

# APERÇU DU CODE DE BONNES PRATIQUES POUR L'ÉCHANTILLONNAGE ET L'ANALYSE D'EAUX USÉES

## INTRODUCTION

En vertu du Code de l'inspection, la prévention, la constatation et la répression des infractions et de la responsabilité environnementale<sup>1</sup>, les membres du personnel en charge de la surveillance peuvent effectuer des mesures de la pollution et prélever des échantillons, ou faire appel pour cela à des laboratoires agréés par la RBC. L'article 13 § 1<sup>er</sup> de ce Code énonce toutefois que toute mesure de pollution destinée à contrôler le respect des dispositions à l'article 2 de ce Code s'effectue selon des modalités et à l'aide d'appareils et de systèmes de mesures qui garantissent l'objectivité et l'intégrité des données recueillies

Pour répondre aux conditions imposées par le Code, et pour garantir une uniformité dans l'échantillonnage et l'analyse, indépendamment de leur réalisation, il a été décidé de rédiger un code de bonnes pratiques. Le code doit donc contribuer largement à uniformiser la précision et l'exactitude des résultats d'analyse. Enfin, la mise en œuvre de ce code de bonnes pratiques découlera sur une fiabilité accrue et un fondement juridique des résultats d'analyse, ce qui devrait à son tour contribuer grandement au respect de la législation environnementale de la RBC.

Le présent code se compose de trois parties: outre des directives pour les échantillonnages, des méthodes d'analyse à utiliser sont également indiquées, de même que des conditions minimales pour le rapportage des échantillonnages et des résultats d'analyse. Pour permettre une application la plus large possible du code, nous avons choisi d'utiliser des méthodes de normalisation reconnues au niveau international chaque fois que c'était possible. Toutefois, lorsque ces méthodes permettaient un ou plusieurs choix pouvant avoir une influence sur les valeurs de mesure, nous avons imposé l'utilisation de l'une des variantes pour obtenir une uniformité maximale entre les résultats. Pour certains essais ou opérations, pour lesquels il n'existait pas de norme internationale ou si cette norme n'était pas applicable, nous renvoyons à nos propres procédures.

<sup>1</sup> Tel qu'institué par l'Ordonnance du 8 mai 2014 modifiant l'ordonnance du 25 mars 1999 relative à la recherche, la constatation, la poursuite et la répression des infractions en matière d'environnement et instituant un Code de l'inspection, la prévention, la constatation et la répression des infractions en matière d'environnement et de la responsabilité environnementale



## 1ÈRE PARTIE : ECHANTILLONNAGE ET PRE-TRAITEMENT

Paramètre / méthode	Référence
Echantillon puisé d'eaux usées	cdBP2
Echantillon puisé d'eaux de piscine	cdBP3
Echantillonnage lié au temps et au débit	cdBP4
Echantillonnage au robinet	cdBP5
Quantités, conditions et délais de conservation des échantillons d'eau	NBN EN ISO 5667-3:2012 (Remarque 1)

**Remarque 1:** si des paramètres 'dissous' doivent être déterminés, il convient de filtrer sur place avant d'ajouter d'éventuels conservateurs à l'échantillon d'eau.

## 2E PARTIE: MESURES IN SITU

Paramètre	Référence
Température	DIN 38404/C4:1976 (Remarque 2)
pH	NBN ISO 10523:2012
Conductibilité (25°C)	NBN EN 27888:1994 (Remarque3)
Oxygène dissous	NBN EN ISO 5814:2012 EPA 360.3 ISO/DIS 17289
Chlore libre et combiné	NBN EN ISO 7393-2:2000 (Remarque 4)

**Remarque 2:** La température est mesurée dans un volume d'un litre au moins, soit directement dans l'eau à échantillonner, soit dans un récipient séparé.

Le thermomètre doit être contrôlé régulièrement par rapport à un thermomètre certifié.

