'échantillonnage devra être réalisé, 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) et réalisé directement dans le cours d'eau à l'aide des flacons fournis par le prestataire d'analyses (sauf si ceux-ci contiennent des agents de conservation).

La demande précisera que l'opérateur doit éviter de perturber la zone d'échantillonnage (remise en suspension de sédiments). Il doit pénétrer dans le cours d'eau en aval de la zone à échantillonner. De même, durant l'étape de rinçage des flacons fourni par le laboratoire d'analyses, il devra rejeter les eaux de rinçage loin de la zone d'échantillonnage (c'est -à-dire en aval de la zone d'échantillonnage). L'opérateur devra dans tous les cas éviter d'échantillonner les eaux de surface et de remettre en suspension les dépôts du fond.

La demande de prestation indiquera d'échantillonner à 30 cm sous la surface ou à mi-hauteur de la colonne d'eau, et pour cela, d'incliner le flacon jusqu'à environ 30 cm sous la surface puis de le tourner lentement de sorte qu'il soit parallèle au lit du cours d'eau afin de permettre à l'air de s'échapper (en évitant le dégazage) et au flacon de se remplir.

4.7.3.1.2 À partir d'un pont en cours d'eau

La demande de prestation précisera d'échantillonner à partir du pont, et, selon, la configuration du pont et les éventuels obstacles présents, d'échantillonner soit en amont soit en aval de celui-ci. L'échantillonnage devra être réalisé dans la veine principale du cours d'eau hors des zones de turbulences créées par les piles du pont.

La commande exigera que, durant l'étape de rinçage des flacons et des matériels d'échantillonnage, afin d'éviter de contaminer la zone d'échantillonnage :

- les eaux de rinçage soient rejetées en aval du pont, si le prélèvement est réalisé en amont du pont ;
- les eaux de rinçage soient rejetées en aval du pont et hors de la zone à échantillonner, si le prélèvement est réalisé en aval du pont.

Dans tous les cas, le matériel d'échantillonnage (seau + corde) devra être protégé de toutes sources de contamination (ne pas poser à même le sol la corde, ne pas utiliser le matériel d'échantillonnage comme moyen pour transporter les divers équipements).

4.7.3.1.3 De la berge d'un cours d'eau

En dernier recours, la demande de prestation proposera de réaliser l'échantillonnage de la berge uniquement avec une canne d'échantillonnage. L'opérateur situé au niveau de la berge devra adapter la longueur de sa canne d'échantillonnage afin que le flacon de la canne (autre que celui destiné à l'analyse) atteigne la veine principale du cours d'eau. Positionner le flacon incliné à 45° dans la veine principale du cours d'eau, l'ouverture du flacon orientée vers l'aval.

4.7.3.1.4 Cas des grands cours d'eau

Sur certains cours d'eau, comme notamment les très grands cours d'eau, la qualité de l'eau n'est pas obligatoirement homogène sur l'ensemble du profil transversal.

Dans ces cas, la demande de prestation précisera qu'il faut constituer un échantillon composite, en mélangeant les échantillons issus des écoulements principaux. La proportion de chaque échantillon sera appréciée au cas par cas en fonction du débit de chacune des veines identifiées. L'opérateur devra réaliser la caractérisation de la station de mesure (limpidité, odeur, couleur, présence d'irisation, présence de mousses de détergents, présence de produits ligneux ou herbacés, présence de boues organiques, etc.) et effectuer les mesures des paramètres physico-chimiques au mieux sur chaque échantillon individuel ou à défaut sur l'échantillon composite. L'eau échantillonnée pour les mesures physico-chimiques ne devra en aucun cas être utilisée pour le remplissage des flacons destinés au laboratoire. L'homogénéisation des volumes s'effectuera dans un container en matériau inerte pendant plusieurs minutes. Le container devra être équipé d'un robinet afin de faciliter la distribution. La distribution de l'échantillon dans les différents flacons destinés à l'analyse sera faite, sous agitation manuelle ou contrôlée, en réalisant un remplissage fractionné des flacons. Dans ce cas bien précis, l'ensemble des matériels entrant en contact avec l'eau échantillonnée devra être rincé 3 fois avec l'eau à échantillonner avant de réaliser l'échantillonnage. La mention « échantillonnage composite » devra être alors indiquée sur la fiche de terrain ainsi que les modalités retenues pour les mesures des paramètres physico-chimiques.

4.7.3.2 Échantillonnage d'eau en plan d'eau

La demande de prestation exigera de réaliser l'échantillonnage 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). Il sera précisé de vérifier avant tout échantillonnage de bien se situer dans la zone la plus profonde du lac grâce à des mesures de profondeur (échosondeur, poulie compteuse). De même, pendant toutes les opérations d'échantillonnage, le préleveur devra s'assurer que l'embarcation ne dérive pas de ce point.

La commande précisera que :

- avant tout échantillonnage, les flacons fournis par le laboratoire d'analyses, les matériels d'échantillonnage et les intermédiaires doivent être rincés ;
- le préleveur veille à rejeter les eaux de rinçage hors de la zone à échantillonner ;
- tout le matériel sera protégé de toutes sources de contamination (bidon de carburant enfermé dans un endroit étanche, matériel d'échantillonnage non utilisé pour transporter les divers équipements, ...) ;
- le matériel d'échantillonnage devra être associé à un système fiable et précis de la mesure de la profondeur d'échantillonnage (cordage gradué, treuil avec comptage centimétrique).

4.7.3.2.1 Échantillonnage intégré sur la profondeur

La demande de prestation définira la zone d'échantillonnage en respectant le protocole défini en § 4.7.2.1 et les mesures de la transparence (hauteur égale à 2,5 fois la profondeur de disparition du disque de Secchi (transparence)). Si cette hauteur est supérieure à la profondeur du plan d'eau, la commande précisera que l'échantillonnage intégré sera réalisé de la surface jusqu'à 2 mètres au-dessus du fond.

➤ Cas des zones euphotiques < 15 m

En absence de système d'échantillonnage de type bouteille intégratrice, il devra être demandé de réaliser un prélèvement ponctuel tous les mètres sur la zone d'échantillonnage, ou tous les 0,5 m si la profondeur du plan d'eau est très faible (<5 m).

➤ Cas des zones euphotiques > 15 m

En absence de système d'échantillonnage de type bouteille intégratrice, il devra être demandé de réaliser un prélèvement ponctuel tous les 2 mètres sur la zone d'échantillonnage.

Il sera précisé que le préleveur devra prendre toutes les précautions lors de l'étape d'homogénéisation (gants nitrile, récipient inerte), qu'il veillera impérativement à ne pas conserver le récipient sous une insolation ou une pluie directe pouvant modifier la qualité de l'échantillon et à homogénéiser le contenu du récipient immédiatement avant le prélèvement du sous-échantillon.

La demande de prestation permettra préférentiellement la mise en œuvre de matériels d'échantillonnage ne nécessitant pas le passage par une étape d'homogénéisation ; toutefois, il est important de connaître la profondeur limite maximale d'utilisation de ces systèmes d'échantillonnage.

4.7.3.2.2 Échantillonnage de fond

La demande de prestation exigera de réaliser l'échantillonnage à 2 mètres au-dessus du fond du plan d'eau [9] et que la capacité des bouteilles soit adaptée afin d'éviter l'étape d'homogénéisation dans un récipient intermédiaire.

