

# ECHANTILLONS D'EAUX USÉES

## 1. OBJECTIF ET CHAMP D'APPLICATION

Cette procédure décrit l'échantillonnage instantané via un échantillon puisé d'eaux usées en ce qui concerne les mesures sur place (p. ex. pH, température, etc.) et les analyses (physico)-chimiques faites en laboratoire.

Cette méthode s'applique aux eaux usées domestiques et industrielles (ou mélanges des deux).

Le fondement légal de cette procédure est fixé par l'article 13 § 1<sup>er</sup> du Code de l'inspection, la prévention, la constatation et la répression des infractions et de la responsabilité environnementale<sup>1</sup>.

Pour l'échantillonnage d'eaux usées lié au temps et/ou au débit, nous renvoyons à la procédure cdBP2 du Code de Bonnes Pratiques.

Pour le prélèvement d'un échantillon puisé dans des piscines, nous renvoyons à la procédure cdBP3.

Pour les mesures sur place, nous renvoyons à la 1e partie du cdBP1.

## 2. APPAREILS, MATERIEL ET SOLUTIONS

Les appareils et le matériel doivent être constitués autant que possible de matériaux inertes par rapport au(x) composant(s) à analyser. Ils doivent être bien entretenus et propres, et doivent être régulièrement nettoyés par un moyen mécanique et/ou chimique afin que la représentativité de l'échantillonnage ne soit pas influencée défavorablement.

### 2.1. APPAREILS D'ÉCHANTILLONNAGE

- 2.1.1. Bêcher ou gobelet gradué avec anse<sup>2</sup>
- 2.1.2. Puitsoir à tige (télescopique) avec support et gobelet/récipient (gradués) adapté<sup>2</sup>
- 2.1.3. Seau avec corde
- 2.1.4. Appareils de mesure sur terrain (le cas échéant)
- 2.1.5. On prévoit d'office un thermomètre numérique portable ou un thermocouple d'une précision jusqu'à 0,1°C, conformément au cdBP1.

### 2.2. MATÉRIEL

- 2.2.1. Assez de récipients en plastique et/ou en verre pour les paramètres (physico)-chimiques à analyser (pré-conservés, le cas échéant). Les directives concernant le volume minimum d'eau, les conservateurs nécessaires et les récipients à utiliser (p. ex.. plastique, verre,...) par (groupe de) paramètre(s), conformément au cdBP1 (NBN EN ISO 5667-3), doivent être respectées.

Si le paramètre à analyser requiert un conservateur donné, conformément à la norme NBN EN ISO 5667-3, on utilisera des récipients d'échantillonnage pré-conservés.

- 2.2.2. Gobelet(s) gradué(s) avec bec verseur et anse pour homogénéisation<sup>2</sup> (peut être le même que 2.1.1)

<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

<sup>2</sup> Prévoir un nouvel exemplaire propre pour chaque échantillonnage



- 2.2.3. Seau(x)<sup>2</sup>, d'une capacité de min. 1,5x le volume nécessaire pour remplir les récipients d'échantillonnage
- 2.2.4. Récipient à large col pour l'échantillonnage de couches superficielles
- 2.2.5. Gants jetables avec manchettes
- 2.2.6. Appareil permettant de fixer et de retrouver des coordonnées spatiales, p. ex. GPS (facultatif)
- 2.2.7. Formulaire d'échantillonnage
- 2.2.8. Seringues jetables<sup>2</sup> et filtres de 0,45 µm<sup>2</sup> (si des paramètres dissous doivent être déterminés)
- 2.2.9. Papier absorbant
- 2.2.10. Equipements de protection individuelle, en fonction des conditions de l'échantillonnage.
- 2.2.11. Glacières avec suffisamment de blocs réfrigérants congelés ou installation frigorifique pour garantir le transport réfrigéré des échantillons
- 2.2.12. Appareil photo (facultatif)

### 3. CHOIX DU LIEU ET DU POINT D'ÉCHANTILLONNAGE

#### 3.1. LIEU D'ÉCHANTILLONNAGE

Choisissez un endroit pour le prélèvement d'un échantillon puisé qui réponde aux conditions suivantes:

- L'échantillon sera prélevé de préférence dans des **eaux courantes**:

Choisissez de préférence un endroit où il y a (beaucoup) de turbulences ou un endroit où l'on peut supposer que la composition pourra être la plus représentative, par exemple:

- où une installation de mesure (ouverte) (canal jaugeur,...) est installée. Le point d'échantillonnage est choisi en aval de l'installation de mesure, à une distance égale à 3x la largeur de l'installation de mesure.