**Remarque3:** la température de référence est de 25°C.

**Remarque 4:** le chlore combiné est obtenu en faisant la différence entre le chlore total et le chlore libre.

La mesure du chlore libre et du chlore total doit se faire sur place, dans les 10 min. qui suivent l'échantillonnage

## 3E PARTIE: ANALYSE

Paramètre	Référence
<b>EAUX USEES – PARAMETRES INORGANIQUES</b>	
<b>Métaux, totaux et dissous (Remarque 1)</b>	
Extraction pour détermination des métaux dans l'eau	NBN EN ISO 15587-1 NBN EN ISO 15587-2 <b>(Remarque 5)</b>
Arsenic (As)	<b>Analyse:</b> – ICP-OES <b>(Remarque 6)</b> : NBN EN ISO 11885:2009 – ICP-MS <b>(Remarque 7)</b> : NBN EN ISO 17294-1 NBN EN ISO 17294-2 – SAA, four graphite NBN EN ISO 15586 – Hg NBN EN ISO 17852 NBN EN ISO 12846 – As: SAA hydride <b>(Remarque 8)</b> NBN EN ISO 11969
Aluminium (Al)	
Baryum (Ba)	
Bore (B)	
Cadmium (Cd)	
Chrome (Cr)	
Fer (Fe)	
Cobalt (Co)	
Cuivre (Cu)	
Plomb (Pb)	
Nickel (Ni)	
Etain (Sn)	
Argent (Ag)	
Zinc (Zn)	
Mercure (Hg)	
Chrome VI (CrVI)	ISO 11083:1994 NBN EN ISO 10304-3:1997 <b>(Remarque 9)</b>
<b>Autres paramètres inorganiques</b>	
Substances décantables	NBN T91-101:1974 <b>(Remarque 10)</b>
Demande biochimique en oxygène (DBO5)	ISO 5815-1:2003 ISO 5815-2:2003 <b>(Remarque 11)</b>
Demande chimique en oxygène (DCO)	ISO 6060:1989 ISO 15705:2002 <b>(Remarque 12)</b>
Cyanure, non oxydable au chlore	<b>(Remarque 13)</b>
Cyanure, total	NBN EN ISO 14403-2:2012
Cyanure, libre	NBN EN ISO 14403-2:2012 <b>(Remarque 13)</b>
Fluorure, dissous	NBN EN ISO 10304-1:2009 NBN EN ISO 10359-1:1992

Paramètre	Référence
Fluorure, total	WAC/III/C/020 WAC/III/C/022
Phosphate, comme orthophosphate total	NBN EN ISO 10304-1:2009 NBN EN ISO 15681-1:2005 NBN EN ISO 15681-2:2005 NBN EN ISO 6878:2004 ISO/DIS 15923-1:2011
Phosphate, comme phosphore total (P)	NBN EN ISO 15681-1:2005 NBN EN ISO 15681-2:2005 NBN EN ISO 11885:2009 NBN EN ISO 17294-1:2006 NBN EN ISO 17294-2:2006
Conductibilité (T <sub>ref</sub> 25°C)	NBN EN 27888:1994 <b>(Remarque 3)</b> <b>(Remarque 14)</b>
Azote, total (N)	NBN EN ISO 11905-1:1998 ISO 29441:2010 NBN EN 12260:2003 ISO/TR 11905-2:1997
Sulfate, total (comme S)	NBN EN ISO 10304-1:2009 ISO 22743:2006 ISO/FDIS 15923-1:2011
Sulfure, dissous	ASTM D4658-92:1996 ISO 13358:1997 ISO 10530:1992
Température	PARTIE 2 : MESURES SUR PLACE <b>(Remarque 15)</b>
Oxygène, dissous	PARTIE 2 : MESURES SUR PLACE <b>(Remarque 15)</b>
Taux d'acidité (pH)	PARTIE 2 : MESURES SUR PLACE <b>(Remarque 15)</b>
Particules en suspension	NBN EN 872:2005 ISO 11923:1997

**Remarque 5:** Pour l'extraction des métaux: ISO 15587-1 et ISO 15587-2.

Pour chaque série d'échantillons soumise à extraction, une procédure à blanc est toujours réalisée. Il s'agit d'un volume d'eau ultra pure qui passe par toute la procédure d'extraction. Cela permet de contrôler la pureté des acides et des autres contaminations éventuelles.