4.7.3.3 Protocole d'échantillonnage pour les eaux souterraines

4.7.3.3.1 Ouvrages sans pompe à demeure

La demande de prestation précisera de réaliser la purge de l'ouvrage comme décrit au § 4.6 du guide FD T90-523-3 [10], en considérant que la stabilisation des paramètres physico-chimiques de terrain est le critère principal de fin de purge et de début des opérations d'échantillonnage proprement dites. En parallèle, il sera demandé par défaut de respecter un nombre minimum de volume de la colonne d'eau fixé à 2-3 pour le volume de purge. La commande pourra prévoir de se contenter, dans des cas exceptionnels (forages très profonds, puits...), de vérifier la stabilité des paramètres physico chimiques (cf. les critères de stabilité par défaut ci-dessous). La commande exigera de consigner toutes ces notes sur la fiche terrain « échantillonnage eau souterraine ».

La demande de prestation précisera qu'en phase de purge et d'échantillonnage, la pompe sera positionnée au niveau de l'aquifère à prélever, entre la moitié et le tiers inférieur de la zone crépinée tout en vérifiant que ce critère n'entraine pas une position trop proche du fond: une distance minimale de 1 à 2 m au-dessus du fond devra être respectée. A défaut d'information sur la profondeur de l'aquifère à prélever ou de la position de la zone crépinée, la commande exigera que la pompe soit positionnée au tiers inférieur de la colonne d'eau.

La demande de prestation exigera de suivre le niveau piézométrique dynamique régulièrement suivi durant les phases de purge. Sauf cas particulier, il sera demandé d'adapter le débit de purge afin que le rabattement soit le plus faible possible et constant ; le titulaire devant alors disposer du matériel adapté (utilisation de pompe à débit variable). La commande exigera de consigner toutes ces mesures sur la fiche terrain « échantillonnage eau souterraine », ainsi que le rabattement maximal.

La demande de prestation demandera qu'en phase de purge, les paramètres physico-chimiques suivants soient suivis : pH, conductivité, température, oxygène dissous, potentiel rédox (EH). Sauf impossibilité technique liée par exemple à un assèchement de l'ouvrage, la demande de prestation définira comme critère de fin de purge et de début d'échantillonnage la stabilisation des paramètres physico-chimiques (pH, conductivité, température) ; une attention particulière devra alors être apportée à la vérification de cette stabilisation.

Les critères de stabilité précisés dans la commande, par défaut, seront les suivants :

- pour le pH : 0,05 U pH ;
- pour la température : 0,2°C ;
- pour la conductivité : 5 % si inférieur à 500 µS/cm, 2 % si inférieur à 2 000 µS/cm et 1 % si supérieur à 2 000 µS/cm.

La stabilité devra être jugée sur la base de 3 mesures « identiques » (cf. les critères de stabilité ci-dessus) sur un intervalle de 10 minutes. (Cette stabilité est vérifiée en phase de purge en maintenant les conditions de purge constantes).

La commande exigera de consigner tous ces résultats de mesure et notamment ceux indiquant la stabilisation dans les fiches terrain. Dans le cas où ces critères ne pourraient être respectés, ceci devra être consigné dans cette fiche terrain.

Durant la phase d'échantillonnage (remplissage des flacons) la commande précisera que le débit de pompage sera réduit afin notamment de limiter les biais liés à l'échantillonnage des substances volatiles et semi-volatiles.

4.7.3.3.2 Puits ou forages équipés de moyens de pompage

La demande de prestation alertera l'opérateur d'échantillonnage sur le fait de bien échantillonner une eau brute non traitée, la plus représentative de la ressource captée, sur tous les points d'échantillonnage

Pour les captages destinés à l'alimentation en eau potable (AEP), la commande précisera d'effectuer l'échantillonnage à l'amont de tout traitement et de les effectuer, en cas d'impossibilité, après l'arrêt de ces traitements pendant une durée suffisante pour ne pas interférer avec les analyses.

En cas de chloration, il devra être précisé de contrôler l'absence de chlore par une mesure du taux de chloration afin de vérifier :

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

Les consignes de purge de l'ouvrage et de suivi des paramètres physico-chimiques décrites pour les ouvrages sans pompe à demeure s'appliquent également. Cependant, la commande précisera que les consignes de purge décrites en § 4.7.3.3.1 doivent être adaptées car l'eau de ces ouvrages est en général régulièrement renouvelée : on veillera uniquement à purger tout le système de robinetterie et de stabiliser les paramètres physico-chimiques.

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

Pour les ouvrages non ou peu utilisés : la commande précisera d'effectuer les échantillonnages dans les mêmes conditions de stabilisation des paramètres physico chimiques que ceux décrits pour les ouvrages sans pompe à demeure.

4.7.3.3.3 Échantillonnage de sources

La commande précisera que l'échantillonnage doit être réalisé au plus près de l'émergence. Celle-ci peut être repérée par l'intermédiaire d'une mesure de conductivité de pH, d'oxygène ou de température. Le débit au moment de l'échantillonnage doit être évalué dans la mesure du possible.

Exceptions : Si la source est captée, la demande de prestation se réfèrera aux principales recommandations définies dans le paragraphe « Puits ou forages équipés de moyens de pompage ». La source peut être considérée comme un ouvrage en pompage permanent.

Dans d'autres cas (bouillonnement par exemple) assimilables à un échantillonnage en cours d'eau, il est effectué en se référant aux recommandations pour les eaux de surface.

4.7.3.4 Conditionnement sur site des échantillons d'eau

La demande de prestation alertera sur le fait que 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...) et que, lors d'un échantillonnage en plan d'eau, le moteur du bateau devra être arrêté et la zone de travail protégée (loin des sources de contamination : essence, graisse etc.). La commande exigera le port de gants « nitriles » pour les opérations de conditionnement des échantillons.

Dans le cas de l'utilisation d'un intermédiaire (seau, container), la commande précisera que celui-ci doit être muni d'un bec verseur ou d'un robinet. Afin d'éviter tout phénomène de décantation (en cas de présence importante de MES), la commande précisera que le conditionnement de l'échantillon sera fait, sous agitation manuelle, en réalisant un remplissage fractionné des flacons et que les flacons devront être remplis avec précaution en évitant le barbotage et l'emprisonnement d'air à la fermeture (sauf exception).

Cas des échantillons destinés à l'analyse des micropolluants organiques : la commande précisera que le port de gants en plastique de type latex est à proscrire pour l'échantillonnage de ces composés (préférer l'utilisation de gants nitriles).

Cas des composés organiques volatils (COHV): la commande précisera que des précautions particulières sont à mettre en œuvre afin d'éviter la perte par dégazage, que l'homogénéisation du volume prélevé est à proscrire, de remplir en premier et lentement le flacon identifié « COHV » en évitant toute perturbation et, dans tous les cas, de respecter les consignes fournies par le prestataire d'analyse.

Cas des échantillons d'eau souterraines destinés à l'analyse des métaux : la commande rendra obligatoire la filtration sur site à 0,45 µm par des personnels habilités. Des « blancs de filtration » seront à exiger. La fréquence précise doit être définie par l'organisme d'échantillonnage dans son PAQ (cf. §5.2.1).