Si un échantillonnage n'est pas possible en aval, les options suivantes sont envisagées pour le point d'échantillonnage (dans cet ordre):

- o en amont de l'installation de mesure, dans l'installation de mesure ouverte proprement dite,
- o à un endroit où est installé un ouvrage de vidange (p. ex. débitmètre inductif dans une installation de mesure fermée)

Ces options sont toujours considérées comme une dérogation à cette procédure.

- au niveau de l'écoulement des eaux usées d'un tuyau d'évacuation dans des eaux de surface ou dans un puits ou un égout situé en contre-bas;
- à des endroits désignés dans la procédure, au niveau de l'arrivée et de l'évacuation de l'installation de traitement d'une station d'épuration (en concertation avec le responsable de production).

- Si l'échantillonnage se fait à un endroit où **l'eau est stagnante**:

- essayez d'homogénéiser les eaux usées stagnantes avant de procéder à l'échantillonnage (p. ex. remuer, faire circuler, etc.)
- le plus possible au centre des eaux usées stagnantes ou, quoi qu'il en soit, assez loin du bord pour éviter les effets de ce dernier;
- à un endroit avec suffisamment de profondeur pour l'échantillonnage afin que les particules décantées ne soient prises dans l'échantillon et/ou pour pouvoir éviter l'influence du fond.

Le prélèvement d'un échantillon puisé dans une telle situation ne donne aucune garantie de représentativité si l'eau à échantillonner n'a pas pu être homogénéisée. Dans pareille situation, on passera de préférence à des appareils spécialisés permettant d'échantillonner sur toute la hauteur des eaux usées stagnantes (p. ex. échantillonneur de couches de liquide). Documentez l'échantillonnage (homogénéisation ou non, utilisation éventuelle de techniques d'échantillonnage alternatives).

Documentez et décrivez clairement l'endroit choisi pour l'échantillonnage: adresse du siège d'exploitation, description du point d'échantillonnage dans ce lieu avec indication au moyen d'un croquis ou d'une photo.

Il convient également de noter et de rapporter la constatation de l'état courant ou stagnant de l'eau.

La sécurité de l'exécutant est prioritaire lorsqu'il s'agit d'atteindre un lieu d'échantillonnage et les dangers doivent être évalués. L'accessibilité ou le manque de sécurité au niveau de l'accès au site peut empêcher d'atteindre un point d'échantillonnage visé. Dans ce cas, on choisira un autre endroit et la raison en sera consignée.

### 3.2. POINT D'ÉCHANTILLONNAGE

Un échantillon puisé est prélevé *sous la surface de l'eau*, à -10 cm environ.

Veillez à cet égard aux points suivants:

- les dépôts, sédiments, couches de boue, etc. se trouvant au fond du canal ou du tuyau d'évacuation ne sont pas échantillonnés.
- si le dépôt doit être échantillonné, cela se fera séparément (uniquement la couche de dépôt, cf. couches flottantes (analyse qualitative)).
- dans les installations de mesure ou les canaux d'évacuation peu profonds, il convient d'utiliser des appareils (compacts), adaptés à la largeur et la profondeur (d'eau) (p. ex. plus petit format de bécnet ou de seau) pour extraire de l'eau de sous la surface.

## 4. ÉCHANTILLONNAGE

### 4.1. PRÉPARATION

- Documentez et décrivez l'endroit et le point choisis pour l'échantillonnage conformément aux directives du §3.
- Pour l'échantillonnage de paramètres physico-chimiques, portez au moins des gants jetables.
- Estimez la présence de couches flottantes (p. ex. graisses, huiles) ou d'autres pollutions flottantes à la surface de l'eau. Notez leur présence ou leur absence, et faites-en une description visuelle sur le formulaire d'échantillonnage.