La performance de la procédure d'extraction peut être vérifiée par les moyens suivants :

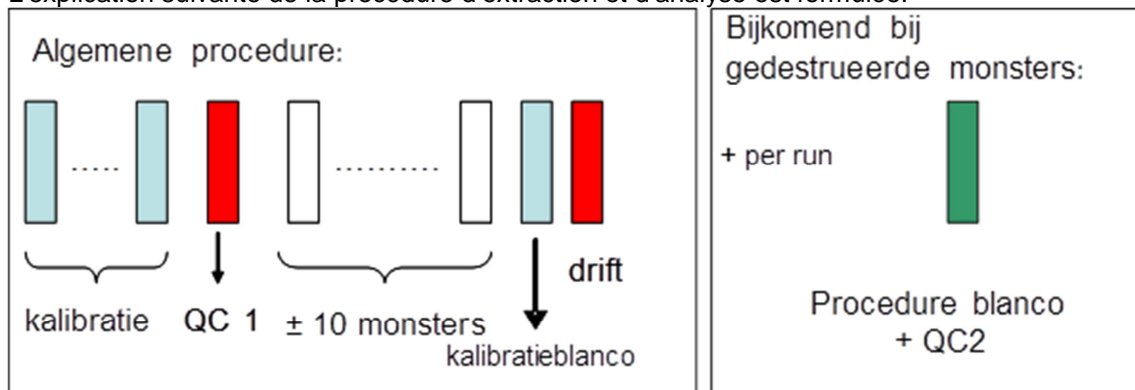
- extraction d'un matériel de référence certifié pour en contrôler le rendement, l'exactitude et la reproductibilité
- extraction régulière d'un échantillon de contrôle afin d'en vérifier la reproductibilité
- ajout d'échantillons réels avec une quantité connue d'analyte

Selon le type de système d'extraction, il convient de procéder au moins 1x par an aux contrôles/calibrations suivants :

- calibration de la capacité et de la température de systèmes à micro-ondes
- contrôle de la température des blocs de destruction

Le critère de contrôle/calibration doit répondre aux spécifications du fabricant.

L'explication suivante de la procédure d'extraction et d'analyse est formulée:



Où:

- QC 1: contrôle indépendant;
- Drift: standard de calibration ou standard indépendant (QC1);
- Dans le cas d'échantillons détruits, pour chaque action des micro-ondes/de l'appareil de chauffage, il convient d'analyser également une procédure à blanc et un échantillon QC (QC2), tous deux étant passés par l'ensemble de la procédure.

**Remarque 6:** La mesure de 2 longueurs d'onde analytiques par élément (pour autant qu'elles soient disponibles) pour détecter des interférences spectrales, est nécessaire; leur évaluation est considérée comme "expert judgement". Il est indiqué pour chaque élément quelle est la longueur d'onde recommandée, ainsi que la ou les longueur(s) d'onde, pour autant qu'il en existe.

L'utilisation de standard(s) interne(s) pour compenser les interférences non spectrales est facultative et doit être évaluée lors de la validation de la méthode.

**Remarque 7:** Le contrôle de la présence d'interférences éventuelles est nécessaire mais peut se faire de plusieurs façons dans un laboratoire, à savoir:

- il est recommandé de mesurer 2 isotopes (pour autant que ce soit faisable d'un point de vue analytique et avec la plus petite interférence) par élément pour détecter les interférences spectrales et l'évaluation est considérée comme "expert judgement". Il est indiqué pour chaque élément quel est l'isotope recommandé, ainsi que le ou les isotopes alternatifs, pour autant qu'il en existe.
- la réalisation d'un screening préalable des interférants connus pour une matrice bien définie

Pour déterminer Ag et Sb, il faut une stabilisation supplémentaire avec HCl. On peut aussi utiliser un autre stabilisateur (p. ex. acide tartrique, HF) pour la stabilisation de Sb, moyennant validation.