4.7.4 Opérations d'échantillonnage de sédiment et conditionnement des échantillons de sédiment

4.7.4.1 Définition du protocole d'échantillonnage

4.7.4.1.1 Nature du sédiment et épaisseur prélevée

La demande de prestation précisera que les divers points échantillonnés à la station, qui constitueront in fine l'échantillon composite, doivent présenter si possible des sédiments fins vaso-organiques.

Dans le cas d'un échantillonnage annuel, la demande de prestation définira l'épaisseur prélevée aux 2 à 3 premiers cm uniquement, quel que soit le milieu.

4.7.4.1.2 Outil préleveur

La demande de prestation précisera que l'outil doit préserver l'intégrité de la surface du sédiment et permettre de sous-échantillonner une épaisseur choisie.

- Pour les faibles profondeurs : la commande précisera que l'outil préleveur sera une drague manuelle [12], [13] ou écope et alertera sur le fait de ne pas mélanger les différentes strates (épaisseurs) du sédiment lors du raclage.
- Pour les moyennes et grandes profondeurs : la commande précisera que l'outil préleveur sera la benne type Eckman et que le sédiment sera ensuite sous-échantillonné afin d'échantillonner exactement l'épaisseur souhaitée.
- Pour toutes les profondeurs : la commande permettra aussi d'utiliser le carottier, manuel pour les faibles profondeurs ou mécanique pour les profondeurs plus importantes.

4.7.4.1.3 Protocole d'échantillonnage

La demande de prestation précisera que les étapes de prélèvement de sédiments doivent être réalisées en utilisant des matériels distincts selon que les analyses visées concernent des métaux d'une part, et des composés organiques d'autre part (cf. §4.5.3).

La demande de prestation alertera sur le fait que dans tous les cas les outils sont déployés sur site en prenant les précautions suivantes :

- Remonter l'outil lentement afin de minimiser au maximum le lessivage du sédiment.
- Dans le cas d'échantillonnage par benne ou carottier, il est nécessaire de procéder à un sous-échantillonnage afin de ne pas échantillonner le sédiment en contact de l'outil préleveur (risques de contamination et phénomène de friction qui perturbe la stratification). Le sous-échantillonnage devra être réalisé à l'aide d'outils en plastique pour le sédiment destiné à l'analyse des métaux et à l'aide d'outils en acier inoxydable pour le sédiment destiné à l'analyse des composés organiques.

Quelque soit le type d'outil préleveur sélectionné, il sera exigé de suivre les consignes suivantes :

- Afin d'obtenir un échantillon représentatif de la station de mesure, plusieurs échantillons seront prélevés. La commande définira un minimum de 3 points, et plus si cela est nécessaire afin d'obtenir un volume de sédiment suffisant pour l'analyse, ceci en particulier dans le cas de la présence d'une très faible couche de sédiment fin sur la station de mesure.

- En cours d'eau, les points d'échantillonnage devront se situer sur un emplacement non perturbé par la présence du préleveur (en amont de celui-ci, et en un endroit non exploité par un échantillonnage précédent). Il est recommandé d'échantillonner si possible au moins un point rive gauche, un point au centre du chenal et un point rive droite et de s'assurer d'échantillonner des sédiments qui ont toujours été immergés (éviter les berges). Afin de recueillir le maximum de particules fines, choisir les points qui privilégient :
  - les zones de dépôt visibles (sédiments fins, vaso-organiques de couleur sombre, éviter les échantillons sableux) ;
  - les zones concaves ;
  - les zones de végétation aquatique ;
  - les zones où la vitesse du courant est faible (<10 cm/s environ).
- En plan d'eau, les points d'échantillonnage devront être réalisés au point de plus grande profondeur (afin de prélever à l'endroit le plus représentatif de la station de mesure là où les sédiments sont les moins perturbés). Une bathymétrie devra donc être réalisée au préalable. Il est recommandé d'échantillonner au moins 3 points différents, espacés d'un mètre ou deux environ, pour un même échantillon.

4.7.4.2 Conditionnement des échantillons

La demande de prestation alertera sur le fait que 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...) et que, lors d'un échantillonnage en plan d'eau, le moteur du bateau devra être arrêté et la zone de travail protégée (loin des sources de contamination : essence, graisse etc.). La commande exigera le port de gants « nitriles » pour les opérations de constitution des échantillons.

Pour toute analyse, la commande exigera de s'assurer que les flacons destinés au laboratoire soient bien remplis à ras-bord, afin de limiter l'oxydation du sédiment, sauf en cas de spécifications particulières du laboratoire d'analyses.

4.7.4.3 Constitution d'un échantillon composite homogène

La demande de prestation précisera que si le flacon fourni par le laboratoire est jugé de taille suffisante pour contenir un échantillon considéré homogène, il n'y a pas d'homogénéisation à effectuer sur le terrain.

Complémentairement, elle indiquera que si le flacon fourni par le laboratoire est jugé trop petit pour contenir un échantillon considéré homogène, le sédiment doit être prélevé en quantités suffisantes et semblables sur les différents points échantillonnés sur site, versé dans un contenant intermédiaire non contaminant vis à vis des polluants à rechercher, et enfin mélangé à l'aide d'une spatule de composition inerte également. Une fraction de ce sédiment mélangé devra ensuite être versée dans le flacon destiné au laboratoire.

La commande précisera de veiller à ce que cette étape d'homogénéisation des prélèvements individuels soit effectuée à l'abri des sources de contamination (fumée des moteurs, cigarette, ...).

4.7.4.4 Le tamisage

La demande de prestation exigera un tamisage < 2 mm, obligatoire avant l'analyse, réalisé de préférence sur site. Dans tous les cas, la commande exigera que le personnel ait suivi une formation adéquate pour cette opération de tamisage et de conditionnement. De même elle précisera qu'en cas de tamisage non réalisé sur site, l'échantillon soit transporté en glacière à 5 ± 3°C et tamisé dès réception au laboratoire, au plus tard le lendemain de l'échantillonnage.

La commande précisera de limiter au maximum tout contact de l'échantillon avec des matériaux ou matériel pouvant contaminer l'échantillon à l'occasion de la filtration. Le port de gants en plastique de type latex est à proscrire pour l'échantillonnage de ces composés (préférer l'utilisation de gants nitriles).

4.7.5 Traçabilité documentaire des opérations d'échantillonnage

La demande de prestation devra exiger que l'ensemble des opérations de terrain soit consigné sur une fiche terrain échantillonnage. Les éléments suivants seront à y reporter :

- nom et code de la station de mesure (code BSS pour les eaux souterraines) ;
- nom et code national du plan d'eau ;
- coordonnées GPS ;
- code de l'échantillonnage (si disponible) ;
- nom du préleveur ;
- échantillonnage effectué sous accréditation (oui/non) ;
- paramètre physico-chimique mesurés sous accréditation (oui/non) ;
- contrôle qualité terrain (oui/non) et type de contrôle le cas échéant (e.g blanc terrain) ;
- date et heure de l'échantillonnage ou date et heure de début et de fin de l'échantillonnage pour l'échantillonnage d'eau souterraine ;
- support ;
- matériel d'échantillonnage ;
- protocole d'échantillonnage ;
- paramètres environnementaux *à préciser par les commanditaires* ;
- 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).