Si la nature de la couche flottante doit faire l'objet d'une évaluation qualitative, vous pouvez éventuellement prélever un échantillon de la couche superficielle (voir § 4.2); sinon: passez au § 4.3.

### 4.2. ÉCHANTILLONNAGE QUALITATIF DE LA COUCHE FLOTTANTE OU DE LA COUCHE SUPERFICIELLE (ÉCHANTILLONNAGE DIRECT) (FACULTATIF)

- Prenez un récipient avec une large ouverture (bouteille à large col) et sans conservateur, ou placez cette bouteille à large col sur un bâton télescopique. Maintenez l'ouverture de la bouteille orientée vers l'amont (ou contre le sens du vent en cas d'eau stagnante) et horizontalement par rapport à la couche flottante de manière à ce que le col du récipient soit à moitié immergé.
- Remplissez le récipient aux  $\frac{3}{4}$  maximum et relevez-le. Veillez à ce que le récipient d'échantillonnage ne soit pas trop rempli car la couche superficielle pourrait déborder (partiellement). Fermez la bouteille à large col. Après quoi, l'échantillon ne nécessite pas d'autre opération pour l'évaluation qualitative des couches flottante ou superficielle. Il est interdit de transvaser le contenu du récipient d'échantillonnage dans un autre récipient pour analyse (p. ex. avec un conservateur) en raison du risque de perte de la couche superficielle (qui pourrait rester dans le premier récipient).
- Etant donné que la couche flottante pourrait rester accrochée aux gants et influencer l'échantillonnage suivant, des (nouveaux) gants jetables propres doivent être utilisés.

- Répétez les opérations précédentes du §4.2 s'il faut prélever un double échantillon ou un contre-échantillon.

#### 4.3. ECHANTILLONNAGE DE PARAMÈTRES PHYSIQUES/CHIMIQUES (ÉCHANTILLONNAGE INDIRECT)

- Prenez un gobelet gradué avec anse (si accès facile) ou avec un bras télescopique pour prélever l'échantillon, et munissez-vous d'un seau d'une capacité d'au moins 25% supérieure au volume de tous les récipients de labo à remplir. Il est recommandé de rincer le seau avec les eaux usées à échantillonner avant de prélever l'échantillon définitif. Si l'eau est suffisamment profonde à l'endroit choisi (plus profonde que le diamètre du seau), l'échantillonnage peut aussi se faire directement avec le seau.
- Le cas échéant, éliminez les couches flottantes ou autres pollutions qui pourraient subsister à la surface de l'eau au niveau du point d'échantillonnage en faisant bouger plusieurs fois le puisoir à tige ou le fond du récipient à la surface de l'eau et en débarrassant le point d'échantillonnage des particules flottantes.
- Prélevez l'échantillon puisé en immergeant le gobelet gradué (évt. à l'aide d'un bras télescopique) ou le seau au lieu d'échantillonnage préalablement choisi (voir §3), de préférence au moins 10 cm sous l'eau de surface, sans approcher trop près du fond): descendez le gobelet gradué à l'envers dans l'eau jusqu'à la profondeur d'échantillonnage et retournez-le afin qu'il se remplisse.
- Déversez délicatement le contenu du gobelet gradué contre la surface intérieure du seau et évitez d'y incorporer de l'air (ne pas déverser trop vite). Répétez l'opération dans un intervalle le plus court possible jusqu'à ce que la quantité nécessaire d'échantillon soit rassemblée (soit au moins 20% en plus que le contenu de tous les récipients de labo à remplir, compte tenu des doubles échantillons et des contre-échantillons).
- Remplissez le seau au 4/5 maximum afin qu'il soit encore possible d'homogénéiser (mélanger) l'échantillon avec le gobelet gradué.

## 5. TRAITEMENT ET MESURE D'ÉCHANTILLONS D'EAU SUR PLACE

### 5.1. MESURES SUR PLACE

La température, le pH et l'oxygène dissous font l'objet de mesures irréfutables sur place.