Il convient de contrôler l'ampleur des interférences (en cas d'utilisation de facteurs de correction) ou l'élimination d'interférants (en cas d'utilisation de collision ou reaction cell). Voici des procédures possibles:

- ajout d'interférants (p. ex. Cl, S, P, C) au contrôle indépendant
- analyse d'un matériel de référence certifié avec une matrice représentative des échantillons à analyser
- addition d'interférants à l'échantillon à analyser

**Remarque 8:** Réglez les paramètres de spectrométrie d'absorption atomique selon les directives énoncées dans le manuel du fabricant (longueurs d'onde As: 193,7 nm; Sb: 217,6 nm; Se: 196 nm).

Suivez les institutions du fabricant pour le réglage du séparateur de gaz-liquide.

Cherchez la position optimale de la cellule d'absorption afin d'avoir une transmission maximale du rayon lumineux.

Envoyez un flux d'argon ou d'azote dans le système et réglez l'instrument sur zéro.

Mesurez l'absorption des solutions dans l'ordre suivant: solution à blanc, solutions de calibration, échantillons

Faites une nouvelle analyse de chaque solution et traitez la moyenne de ces mesures.

**Remarque 9:** Il est recommandé de mesurer le chrome total en premier lieu et sur le temps de conservation du chrome VI. Si le chrome total est inférieur à la norme pour le chrome VI, ce paramètre ne doit pas être mesuré.

**Remarque 10:** Chaque série de mesure est réalisée en double. Les différences entre les deux résultats sont évaluées en utilisant les données du rapport de validation.

**Remarque 11:** Le temps d'incubation retenu est de 5 jours  $\pm$  6 heures.

Pour un échantillon connu avec des fluctuations minimales au niveau de la concentration DBO, il doit y avoir au moins 3 dilutions.

Pour les échantillons inconnus, il faut au moins 5 dilutions.

La procédure DBO standard comprend une incubation de 5 jours à 20 °C. Par une incubation de l'échantillon pendant maximum 2 jours à (0-4) °C, suivie d'une incubation pendant 5 jours à 20 °C, on obtient un résultat DBO<sub>2+5</sub>.

En raison de la comparabilité, seul l'inoculum disponible dans le commerce est retenu comme eau d'ensemencement. D'autres inoculums peuvent être utilisés à condition de l'indiquer dans le rapport d'analyse.

Si la teneur résiduelle en oxygène après 5 jours ne se situe pas entre 1/3 (33%) et 2/3 (66%) de la teneur initiale en oxygène, le résultat peut être rapporté dans la limite de 20 -80% moyennant une remarque dans le rapport d'analyse. Cela reste une mesure exceptionnelle.

**Remarque 12:** L'ajout supplémentaire de HgSO<sub>4</sub> en cas de teneur élevée en chlorure, ne doit pas être prévu en plus.

**Remarque 13:** La norme ISO 14403-2 comprend à la fois la méthode décrite dans le WAC (WAC/III/C/030) que la méthode décrite dans le CWEA (E-II-4). Les deux méthodes sont différentes mais la norme ISO ne décrit pas d'avantage ou d'inconvénient pour l'une d'entre elles. D'un point de vue analytique, les cyanures oxydables au chlore sont assimilés aux cyanures libres.