Pour l'échantillonnage d'eau souterraine, devront être demandés en plus :

- type d'ouvrage (piézomètre, AEP, ...) ;
- nature du tubage (PVC, acier,...) ;
- profondeur et diamètre de l'ouvrage ;
- niveau piézométrique (en précisant le niveau de référence) et volume de la colonne d'eau ;
- type de pompe utilisé pour la purge ;
- position de la pompe pendant la purge et débit de purge ;
- heure de début et de fin de purge ;
- volume de purge et rapport volume de purge / volume de colonne d'eau ;
- type de pompe d'échantillonnage (si différent de la pompe de purge) et type de tuyau utilisé ;
- débit d'échantillonnage ;
- position de la pompe pendant l'échantillonnage ;
- résultats du suivi des paramètres physico-chimiques pendant la purge.

Dans tous les cas d'autres informations pourront être intégrées à la fiche terrain (limpidité, odeur, couleur, présence d'irisation, présence de mousses de détergents, présence de produits ligneux ou herbacés, présence de boues organiques, conditions météorologiques, présence d'un seuil, type de prélèvement, situation hydrologique apparente, etc.).

4.7.6 Conservation et transport de l'échantillon

S'agissant du conditionnement durant le transport vers le laboratoire, la demande de prestation devra contenir les clauses suivantes :

- 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±3°C préalablement à l'introduction des échantillons et être équipée du matériel nécessaire pour maintenir la température de l'enceinte frigorifique à 5±3°C. La température interne de l'enceinte devra être contrôlée et enregistrée au départ et à chaque reconditionnement de l'enceinte. La température de l'enceinte sera également contrôlée et enregistrée à l'arrivée au laboratoire.
- 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.

S'agissant de la durée du transport, pour des échantillons prélevés en métropole, la commande précisera que celle-ci devra être compatible avec une prise en charge des échantillons par le laboratoire d'analyse, incluant les premières étapes analytiques (filtration, stabilisation, extraction,...) au plus tard le lendemain de l'opération d'échantillonnage. Dans le cas d'échantillons destinés à l'analyse de la chlorophylle a et indices phéopigments, la filtration devra être réalisée dès réception au laboratoire à l'abri de la lumière.

Une tolérance d'un jour supplémentaire pourra toutefois être acceptée dans des circonstances exceptionnelles si l'analyse de paramètres sensibles n'est pas demandée (par exemple les composés organiques volatils). Cette exigence impliquant fortement à la fois les préleveurs et le laboratoire, l'exigence d'une concertation forte entre les deux parties devra être rappelée à ce propos dans la commande afin de respecter ce délai.

4.8 Opérations techniques pour l'analyse des échantillons

4.8.1 Réception par le laboratoire en charge des analyses

4.8.1.1 Contrôles à réception (eaux et sédiments)

Les clauses suivantes sont à exiger dans le cadre de la demande de prestation :

- Le laboratoire en charge des analyses devra effectuer un contrôle des échantillons à réception lors de l'enregistrement. Ce contrôle portera sur l'intégrité des échantillons, la conformité de l'identification, du nombre de flacons, le délai entre l'échantillonnage et la réception et de la température de l'enceinte frigorifique Ce contrôle devra être enregistré. En cas de non-respect du délai entre échantillonnage et analyse (cf.§4.8.1.2) et/ou de la température de l'enceinte (supérieure à 8°C ou inférieure à 2°C), le laboratoire en charges des analyses avertira le commanditaire immédiatement et des actions correctives seront engagées. Le commanditaire gardera la possibilité de ne pas admettre les résultats de ces échantillons.

4.8.1.2 Délais de démarrage des protocoles analytiques

4.8.1.2.1 Échantillons prélevés en métropole

Pour les échantillons destinés à toutes analyses autres que la Chlorophylle A et phéopigments, la demande de prestation devra exiger que l'offre engage le laboratoire en charge des analyses à démarrer au plus tard 24h après l'échantillonnage, les étapes analytiques critiques destinées à éviter l'évolution de l'échantillon pour le paramètre considéré, à savoir :

- En fonction des paramètres, ces étapes critiques peuvent correspondre aux étapes de filtration et/ou stabilisation (ajout agent de conservation,...) et/ou extraction pour les eaux, y compris les eaux interstitielles ;
- pour les sédiments, tamisage suivi d'un séchage de l'échantillon (ce séchage peut être effectué par lyophilisation, qui requiert une congélation de l'échantillon) sauf pour les composés volatils (pas de pré-traitement).

La demande de prestation précisera qu'un délai de mise en analyse plus long peut être accepté sous réserve que la stabilité du paramètre soit justifiée (par des textes de référence, essais du laboratoire, ou travaux AQUAREF [34] Le laboratoire en charge des analyses devra alors communiquer ces informations au commanditaire.

Elle précisera également que dans le cas de dépassement du délai de 24 H et en l'absence d'éléments justificatifs, la recevabilité de l'échantillon pourra être reconsidérée.

La demande de prestation précisera qu'en aucun cas, le laboratoire en charge des analyses ne pourra déroger au délai de 24h pour les paramètres particulièrement sensibles suivants, tels les composés organiques volatils, et :

- **Pour les eaux :**
  - demande Biochimique en Oxygène [code Sandre 1313] ;
  - nitrates [code Sandre 1340], nitrites [code Sandre 1339], azote ammoniacal [code Sandre 1335].
- **Pour les eaux interstitielles des sédiments :**
  - Orthophosphates (PO_4^{3-}) [code Sandre 1433], le P_{tot} [code Sandre 1350] et l'azote ammoniacal (NH_4^+) [code Sandre 1335].

4.8.1.2.2 Échantillons d'eaux destinés à l'analyse de la chlorophylle a et indice phéopigments

La demande de prestation devra spécifier ce qui suit, en référence à la Norme NF T 90-117 :

- la filtration doit être effectuée dans les 12 h suivant l'échantillonnage.
- l'extraction doit être réalisée dans les 12 h après la filtration ou bien après conservation du filtre sec à une température d'environ -20 °C pendant une durée maximale d'un mois.

Dans les cas où il ne peut être envisagé raisonnablement l'acheminement des échantillons au laboratoire dans les 12h suivant le prélèvement, il sera demandé au prestataire d'analyse de réaliser la filtration dès réception et au plus tard dans les 24 heures suivant le prélèvement (en concordance avec la norme NF EN ISO 5667-3).

4.8.1.2.3 Échantillons prélevés dans les DOM

Dans le cas d'un transport vers un laboratoire de métropole, un délai maximum de 72 heures doit être spécifié entre l'échantillonnage et la prise en charge des échantillons par le laboratoire (incluant les premières étapes analytiques : filtration, stabilisation, extraction, ...).

4.8.1.3 Prétraitement des échantillons : fractions à considérer et paramètres à déterminer au préalable

4.8.1.3.1 Échantillons d'eaux destinés à l'analyse des micropolluants organiques

La demande de prestation devra comprendre une clause spécifiant que toutes les analyses de micropolluants organiques devront être effectuées en prenant en compte la totalité de l'échantillon (fraction dissoute et matières en suspension) : fraction « Eau Brute » [code Sandre 23].

