

GUIDE METHODES DE MESURE, PRELEVEMENT ET ANALYSE DES EAUX USEES

Ce guide a pour but de préciser les prescriptions techniques qui doivent être respectées pour la réalisation des opérations de prélèvements et d'analyses des eaux usées.

Ce document doit être communiqué comme cahier des charges à l'(les)entreprise(s) en charge de réaliser les prélèvements et analyses.

1 – Prescriptions générales

Le laboratoire d'analyse choisi par l'entreprise devra être agréé.

2 – Opérations de prélèvement

Les opérations de prélèvement et d'échantillonnage devront s'appuyer sur les normes ou les guides en vigueur, ce qui implique à ce jour le respect de :

- la norme NF EN ISO 5667-3 « Qualité de l'Eaux - Échantillonnage - Partie 3 : Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau »,
- le guide FD T 90-523-2 « Qualité de l'Eau - Guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement - Prélèvement d'eau résiduaire ».

Les points essentiels de ces référentiels techniques sont détaillés ci-après en ce qui concerne les conditions générales de prélèvement, la mesure de débit en continu, le prélèvement continu sur 24 heures à température contrôlée, l'échantillonnage et la réalisation de blancs de prélèvements.

2.1 – Opérateur de prélèvement

Les opérations de prélèvement peuvent être réalisées sur le site par :

- le prestataire d'analyse,
- le sous-traitant sélectionné par le prestataire d'analyse,
- l'exploitant lui-même ou son sous-traitant.

Dans le cas où c'est l'exploitant ou son sous-traitant qui réalise le prélèvement, il est impératif qu'il dispose et suive des procédures démontrant la fiabilité et la reproductibilité de ses pratiques de prélèvement et de mesure de débit. Ces procédures doivent intégrer les points détaillés aux paragraphes 3.2 à 3.6 ci-après et démontrer que la traçabilité de ces opérations est assurée.

2.2 – Conditions générales du prélèvement

Le prélèvement devra être représentatif des flux de l'établissement. Le volume prélevé devra être conforme avec les quantités nécessaires pour réaliser les analyses sous accréditation.

En cas d'intervention de l'exploitant ou d'un sous-traitant pour le prélèvement, le nombre, le volume unitaire, le flaconnage, la préservation éventuelle et l'identification des échantillons seront obligatoirement définis par le prestataire d'analyse et communiqués au préleveur. Le laboratoire d'analyse fournira les flaconnages (prévoir des flacons supplémentaires pour les blancs du système de prélèvement).

Les échantillons seront répartis dans les différents flacons fournis par le laboratoire selon les prescriptions des méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux substances à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3. Les échantillons acheminés au laboratoire dans un flaconnage d'une autre provenance devront être refusés par le laboratoire.

Le prélèvement doit être adressé afin d'être réceptionné par le laboratoire d'analyse au plus tard 24 heures après la fin du prélèvement, sous peine de refus par le laboratoire.

2.3 – Mesure de débit en continu

La mesure de débit s'effectuera en continu sur une période horaire de 24 heures, suivant les normes en vigueur figurant dans le FDT-90-523-2 et les prescriptions techniques des constructeurs des systèmes de mesure.

2.4 – Prélèvement continu sur 24 heures à température contrôlée

Ce type de prélèvement nécessite du matériel spécifique permettant de constituer un échantillon pondéré en fonction du débit.

Les matériels permettant la réalisation d'un prélèvement automatisé en fonction du débit ou du volume écoulé, sont :

- des échantillonneurs monoflacons fixes ou portatifs, constituant un seul échantillon moyen sur toute la période considérée,
- ou des échantillonneurs multiflacons fixes OU portatifs, constituant plusieurs échantillons (en général 4, 6, 12 ou 24) pendant la période considérée. Si ce type d'échantillonneurs est mis en œuvre, les échantillons devront être homogénéisés pour constituer l'échantillon moyen avant transfert dans les flacons destinés à l'analyse.

Les échantillonneurs utilisés devront réfrigérer les échantillons pendant toute la période considérée.

Dans le cas où il s'avérerait impossible d'effectuer un prélèvement proportionnel au débit de l'effluent, le préleveur pratiquera un prélèvement asservi au temps, ou des prélèvements ponctuels si la nature des rejets le justifie (par exemple rejets homogènes en batchs). Dans ce cas, le débit et son évolution seront estimés par le préleveur en fonction des renseignements collectés sur place (compteurs d'eau, bilan hydrique, etc). Le préleveur devra lors de la restitution préciser la méthodologie de prélèvement mise en oeuvre.

Le positionnement de la prise d'effluent devra respecter les points suivants :

- prise d'eau sans crépine, au milieu, dans le sens de l'écoulement, dans une zone turbulente,
- à mi-hauteur de la colonne d'eau (idéalement à 40 % de la profondeur en partant du radier),
- à une distance suffisante des parois pour éviter une contamination des échantillons par les dépôts ou les biofilms qui s'y développent.