La conductivité est aussi déterminée de préférence sur place.

Les mesures sur place sont effectuées conformément à la 2e partie du cdBP1. La température est déterminée directement après l'échantillonnage.

### 5.2. REMPLISSAGE DE RÉCIPIENTS (POUR PARAMÈTRES PHYSICO-CHIMIQUES)

On envoie généralement plus d'un récipient au labo, en fonction du nombre de paramètres ou de groupes de paramètres à analyser, avec ajout ou non d'un conservateur. Les récipients de labo contenant un conservateur ne peuvent PAS être remplis directement dans l'eau lors du prélèvement d'un échantillon puisé en raison du principe de base selon lequel aucun produit chimique ne peut être ajouté à l'eau à échantillonner.

Pour ce qui est des eaux usées, un échantillon est toujours collecté dans un seau. Si l'échantillonnage a été effectué avec un gobelet gradué ou un puisoir à tige avec gobelet, plusieurs échantillons d'eau sont rassemblés dans ce seau (voir §4.3). Les différents récipients destinés à l'évaluation de paramètres physico-chimiques seront ensuite remplis au départ de ce seau, dans un ordre bien précis (voir §5.4):

- L'eau du seau est homogénéisée avec un gobelet gradué avec anse en faisant des mouvements horizontaux et verticaux avec le gobelet dans le seau (p. ex. faire des huit dans la solution avec le gobelet gradué). Les récipients nécessaires sont remplis avec ce

gobelet gradué et chaque fois que de l'eau est puisée dans le seau, le contenu de celui-ci est à nouveau mélangé. On veillera à cet égard à ce que la matière décantée revienne en suspension.

- Pour chaque récipient suivant à remplir, le gobelet gradué doit à nouveau être rempli après que le contenu du seau a été homogénéisé une nouvelle fois.
- S'il faut un double échantillon (échantillon et contre-échantillon), les deux récipients sont remplis consécutivement. Pour l'échantillon et le contre-échantillon, le gobelet suivant est chaque fois rempli une fois que l'eau a été homogénéisée dans le seau. Le récipient du contre-échantillon ne peut pas être rempli avec ce qui reste dans le gobelet gradué. Le récipient suivant est ensuite rempli en double exemplaire.

### 5.3. FILTRATION SUR PLACE

Pour certains paramètres (notamment les métaux dissous), l'échantillon d'eaux usées doit être filtré sur place avec un filtre de seringue de 0,45 µm. La filtration est effectuée juste avant de remplir le récipient pour le paramètre dissous, en tenant compte de l'ordre indiqué sur le récipient.

Aspirez de l'eau usée de l'échantillon rassemblé dans le seau, à l'aide d'une seringue jetable. Placez ou vissez un filtre à seringue de 0,45µm (à usage unique) sur la seringue, faites passer l'eau par le filtre et récoltez-la dans le récipient à échantillon. Répétez l'opération jusqu'à ce que le récipient soit rempli. Prenez un nouveau filtre pour remplir le récipient suivant.

### 5.4. CONSERVATION ET ORDRE DE REMPLISSAGE

Pour chaque paramètre ou groupe de paramètres d'analyse, les échantillons doivent contenir les conservateurs nécessaires aux paramètres (physico-)chimiques, conformément à la norme ISO 5667-3 (1e partie du cdBP1). La nature et la durabilité des conservateurs doivent être mentionnées sur les récipients et doivent être respectées. On utilisera de préférence des récipients pré-conservés.

La mise en conservation des échantillons d'eau se fait toujours sur place.

Les récipients (à l'exception de ceux destinés à l'analyse qualitative d'une couche flottante, voir 4.2) sont remplis au départ du seau, dans un ordre précis, à savoir:

1. Récipient(s) destiné(s) aux solvants organiques volatiles
2. Récipients pouvant perturber la détermination de l'apport en oxygène (p. ex. DBO, oxygène dissous)
3. Récipient(s) sans réactif conservateur
4. Récipient(s) avec réactif conservateur: il convient également de tenir compte d'un ordre de remplissage pour éviter la contamination d'un échantillon suivant via le réactif conservateur.