4.8.1.3.2 Échantillons d'eaux destinés à l'analyse des métaux

La demande de prestation devra spécifier les exigences suivantes :

- Les échantillons d'eaux devront être filtrés à 0,45 µm avant acidification et analyse.
- Pour les eaux prélevées en cours d'eau et plans d'eau, faire réaliser la filtration à réception par le laboratoire en charge des analyses, et en tout état de cause au plus tard le lendemain des opérations d'échantillonnage. *(Pour les eaux souterraines, la filtration des échantillons prélevés aura été réalisée sur site (cf.§4.7.3.4)).*

- Dans tous les cas, l'offre engagera les prestataires à réaliser un blanc de filtration au laboratoire. La fréquence de réalisation de ces blancs devra être définie par le laboratoire en charge des analyses dans le plan d'assurance qualité associé à l'offre de prestation (cf. § 4.2.1).

Échantillons de sédiments

S'agissant de la surveillance d'échantillon de sédiments, la demande de prestation précisera les exigences suivantes :

- Le laboratoire devra prévoir un protocole global incluant les analyses chimiques, la détermination du taux de matière sèche à 105°C, et l'analyse granulométrique.
- Le laboratoire devra effectuer une homogénéisation du sédiment à analyser chimiquement avec une spatule non contaminante, suivi d'un tamisage humide < 2 mm [code Sandre fraction 32] de , sauf si des analyses de composés volatils sont demandées, auquel cas l'échantillon devra être engagé en analyse sans prétraitement.
- Le laboratoire devra effectuer le séchage de l'échantillon tamisé de sédiments à analyser suivant les normes analytiques en vigueur en fonction des substances à analyser : séchage à l'étuve à 40°C, lyophilisation,... (NF ISO 11464 [19], NF EN 16179 [20], NF ISO 14507 [21]).
- Le laboratoire devra effectuer le broyage de l'échantillon séché de sédiments à analyser pour obtenir une granulométrie < 250 µm, en utilisant par exemple les matériels suivants :
  - pour l'analyse des contaminants inorganiques : mortier en agate ou broyeur à billes avec bol et billes de broyage en agate ;
  - pour l'analyse des contaminants organiques : mortier en agate ou broyeur à billes en agate ou à couteau avec lames en acier inoxydable.

L'offre de prestation devra engager le laboratoire d'analyse à ne pas utiliser de détergent pour le lavage du broyeur et disposera d'une procédure permettant de vérifier que l'outil n'est pas contaminant vis-à-vis des polluants analysés.

Des propositions de consignes de nettoyage émises par Aquaref [22] pourront être jointes à la demande de prestation.

4.8.2 Méthodes d'analyses des paramètres chimiques

La demande de prestation devra préciser que les limites de quantification et les incertitudes de mesure doivent respecter la version en vigueur de l'arrêté portant sur les modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques au titre du code de l'environnement [35]. Les limites de quantification, les supports sur lesquels devront être réalisées les analyses sont mentionnés dans l'avis [36] associé à l'arrêté sus-cité. Ils devront être respectés par le laboratoire en charge des analyses. Le respect de ces exigences devra être pris en compte dans la sélection des offres de prestation.

En outre la demande de prestation devra exiger les points suivants :

- Le laboratoire en charge des analyses devra s'engager à réaliser les analyses en utilisant des méthodes dont les performances respectent les performances fixées par l'arrêté agrément et par l'avis associé. Les méthodes seront des normes NF, EN ou ISO lorsqu'elles existent et répondent à ces performances analytiques ou des méthodes internes dès lors que les performances répondent aux mêmes critères et qu'elles ont été validées suivant les référentiels normatifs de validation cités ci-dessous. Les méthodes d'analyse utilisées par le laboratoire devront être (par ordre décroissant de bonification de l'offre) :
  - des méthodes pour lesquelles le laboratoire d'analyses est agréé ;
  - des méthodes pour lesquelles le laboratoire d'analyses est accrédité selon le référentiel NF EN ISO 17025 (ou référentiel équivalent – l'équivalence devra être précisément argumentée dans l'offre si cette option est choisie) ;
  - en l'absence d'accréditation, des méthodes validées pour le domaine d'application considéré (matrice et gamme de concentration) 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 d'analyse des eaux est la norme NF T 90-210 (2009 ou plus récente).

- Les incertitudes devront être établies suivant la norme NF ISO 11352 [24] ;
- le laboratoire en charge des analyses devra garantir explicitement dans l'offre la validité des méthodes utilisées dans le domaine d'application considéré, l'incertitude de mesure et la limite de quantification pour chaque paramètre ;
- le laboratoire s'engagera à signaler au commanditaire les paramètres pour lesquels la qualité des étalons analytiques (titre et pureté) est mal maîtrisée, notamment pour les produits de transformations ou métabolites, et fournira une évaluation de l'impact en termes de justesse des résultats.
- le laboratoire en charge des analyses justifiera dans un document synthétique les performances des méthodes proposées ;
- le laboratoire en charge des analyses s'engagera dans l'offre à signaler au demandeur, préalablement à la campagne d'analyse concernée, toutes modifications des méthodes d'analyse ou de leurs performances, ou tout élément à l'appréciation du demandeur ;
- des blancs méthodes devront être effectués pour tous les paramètres le justifiant, et au minimum pour les paramètres suivants : HAP, PCB, dioxines, PBDE et retardateurs de flamme bromés apparentés, alkyphénols et bisphénol A, phtalates, parabènes, caféine, triclosan, PFCs, OTC, cuivre et zinc. La demande de prestation sensibilisera en outre les prestataires aux précautions à prendre quant à l'utilisation par les opérateurs de prélèvement et d'analyse de produits de soins corporels ou pharmaceutiques (ex : diclofénac présent dans des pommades anti-inflammatoires, muscs et parabènes présents dans des crèmes à raser, gels douche,...). Des risques de contamination via l'opérateur sont également possibles par d'autres voies comme le café ou le tabac (ex : caféine, nicotine, HAP...). Les précautions à prendre peuvent concerner la consommation ou usage de certains produits, la fréquence de changement des EPI, l'organisation des espaces de travail,...) ;
- Au moins une fois par campagne et si besoin par une procédure simplifiée, le laboratoire d'analyse s'engagera dans son offre à vérifier expérimentalement 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 modifications de ces performances, le laboratoire en charge des analyses en avertira le demandeur.

Pour les substances pour lesquelles des comparaisons interlaboratoires ne sont pas disponibles, la demande de prestation devra faire valoir la bonification des offres comportant la mise en place et la réalisation, par le laboratoire, de contrôles qualité supplémentaires (en matrices, sur matériaux de référence), dont les résultats seraient tenus à disposition du demandeur.

Pour l'analyse des sédiments, en l'absence de tout autre référentiel, le commanditaire pourra suggérer aux prestataires que les caractéristiques de performance des méthodes d'analyse soient établies selon le protocole élaboré par AQUAREF [23].

4.8.3 Elément méthodologiques à imposer pour certains paramètres

4.8.3.1 Paramètres physico-chimiques

4.8.3.1.1 Échantillons d'eaux

➤ **Paramètres indiciaires**

Pour les paramètres indiciaires, la demande de prestation précisera que les méthodes d'analyse listées ci-dessous sont d'application obligatoire[4].

