

ECHANTILLONNAGE INSTANTANÉ D'EAUX USÉES À UN ROBINET

1. OBJECTIF ET CHAMP D'APPLICATION

Cette procédure décrit l'échantillonnage instantané d'eaux usées via un robinet sur une installation de contrôle avec évacuation fermée, en ce qui concerne les mesures sur place (p. ex. pH, température, etc.) et les analyses (physico)-chimiques faites en laboratoire.

Cet échantillonnage est toujours précédé d'un rinçage minutieux du volume mort dans le robinet et de l'eau stagnante dans le conduit d'échantillonnage.

La méthode est aussi applicable au prélèvement d'un échantillon instantané à une citerne (tampon) (préalablement au déversement de plus petits débits), une unité de stockage (p. ex. citerne, récipient de stockage avec robinet) ou un circuit de conduites.

On parle d'un échantillon instantané, représentatif de la qualité de l'eau au moment et à l'endroit de l'échantillonnage.

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 § 1er du Code de l'inspection, la prévention, la constatation et la répression des infractions et de la responsabilité environnementale¹.

Pour le prélèvement d'un échantillon puisé d'eaux usées, nous renvoyons à cdBP2. Pour l'échantillonnage d'eaux usées lié au temps et/ou au débit, nous renvoyons à la méthode cdBP 2 du Code de Bonnes Pratiques.

Pour le prélèvement d'un échantillon puisé dans des piscines, nous renvoyons à la méthode 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. Seau(x), d'une capacité de min. 1,5x le volume nécessaire pour remplir les récipients d'échantillonnage²
- 2.1.2. Seau(x) pour récolter l'eau de rinçage
- 2.1.3. Appareils pour mesures de terrain (le cas échéant)
- 2.1.4. On prévoit d'office un thermomètre numérique portable ou un thermocouple d'une précision jusqu'à 0,1°C, conformément au cdBP1.

¹ 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

² Prévoir un exemplaire propre distinct pour chaque échantillonnage



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-conditionné.**
- 2.2.2. Gobelet(s) gradué(s) avec bec verseur et anse pour l'homogénéisation²
- 2.2.3. Gants jetables avec manchettes
- 2.2.4. Formulaire d'échantillonnage
- 2.2.5. Seringues jetables² et filtres de 0,45 µm² (si des paramètres dissous doivent être déterminés)
- 2.2.6. Papier absorbant
- 2.2.7. Equipements de protection individuelle, en fonction des conditions de l'échantillonnage.
- 2.2.8. Glacières avec suffisamment de blocs réfrigérants congelés ou installation frigorifique pour garantir le transport réfrigéré des échantillons
- 2.2.9. Appareil photo (facultatif)

3. CHOIX DU LIEU ET DU POINT D'ÉCHANTILLONNAGE

3.1. LIEU D'ÉCHANTILLONNAGE

Dans le cas d'une évacuation fermée, un point d'échantillonnage est sélectionné en amont de l'installation de contrôle (débitmètre).

Généralement, l'exploitant aura monté un robinet à cet effet sur le conduit d'évacuation.

Lors du choix du point d'échantillonnage (robinet), tenez compte également des directives suivantes:

- L'échantillon sera prélevé de préférence dans les eaux courantes du conduit d'évacuation. Grâce au courant et aux turbulences, les particules et les pollutions seront réparties de façon plus homogène.
Dans l'eau stagnante, il peut y avoir un mauvais mélange ou une stratification dans le sens vertical.
- Si le circuit de conduites du processus compte plusieurs points d'échantillonnage (robinets), un robinet est choisi
 - i. le plus près possible de l'installation de contrôle fermée
 - ii. à un endroit où l'on peut escompter que le mélange sera optimal, entre autres après une partie qui crée des turbulences (p.ex. valve, courbe dans la conduite, pompe,...)
 - iii. sur une conduite verticale afin d'éviter un retour éventuel dans une conduite horizontale (obligatoire pour les nouvelles installations)
- Evitez les robinets sales, poussiéreux ou corrodés, ou les robinets installés trop près du sol, ou encore les raccordements qui fuient au-dessus du robinet à échantillonner. Ceux-ci entraînent une contamination de l'échantillon en raison de l'environnement et/ou des difficultés pratiques lors de l'échantillonnage.

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.

4. ECHANTILLONNAGE

4.1. PRÉPARATION

- Documentez et décrivez l'endroit et la situation choisis pour l'échantillonnage conformément aux directives du §3.
- Portez au moins des gants jetables pour l'échantillonnage.
- Faites enlever les embouts et/ou pièces de jonction (le cas échéant) qui peuvent être facilement démontés à la main ou à l'aide d'une pince/clé.
- S'il faut un tuyau au robinet pour faire couler l'eau, vérifiez qu'il soit suffisamment propre à l'intérieur ou faites-le remplacer ou nettoyer par l'exploitant.
- Nettoyez les environs immédiats du robinet à échantillonner (intérieur et extérieur) à l'aide d'un papier humide.
- Homogénéisez, si possible, le contenu de la citerne tampon ou de l'unité de stockage pendant 15 minutes au moins: demandez au responsable de production ou à l'exploitant d'enclencher les mélangeurs éventuellement présents ou de vous fournir des preuves de son fonctionnement, ou de pomper ou de faire circuler le liquide, si possible.
- Rincez le robinet et, le cas échéant, l'eau stagnante dans le conduit d'échantillonnage correspondant: ouvrez le robinet (de préférence à plein débit) et rincez au moins 1 minute, fois 3 fois le volume mort ou stagnant dans le conduit d'échantillonnage dans tous les autres cas, avec un maximum de 50 litres.
- Collectez l'eau de rinçage dans un (des) seau(x) si une évacuation n'est pas prévue (avaloir, bac de rinçage). Ne fermez pas le robinet, attendez la fin de l'échantillonnage.

4.2. ECHANTILLONNAGE (ÉCHANTILLONNAGE INDIRECT)

- Réglez le robinet à demi-débit (si possible) ou réglez un débit plus faible afin d'éviter la formation de bulles d'air dans l'échantillon.
- Prenez un seau dont la capacité est au moins 25% supérieure au volume de tous les récipients à remplir.
- Rincez le seau éventuellement avec les eaux usées à échantillonner.
- Remplissez le seau aux 4/5 maximum afin qu'il soit encore possible d'homogénéiser (remuer) avec le gobelet gradué dans le seau.
- Prélevez immédiatement un échantillon partiel dans le seau, dans un récipient d'environ 1 litre pour les mesures sur place.

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. Les différents récipients 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 suivant est ensuite rempli en double exemplaire. Le récipient du contre-échantillon ne peut pas être rempli avec ce qui reste dans le gobelet gradué.

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 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 pré-traitement) du GIDS-W001.

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 et de la situation d'échantillonnage
- conditions (météorologiques) de l'échantillonnage et/ou juste avant celui-ci (p. ex. pluie, nuageux, soleil, etc.), si l'échantillonnage a été effectué à l'extérieur
- méthode d'échantillonnage (échantillon instantané au robinet), 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 pré-traitement) du GIDS-W001 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
- ISO 5667-7 (1993) Water quality - sampling - Part 10: Guidance on sampling of water and steam in boiler plants

- 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