Exemple: un récipient destiné à déterminer la teneur en nitrate ne peut pas suivre le remplissage d'un récipient contenant de l'acide nitrique. Un récipient destiné à l'analyse de métal ne peut être rempli après le remplissage d'un récipient contenant du chromate de potassium en raison du risque de contamination au Cr.

5. Récipients pour des mesures sur place: min. 1000 ml dans un gobelet/récipient de mesure pour la température; min. 50 ml d'eau dans un récipient de mesure pour la conductivité, l'oxygène dissous, le pH.

On remplira de préférence séparément les récipients de mesure pour la conductivité et le pH pour éviter toute contamination via l'électrode (contamination externe ou via une fuite de l'électrode pH). Mais si on le souhaite, le récipient dans lequel la conductivité a été mesurée, peut ensuite être utilisé pour la mesure du pH.

## 6. ANALYSE PAR LE LABORATOIRE

Les analyses sont effectuées dans le laboratoire agréé, conformément à la 3e partie (Analyse) du cdBP1. Les analyses doivent commencer dans les délais de conservation imposés à la 1e partie (Echantillonnage et prétraitement) du cdBP1.

## 7. ENREGISTREMENTS DE TERRAIN

Des enregistrements de terrain sont effectués pour chaque échantillonnage d'eau. Cela peut se faire par exemple au moyen d'un 'formulaire d'échantillonnage'.

Les données suivantes doivent au moins être enregistrées, pour autant qu'elles soient pertinentes:

- identification de l'échantillonneur
- date et heure de l'échantillonnage
- identification claire du lieu d'échantillonnage
- conditions (météorologiques) de l'échantillonnage et/ou juste avant celui-ci (p. ex. pluie, nuageux, soleil, etc.)
- méthode d'échantillonnage (échantillon puisé eaux usées courantes/stagnantes), y compris les appareils utilisés et les opérations effectuées
- température de l'eau lors de l'échantillonnage
- résultats des mesures sur place (le cas échéant)
- dérogations et remarques éventuelles et/ou conditions (ambiantes) pouvant influencer l'échantillonnage

## 8. RAPPORTAGE

Un rapport d'échantillonnage doit être établi pour chaque échantillonnage.

Le rapport d'échantillonnage doit mentionner au moins les données énumérées dans le cdBP6 (Rapportage).

## 9. TRANSPORT

Les délais de conservation maximums des échantillons d'eau conformément à la 1e partie (échantillonnage et prétraitement) du cdBP1 s'appliquent à partir du moment (date/heure) du dernier prélèvement de l'échantillonnage.

Une exposition à la lumière et à la chaleur doit être évitée à tout moment.

Les échantillons à température élevée sont séparés physiquement des échantillons froids.

Il convient de garantir le transport à froid en utilisant des glacières avec suffisamment de blocs réfrigérants ou une installation frigorifique.

Il est judicieux d'enregistrer la courbe de température durant le transport à l'aide d'un logger. La température d'un échantillon ne peut certainement pas augmenter pendant le transport (cela vaut uniquement pour les échantillons dont la température est supérieure à 8°C).

## 10. RÉFÉRENCES

- ISO 5667-1 (2006) Water quality - sampling Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques.
- ISO 5667-3 (2003) Water quality- sampling Part 3: Guidance on preservation and handling of samples.

- ISO 5667-10 (1992) Water quality - sampling - Part 10: Guidance on sampling of waste water
- NPR 8066 (nov. 2010) Water - Monsterneming stilstand afvalwater
- cdBP1 2e partie Mesures in situ, Code de Bonnes Pratiques pour l'échantillonnage et l'analyse d'eaux usées de la Région bruxelloise
- cdBP1 3e partie Analyse, Code de Bonnes Pratiques pour l'échantillonnage et l'analyse d'eaux usées de la Région bruxelloise
- cdBP6 Rapportage d'échantillonnage et de résultats d'analyse, Code de Bonnes Pratiques pour l'échantillonnage et l'analyse d'eaux usées de la Région bruxelloise