[4] *Cela est justifié par le fait que ces paramètres ne correspondent pas à des micropolluants définis de manière univoque, mais à des indicateurs globaux dont la valeur est définie par le protocole de mesure lui-même. La continuité des résultats de mesure et leur interprétation dans le temps nécessite donc l'utilisation de méthodes strictement identiques quelle que soit la matrice considérée et le moment de la mesure*

Tableau 2 : *Liste des paramètres indiciaires et des méthodes associées*

Code SANDRE	Paramètre à analyser	Norme de référence
6396	Indice ST DCO	ISO 15705
1841	Carbone organique	NF EN 1484
1313	Demande biochimique en oxygène en 5 jours (DBO5)	NF EN 1899-1 (ou -2 pour teneurs basses)
1319	Azote Kjeldahl	NF EN 25663
1305	Matières en suspension (MES)	NF EN 872 (ou NF T90-105-2 en cas de colmatage)
1955	C10-C13-Chloroalcanes	NF EN ISO 12010 ISO 18635 (MES)
1309	Couleur	NF EN ISO 7887
7007	Indice hydrocarbure	NF EN ISO 9377-2
1106	AOX	NF EN ISO 9562
1314	Demande chimique en oxygène (DCO)	NF T90-101
7006	Indice hydrocarbure volatil	XP T90-124
1440	Indice phénol	XP T90 109 ou NF EN ISO 14402 (ou NF 90204 pour les industries pétrolières)
1439	Chlorophylle A	NF T90-117

Échantillons de sédiments

La demande de prestation exigera que soit mesuré **le taux de matière sèche [code Sandre 1307]** (cf. §4.8.1.3.3) suivant une des normes en vigueur NF EN 15934 [25] ou NF ISO 11465 [26] ou NF EN 12880 [27].

La demande de prestation exigera en outre que les paramètres suivants soient mesurés sur les échantillons broyés et séchés :

- CO[code Sandre 1841] ;
- Teneurs en aluminium et lithium déterminés par minéralisation à l'eau régale ($1HNO_3$: 3HCl), en application stricte des méthodes normalisées [30].

La demande de prestation devra aussi préciser que les mesures **de l'Azote de Kjeldahl [1315] sur les sédiments devront s'effectuer en utilisant** les normes NF EN 16169 [28] ou NF EN 13342 [29]

4.8.3.1.3 Cas particulier des eaux interstitielles de sédiments

La demande de prestation devra préciser que les mesures **d'orthophosphates (PO43-) [1433], Ptot [1350] et d'azote ammoniacal (NH4+) [1335] sur l'eau interstitielle** doivent être réalisées après décantation d'un échantillon prélevé dans un flacon rempli à ras-bord. Dans le cas où le surnageant n'est pas présent en quantité suffisante, une centrifugation devra être réalisée au préalable. Le surnageant obtenu sera filtré à l'aide d'un filtre seringue de diamètre de pore équivalent à 0,45 µm. Lors de ces étapes de prétraitement, il faudra que le laboratoire assure que l'échantillon ne soit pas oxydé. En outre, si le filtrat devait être conservé avant analyse, il devra être acidifié (acide sulfurique ou nitrique, pH < 2 pour le phosphore et l'azote ammoniacal ; acide nitrique pour les orthophosphates) immédiatement après la filtration[5].

[5] *Afin d'éviter la formation de complexes entre le phosphore et le calcium ou les matières humiques, ou encore son adsorption sur d'éventuels précipités ferreux*

4.8.3.2 Substances prioritaires, autres substances

4.8.3.2.1 Les substances dans les eaux

La demande de prestation devra comprendre une clause spécifiant que toutes les analyses de micropolluants organiques devront être effectuées en prenant en compte la totalité de l'échantillon (fraction dissoute et matières en suspension) : fraction « Eau Brute » [code Sandre 23].

4.8.3.2.2 Les paramètres chimiques dans les sédiments

➤ **Métaux et métalloïdes**[6]

La demande de prestation devra spécifier le recours à la minéralisation à l'eau régale (1 HNO3 : 3 HCl), en application stricte des méthodes normalisées [30] notamment :

- rapport solide sur liquide compris entre 0,08 et 0,12 g/ml d'eau régale ;
- pour les méthodes à reflux (hors micro-ondes) : 2 H de chauffage minimum.

Pour le mercure, en plus des méthodes de minéralisation par eau régale, la demande de prestation précisera la possibilité d'utiliser des méthodes spécifiques de type « Décomposition Thermique - Amalgamation » suivies d'une méthode de détection adaptée.

4.8.3.2.3 Analyse granulométrique des sédiments[7]

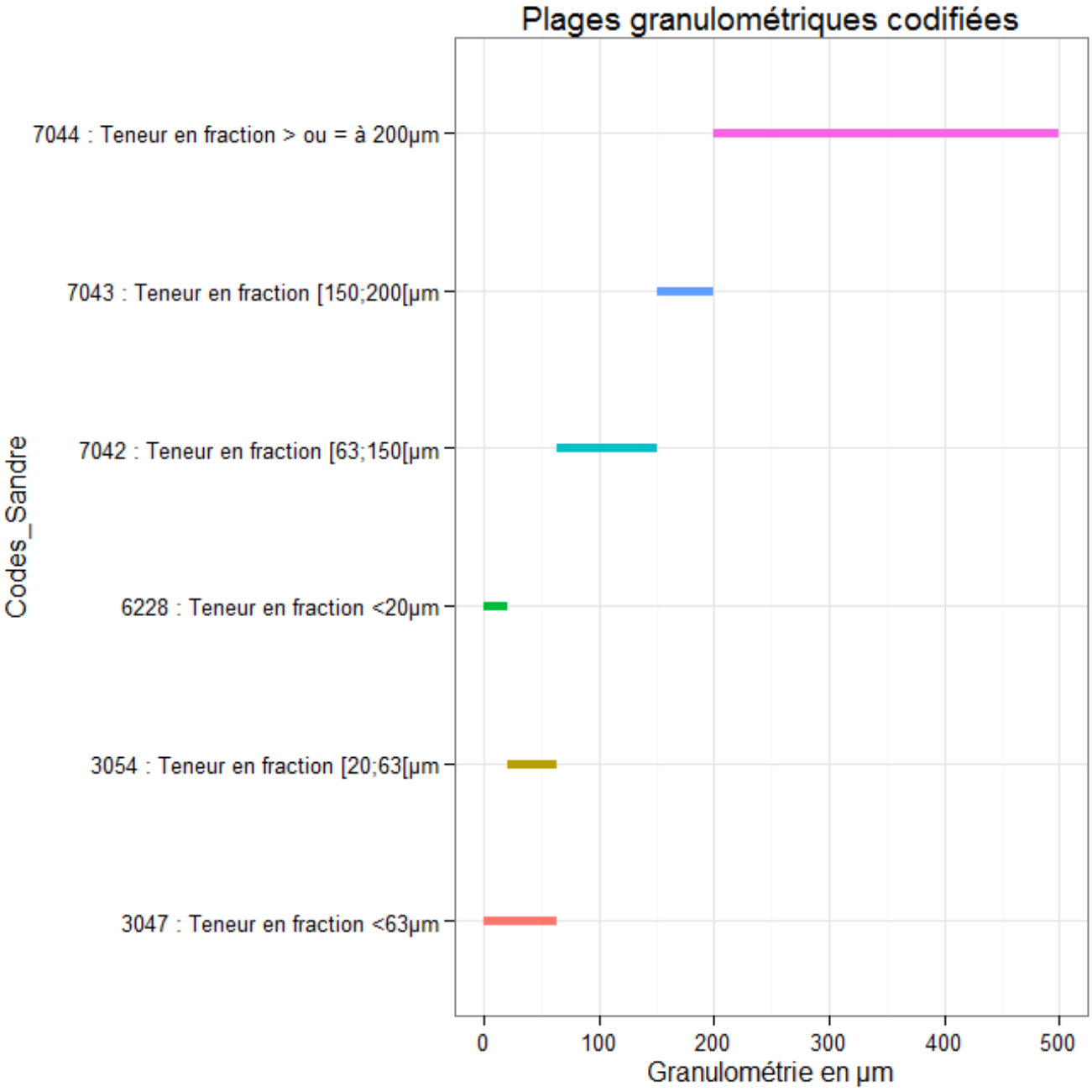
La demande de prestation exigera une caractérisation granulométrique de l'échantillon de sédiments. La caractérisation granulométrique de l'échantillon devra être effectuée sur du sédiment humide tamisé < 2 mm [code Sandre 32], de préférence par granulométrie laser selon la norme ISO 13320 [31]