**Remarque 14:** de préférence mesure sur place (en cas d'échantillonnage)

**Remarque 15:** cette mesure doit être effectuée sur place (en cas d'échantillonnage)

Paramètre	Référence
<b>EAUX USEES – PARAMETRES ORGANIQUES</b>	
AOX (composés organiques halogénés)	NBN EN ISO 9562
EOX (composés organiques halogénés)	WAC/IV/B/010
VOX (composés organiques halogénés)	WAC/IV/B/012
Substances extractibles à l'éther de pétrole	WAC/IV/B/005
Substances extractibles au CCl <sub>4</sub>	WAC/IV/B/026 <b>(Remarque 16)</b>
Huile minérale (GC-FID)	ISO/DIS 9377-2
<b>Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), 16 EPA</b>	
naphtalène	NBN EN ISO 17993:2004 ISO 28540:2011
acénaphthylène	
acénaphtène	
fluorène	
phénanthrène	
anthracène	
fluoranthène	
pyrène	
benzo(a)anthracène	
chrysène	
benzo(b)fluorantène	
benzo(k)fluorantène	
benzo(a)pyrène	
indéno(1,2,3-cd)pyrène	
dibenzo(a,h)anthracène	
benzo(g,h,i)pérylène	
<b>Composés organiques volatils (COV)</b>	
benzène	NBN EN ISO 15680:2004 ISO 11423-1:1997
toluène	
xylènes (somme de o-,p- et m-xylène)	
Ethylbenzène	
styrène	
MTBE	
1,2-dichloroéthane	
dichlorométhane	
tétrachloroéthylène,	
tétrachlorométhane	
trichlorobenzènes: 1,2,4 trichlorobenzène 1,2,3-trichlorobenzène 1,3,5-trichlorobenzène	

Paramètre	Référence
trichloroéthylène,	
trichlorométhane	
chlorure de vinyle	
<b>Composés organiques halogénés moyennement volatiles (MVOCI)</b>	
heptachlore	NBN EN ISO 6468:1997
hexachlorobenzène	
hexachlorobutadiène	
hexachlorocyclo-hexane (alfa, beta, gamma, delta)	
trichlorobenzènes: 1,2,4trichlorobenzène, 1,2,3trichlorobenzène, 1,3,5trichlorobenzène	
<b>Phénols, comme C total</b>	
phénol	ISO 8165-2:1999
2-méthylphénol	
3-méthylphénol	
4-méthylphénol	
2,4-diméthylphénol	
4-éthylphénol	
2,6-bis(1,1-diméthyl-éthyl)-4-méthylphénol	
2-phénylphénol	
2-benzylphénol	
2-benzyl-4-méthylphénol	
2-chlorophénol	
3-chlorophénol	
4-chlorophénol	
4-chloro-2-méthylphénol	
4-chloro-3-méthylphénol	
6-chloro-3-méthylphénol	
2,4-dichloro-3,5-diméthylphénol	
2-chloro-4-t-butylphénol	
2-cyclopentyl-4-chlorophénol	
4-chloro-2-benzylphénol	
6-chloro-5-méthyl-2-(1-méthyléthyl)phénol	
2,3-dichlorophénol	
2,4-dichlorophénol	
2,5-dichlorophénol	
2,6-dichlorophénol	
2,4,6-trichlorophénol	
2,3,5-trichlorophénol	



Paramètre	Référence
2,4,5-trichlorophénol	
2,3,6-trichlorophénol	
2,3,4,5-tétrachlorophénol	
2,3,4,6-tétrachlorophénol	
2,3,5,6-tétrachlorophénol	
Pentachlorophénol	

**Remarque 16:** Le terme de substances apolaires extractibles au tétrachloroéthène recouvre les termes qui apparaissent dans la législation environnementale de “substances apolaires extractibles au perchloroéthylène”, “substances extractibles au CCl<sub>4</sub>”, “hydrocarbures aliphatiques et naphéniques” et “huiles minérales”.

Paramètre	Référence
<b>Piscines</b>	
Taux d'acidité (pH)	2e PARTIE: MESURES IN SITU ( <b>Remarque 15</b> )
Chlore libre et combiné	2e PARTIE: MESURES IN SITU ( <b>Remarque 4</b> )
Urée	<b>Transformation enzymatique d'urée en ammonium:</b> NEN 6494 <b>Analyse ammonium:</b> ISO 7150-1 ISO 11732 ISO 5664 ISO 14911 ISO/DIS 15923-1
Chloroforme	NBN EN ISO 15680:2004 ISO 11423-1:1997
Oxydabilité	NBN EN ISO 8467:1995
Chlorures	NBN EN ISO 10304-1:2009 NBN EN ISO 10304-4:1999 NBN EN ISO 15682:2001 ISO/DIS 15923-1:2011

### CARACTERISTIQUES DE PERFORMANCE ET RAPPORTAGE

Paramètre / méthode	Référence
Rapportage des échantillonnages et résultats d'analyse	cdBP6