2.5 – Echantillon

La représentativité de l'échantillon est difficile à obtenir dans le cas du fractionnement de certaines eaux résiduaires en raison de leur forte hétérogénéité, de leur forte teneur en matières en suspension ou en matières flottantes. Un système d'homogénéisation pourra être utilisé dans ces cas. Il ne devra pas modifier l'échantillon.

Le conditionnement des échantillons devra être réalisé dans des contenants conformes aux méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux substances à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3.

Le transport des échantillons vers le laboratoire devra être effectué dans une enceinte maintenue à une température égale à $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$, et être accompli dans les 24 heures qui suivent la fin du prélèvement, afin de garantir l'intégrité des échantillons.

La température de l'enceinte ou des échantillons sera contrôlée à l'arrivée au laboratoire et indiquée dans le rapportage relatif aux analyses.

3 – Analyses

Toutes les procédures analytiques doivent être démarrées si possible dans les 24h et en tout état de cause 48 heures au plus tard après la fin du prélèvement.

Dans le cas des métaux, l'analyse demandée est une détermination de la concentration en métal total contenu dans l'effluent (aucune filtration), obtenue après digestion de l'échantillon selon les normes en vigueur :

- Norme ISO 15587-1 « Qualité de l'eau Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau Partie 1 : digestion à l'eau régale » ou
- Norme ISO 15587-2 « Qualité de l'eau Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau Partie 2 : digestion à l'acide nitrique »,

Pour le mercure, l'étape de digestion complète sans filtration préalable est décrite dans les normes analytiques spécifiques à cet élément.

3.1 – Méthodes de référence

Voici les principales méthodes de référencement homologués et expérimentales. En cas de modification des méthodes normalisés, les nouvelles dispositions sont applicables.

	Echantillonnage
Conservation et manipulation des échantillons	NF EN ISO 5667-3
Conception des programmes et techniques d'échantillonnage	NF EN 5667-1
Techniques d'échantillonnage eaux résiduaires et industrielles	FD T 90-523-2
	Analyses
pH	NF T 90008
Couleur	NF EN ISO 7887
Matières en suspension totales	NF EN 872
DBO ₅	NF EN 1899-1
DCO	NF T 90101
COT	NF EN 1484
Azote Kjeldal *	NF EN ISO 25663
N (N-NO ₂)	NF EN ISO 10304-1, 10304-2, 13395 et 26777
N (N-NO ₃)	NF EN ISO 10304-1, 10304-2, 13395 et FD T 90045
N (N-NH ₄)	NF T 90015
Phosphore total	NF T 90023
Fluorures	NF T 90004, NF EN ISO 10304-1
Cyanures totaux	NF T 90-107
Ag	FD T 90112, FD T 90119, ISO 11885
Al	FD T 90119, ISO 11885, ASTM 8.57.79
As	NF EN ISO 11969, FD T 90119, NF EN 26595, ISO 11885
Cd	FD T 90112, FD T 90119, ISO 11885
Cr	NF EN 1233, FD T 90112, FD T 90119, ISO 11885
Cu	NF T 90022, FD T 90112, FD T 90119, ISO 11885
Fe	NF T 90017 et NF T 90112, ISO 11885
Hg	NF T 90131, NF T 90113, NF EN 1483
Mn	NF T 90024, NF T 90112, FD T 90119, ISO 11885
Ni	FD T 90112, FD T 90119, ISO 11885
Pb	NF T 90027 et NF T 90112, FD T 90119, ISO 11885
Se	FD T 90119, ISO 11885
Sn	FD T 90119, ISO 11885
Zn	FD T 90119, ISO 11885
Indice phénols	XP T 90109
Hydrocarbures totaux (HCT)	NF EN ISO 9377-2 NF EN ISO 11423-1 NF M 07-203
Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)	NF T 90115
Hydrocarbures halogénés hautement volatils	NF EN ISO 10301
Halogènes des composés organiques halogénés adsorbables (AOX)	NF EN ISO 9562
Légionelle	NF T 90-431

** La méthode de dosage Kjeldahl permet de doser les composés non oxydés de l'azote. L'azote global représente la somme de l'azote mesuré par la méthode Kjeldahl et de l'azote contenu dans les nitrites et les nitrates.*

3.2 – Rapport d'analyses

Dans le rapport d'analyse, les protocoles analytiques seront indiqués, soit par une norme de référence si celle-ci est strictement suivie, soit par une description précise du mode opératoire. La limite de détection sera systématiquement mentionnée. Toute condition particulière de prélèvement devra être mentionnée dans le rapport de synthèse.

Le rapport d'analyse devra indiquer le nom de l'entreprise, le lieu (point de rejet n°...) et date de prélèvement.