La demande de prestation se référera aux paramètres cités ci-dessous :

- code Sandre 6228 (Particules < 20 µm, correspondant à la fraction de particules inférieure à 20 µm) ;
- code Sandre 3054 (Particules entre [20,63[µm, correspondant à la fraction de particules de 20 à 63 µm) ;
- code Sandre 3047 (Teneur en fraction de particules inférieure à 63 µm) ;
- code Sandre 7042 (Particules entre [63,150[µm, correspondant à la fraction de particules de 63 à 150 µm) ;
- code Sandre 7043 (Particules entre [150,200[µm, correspondant à la fraction de particules de 150 à 200 µm) ;
- code Sandre 7044 (Particules ≥ 200 µm, correspondant à la fraction de particules supérieure ou égale à 200 µm).

[6] *Ce guide se place dans un objectif de surveillance de la fraction « mobile » des métaux dans les sédiments.*

[7] *Produire et bancariser les données de granulométrie (profil granulométrique ou à défaut les fractions) est essentiel pour assurer la comparaison des résultats.*



4.8.3.3 Résultats analytiques

4.8.3.3.1 Calcul des résultats d'analyse chimique pour les échantillons d'eau

La demande de prestation sensibilisera les prestataires à veiller à restituer les résultats analytiques dans l'unité des normes de qualité environnementales ou valeurs seuils fixées dans l'Arrêté d'Évaluation DCE du 27 juillet 2015, lorsqu'elles existent. En particulier pour le tributylétain, l'unité est $\mu g_{TBTcation}/l$.

4.8.3.3.2 Calcul des résultats pour les sédiments

La demande de prestation précisera que tous les résultats d'analyse des micropolluants organiques sont à exprimer par le prestataire en µg/kg matière sèche (µg/kg MS 105°C) [Code Sandre 132] et en mg/kg matière sèche (mg/kg MS) [Code Sandre 160] pour le P_{Tot} NKJ, CO, Al ainsi que pour les métaux et métalloïdes.

4.8.3.3.3 Estimation des Incertitudes sur les concentrations

La demande de prestation exigera que le résultat de mesure soit rapporté avec l'incertitude associée, déterminée avec un facteur d'élargissement k=2. La demande de prestation pourra à cet égard inciter le prestataire à se référer aux outils testés par le laboratoire Aquaref [32] eu égard à leur compatibilité avec la norme NF ISO 11352.

4.8.3.3.4 Validation des résultats avant transmission

La demande de prestation devra exiger l'engagement du laboratoire d'analyse à ce que les résultats restitués soient fiables, et à ce que tout résultat douteux, entre autres les valeurs inhabituelles, soit systématiquement confirmé. Dans ce dernier cas, la restitution des données devra être accompagnée d'un document présentant les valeurs initialement mesurées ainsi que les valeurs mesurées à titre de confirmation.

4.8.3.3.5 Analyses de confirmation

La demande de prestation exigera que le laboratoire en charge des analyses s'engage explicitement dans son offre à prendre les dispositions nécessaires pour conserver le reliquat des échantillons, des extraits, des minéralisats[8], dans les meilleures conditions pour assurer la stabilité des paramètres afin de pouvoir procéder, le cas échéant, à une analyse complémentaire dans un délai maximum à fixer par le commanditaire.

4.9 Restitutions des résultats d'analyse au commanditaire

La demande de prestation précisera que, à défaut de spécifications particulières autres, le format de restitution imposé est EDILABO. De même il précisera que 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 dans le format d'échange EDILABO, la demande de prestation précisera que les informations suivantes, respectant les codifications du Sandre, doivent être transmises pour chaque paramètre dans le fichier EDILABO de résultats :

- l'identification de l'échantillon comprenant :
  - la date et l'heure d'échantillonnage, arrondie à la dizaine 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 ;
- le support ;
- la fraction analysée ;
- la date et heure de l'éventuelle filtration de l'échantillon (cas des métaux et métalloïdes, chlorophylle a) ;
- la date de mise en route du processus d'analyse (extraction, minéralisation) ;
- la méthode d'analyse ;
- la référence à l'accréditation et à l'agrément ;
- les commentaires (indiquer les difficultés analytiques rencontrées, interférences, etc.) ;
- le résultat de l'analyse (en précisant s'il s'agit d'une donnée brute, d'une donnée corrigée du blanc de méthode, d'une donnée corrigée du rendement, d'une donnée reconstituée à partir de données sur plusieurs fractions,...) ;
- l'incertitude analytique sur le résultat (avec un facteur d'élargissement k=2) ;

[8] *Pour les métaux, les minéralisats acidifiés se conservent bien à température ambiante*

- l'unité du résultat ;
- le code remarque ;
- la limite de quantification (exprimée dans la même unité que le résultat) ;
- toute réserve émise au sujet du résultat de l'analyse ;
- la mention « Analyse confirmée », le cas échéant ;
- le code du laboratoire ayant réalisé l'analyse (balise <Analyse/Laboratoire>), si l'analyse a été confiée à un sous-traitant. Conformément au référentiel 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.

La demande de prestation précisera que lors des échanges SANDRE, le champ « Date d'analyse » devra être rempli avec la date de mise en œuvre des opérations critiques permettant de limiter l'évolution du paramètre considéré (ex : date d'analyse si aucune autre opération en labo ne doit être mise en œuvre, ou date de stabilisation, d'extraction...).

V - Remerciements

L'élaboration de ce guide pour la surveillance chimique des eaux de surface a été réalisée en collaboration avec l'Agence française pour la biodiversité, le laboratoire national de référence pour la surveillance des milieux aquatiques AQUAREF et les agences et offices de l'eau. Merci aux personnes suivantes pour leur contribution :

Pierre-François STAUB (AFB), Isabelle Barthe-Franquin (AFB), Jacky DUROCHER (agence de l'eau Loire-Bretagne), Jonathan CANAL (agence de l'eau Loire-Bretagne), Isabelle SCHULTZ (agence de l'eau Loire-Bretagne), Dorothée BOLZAN (agence de l'eau Artois-Picardie), Miguel NICOLAI (agence de l'eau Rhin-Meuse), Margaux SAUT (agence de l'eau Adour-Garonne), Lionel NAVARRO (agence de l'eau Rhône-méditerranée-Corse), Olivier FONTAINE (agence de l'eau Rhône-méditerranée-Corse), Hélène GIOT (agence de l'eau Rhône-méditerranée-Corse), Maïa AKOPIAN (agence de l'eau Seine-Normandie), Sébastien TELLIER (agence de l'eau Seine-Normandie), Jean-Philippe GHESTEM (BRGM), Pauline MOREAU (BRGM), Sophie LARDY-FONTAN (LNE), Fabrizio BOTTA (INERIS), François LESTREMAU (INERIS), Christine FERAY (INERIS), Bénédicte LEPOT (INERIS), Eva LIONARD (IRSTEA), Marina COQUERY (IRSTEA), Anice YARI (IRSTEA), Julie GRESSER (office de l'eau Martinique), Alexandre MOULLAMA (office de l'eau Réunion).

VI - Références

- [1] NF EN ISO 5667-3 « Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 3 : Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau »
- [2] 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 »
- [3] NF X06-021 Application de la statistique – Principes du contrôle statistiques de lots
- [4] Impact des opérations de échantillonnages sur la variabilité des résultats d'analyse – Essai national sur site du 26 juin 2007 : DRC-07-86076-16167B (Lepot B, Strub MP, Blanquet JP, Chatellier N)
- [5] État des lieux sur les outils existants pour contrôler la température des échantillons depuis le prélèvement jusqu'à la réception au laboratoire (B.Lepot, C.Ferret)
- [6] Alleaume et al., 2010. Bathymétrie des plans d'eau. Protocole d'échantillonnage et descripteurs morphométriques.
- [7] Alleaume et al., 2010 - Charli : Protocole de Caractérisation des HAbitats des Rives et du Littoral
- [8] Alleaume et al., 2010 - AlBer : Protocole de caractérisation des ALtérations des BERges
- [9] Impact des opérations de prélèvements sur la variabilité des résultats d'analyses - Essai inter comparaison sur le prélèvement en plan d'eau 2010 - (Botta.F, Blanquet.JP, Champion.R, Ferret.C, Guigues.N, Lazzarotto.J, Lepot.B)
- [10] FD T90-523-3 « Qualité de l'Eau – Guide de échantillonnage pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement – Échantillonnage d'eau souterraine »
- [11] NF T90-117 « Qualité de l'eau - Dosage de la chlorophylle a et d'un indice phéopigments - Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire »
- [12] Guide « Le prélèvement d'échantillons en rivière – Techniques d'échantillonnage en vue d'analyses physico-chimiques »
- [13] Le Pimpec P. Guide pratique de l'agent préleveur chargé de la police des milieux aquatiques. Onema , 2013, 158 p.
- [14] État des lieux sur les outils existants pour contrôler la température des échantillons depuis le prélèvement jusqu'à la réception au laboratoire – Rapport AQUAREF 2010 - INERIS- DRC-11-112048-00070A
- [15] NF X06-021 : 1991 : Application de la statistique - Principes du contrôle statistique de lots
- [16] 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
- [17] *Common implementation strategy for the water framework directive (2000/60/EC)- Guidance document no. 25 on chemical monitoring of sediment and biota under the water framework directive*
- [18] Afnor FD T90-524 : 2015 - Contrôle qualité - Contrôle qualité pour l'échantillonnage et la conservation des eaux
- [19] NF ISO 11464 : Qualité du sol - Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques
- [20] NF EN 16179 : Boues, bio-déchets traités et sols - Lignes directrices pour le prétraitement des échantillons
- [21] NF ISO 14507 : Qualité du sol - Prétraitement des échantillons pour la détermination des contaminants organiques

- **[22]**Annexe 3 du document AQUAREF - Opérations d'analyse physico-chimique des eaux et des sédiments en milieu continental dans le cadre des programmes de surveillance DCE - Recommandations techniques – Edition 2016

- **[23]** P Moreau – Limite de quantification d'une méthode d'analyse chimique d'un sédiment : propositions pour l'application de la norme NF T90-210 - Aquaref 2014 – Rapport BRGM/RP-64603-FR, 24 p

- **[24]** NF ISO 11352:2012 : Qualité de l'eau - Estimation de l'incertitude de mesure basée sur des données de validation et de contrôle qualité

- **[25]** NF EN 15934 : Boues, bio-déchets traités, sols et déchets - Calcul de la teneur en matière sèche par détermination du résidu sec ou de la teneur en eau

- **[26]** NF ISO 11465 : Qualité du sol - Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau - Méthode gravimétrique.

- **[27]** NF EN 12880 : Caractérisation des boues - Détermination de la teneur en matière sèche et de la teneur en eau

- **[28]** NF EN 16169 :2012 : Boues, biodéchets traités et sols - Détermination de l'azote Kjeldahl

- **[29]** NF EN 13342 : 2000 : Caractérisation des boues - Détermination de l'azote Kjeldahl

- **[30]** NF EN 13346 Caractérisation des boues - Détermination des éléments traces et du phosphore - Méthodes d'extraction à l'eau régale, ou NF ISO 11466 Qualité du sol - Extraction des éléments en traces solubles dans l'eau régale, ou NF ISO 12914 Qualité du sol - Extraction assistée par micro-ondes de la fraction soluble dans l'eau régale pour la détermination des éléments, ou NF EN 16174 Boues, biodéchets traités et sols - Digestion des éléments solubles dans l'eau régale - Boues, bio-déchets traités et sols

- **[31]** ISO 13320 :2009 : Analyse granulométrique - Méthodes par diffraction laser - Principes généraux - Tirage 2 (2009-12-01)

- **[32]** J.Cabillic- G.Labarraque– Estimation des incertitudes selon la norme NF ISO 11352– Note d'application sur le logiciel Mukit, AQUAREF 2013 – 27 pages.

- **[33]** AQUAREF - Opérations d'échantillonnage d'eau pour la surveillance des milieux aquatiques - Module spécifique DOM - Recommandations techniques – Edition 2015

- **[34]** Moreau P., Ghestem JP., Botta F., Lepot B.– Délais de mise en analyse de paramètres surveillés dans les eaux naturelles continentales : synthèse documentaire et premières recommandations opérationnelles – Rapport AQUAREF 2015 –BRGM/RP-65507-FR

- **[35]** A la date de validation du présent guide : Arrêté du 27 octobre 2011 portant modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques au titre du code de l'environnement NOR : DEVL1128052A

- **[36]** Avis relatif aux limites de quantification des couples « paramètre-matrice » de l'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques - NOR: DEVL1525745V

Édition : ministère de la Transition écologique et solidaire

PAO - mise en page : Benoît Cudelou (MTES-MCT/SG/SPSSI/ATL2)

Coordination de la rédaction : Agence Française pour la biodiveristé (*www.afbiodiversite.fr*)

Contributions : AQUAREF, Agences de l'eau, Offices de l'eau, IRSTEA, INERIS, BRGM, LNE

Crédit photo : (Couverture) Phototèque Terra du MTES-MCT/SG/DICOM

Ministère de la Transition écologique et Solidaire

Direction générale de l'aménagement, du logement et de la nature

Direction de l'eau et de la biodiversité

Bureau de la lutte contre les pollutions domestiques et industrielles

Tour Séquoia
92055 La Défense cedex
Tél. : +33 (0)1 40 81 21 22

Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

MINISTÈRE
DE LA TRANSITION
ÉCOLOGIQUE
ET SOLIDAIRE

www.ecologique-solidaire.gouv.fr