

RAPPORTAGE DES ÉCHANTILLONNAGES ET RÉSULTATS D'ANALYSE

1. INTRODUCTION-OBJECTIF

Cette procédure prescrit la méthode à suivre pour les échantillonnages effectués par ou pour le compte de la police de l'environnement de la Région bruxelloise, ainsi que les critères à imposer aux laboratoires responsables des échantillons d'eau prélevés.

Un rapport avec des résultats d'analyse et des détails concernant l'échantillonnage n'est pas un but en soi mais plutôt un outil devant permettre à son bénéficiaire d'interpréter les résultats d'analyse en fonction de la réglementation en vigueur. Le rapport doit non seulement mentionner purement et simplement les résultats d'analyse, mais il doit refléter aussi, avec le plus de précision possible, les conditions de l'échantillonnage et de l'analyse et ce, i) pour permettre à l'utilisateur de tirer les conclusions correctes des informations présentées et ii) pour garantir la validité légale des résultats.

Pour fixer les conditions de rapportage et par extension, pour la planification et la réalisation des échantillonnages, il faut partir du principe de "fit for purpose". La chaîne complète qui mène à l'échantillonnage final et au rapport d'analyse, doit être axée sur i) la collecte des données qui ont initialement conduit à la demande d'échantillonnage, et ii) sur la garantie de la qualité de ces données tout au long de la chaîne. Outre les exigences relatives au rapportage reprises dans cette procédure, il convient également de tenir compte des points suivants lors de la procédure:

- Certains paramètres ont une durée de conservation restreinte, requièrent un pré-traitement spécifique en laboratoire ou ne peuvent pas être échantillonnés et/ou analysés de façon routinière. Pour pouvoir garantir que ces paramètres seront correctement déterminés, il convient de prévoir des accords avec le laboratoire exécutant. Dans certains cas spécifiques, il peut être nécessaire d'avoir une confirmation du laboratoire pour l'analyse.
- La situation est comparable en ce qui concerne la conservation des échantillons prélevés; sur ce point également, il convient de s'arranger avec le laboratoire.
- Le contexte plus large de l'analyse peut être important pour l'analyse proprement dite; il est dès lors conseillé de communiquer par exemple au laboratoire des détails concernant la matrice, les éventuelles données historiques ou autres conditions annexes.

Les exigences imposées ci-dessous garantissent la conformité avec i) les exigences générales relatives à la traçabilité des activités et au traitement des objets de test conformément à ISO 17025, ii) les exigences spécifiques relatives au rapportage telles qu'elles figurent dans ISO 17025 et iii) les exigences imposées par le Code de l'inspection, la prévention, la constatation et la répression des infractions et de la responsabilité environnementale, 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. RAPPORTAGE D'ÉCHANTILLONNAGES

2.1. RAPPORTAGE

Le rapport d'échantillonnage doit contenir au moins les données suivantes:

- Un code d'identification unique du rapport d'échantillonnage.
- Le commanditaire de l'échantillonnage.
- L'exécutant de l'échantillonnage.
- Dans le cas d'échantillons prélevés dans une entreprise, éventuellement le(s) représentant(s) de l'exploitant s'il(s) étai(en)t présent(s) lors de l'échantillonnage.
- La date et l'heure de l'échantillonnage.
- Une identification du lieu d'échantillonnage. Ceux-ci doivent être décrits avec un maximum de détails, en utilisant par exemple l'adresse, les coordonnées GPS, des photos ou des esquisses, l'identification de l'installation échantillonnée, etc.
- Le cas échéant, une description du lot échantillonné.
- Une référence à la méthode d'échantillonnage utilisée.
- Une description des éventuelles divergences par rapport à la méthode utilisée, y compris une justification de celles-ci.
- Eventuellement des données supplémentaires qui seraient requises de par la procédure d'échantillonnage utilisée.
- Le nombre, le volume et la nature des échantillons prélevés, y compris les récipients utilisés et un code d'identification unique par échantillon.
- Le cas échéant, préciser si un deuxième échantillon a été prélevé et transmis à l'exploitant. Si ces échantillons n'ont pas été transmis, le labo exécutant doit les tenir à la disposition de l'exploitant de l'installation durant cinq jours. Le transfert éventuel à une date ultérieure doit être noté dans le rapport d'échantillonnage.
- L'identification du laboratoire qui sera chargé de l'analyse des échantillons prélevés. Si des échantillons en double exemplaire sont transmis à l'exploitant, l'identification du labo en charge de l'analyse doit également être communiquée étant donné que, conformément à l'ordonnance, l'analyse éventuelle de ces échantillons ne peut pas être effectuée par le même laboratoire.
- Les résultats des mesures in situ.
- Les détails concernant le transfert des échantillons prélevés à un laboratoire.

2.2. TRANSFERT DES DONNÉES D'ÉCHANTILLONNAGE AU LABORATOIRE

Les données suivantes doivent être transmises au laboratoire, en même temps que les échantillons:

- Une demande d'analyse des échantillons remis.
- Un renvoi au rapport d'échantillonnage tel qu'il figure au §2.1
- La matrice des échantillons et, par extension dans le cas d'eaux usées, le secteur de l'entreprise où les échantillons ont été prélevés.
- Les paramètres à analyser.
- L'indication que toutes les analyses doivent être effectuées conformément au Code de bonnes pratiques pour l'échantillonnage et l'analyse d'eaux usées en RBC.
- La nature et le nombre de récipients remis.
- Les pré-traitements spécifiques qui doivent être faits sur les échantillons, si ceux-ci ne sont pas prévus par la méthode standard. (p.ex. réalisation d'échantillons mélangés)
- La date et l'heure de l'échantillonnage.
- La date et l'heure du transfert des échantillons au laboratoire.
- Les coordonnées du mandataire ou de son représentant, qui peut être contacté pour des questions spécifiques relatives à la demande d'analyse.
- Les critères spécifiques liés à la demande et/ou des données annexes pouvant avoir une importance pour l'exécution de la mission d'analyse ou pouvant influencer la qualité de l'échantillonnage ou les analyses suivantes.

3. CRITÈRES DU RAPPORTAGE DES RÉSULTATS D'ANALYSE

Les données suivantes doivent au moins figurer dans le rapport d'analyse

- Une identification unique du rapport d'analyse
- Le nom et l'adresse du laboratoire en charge de l'analyse
- Une identification unique des échantillons analysés
- Un renvoi au rapport d'échantillonnage et/ou le code d'identification unique attribué aux échantillons prélevés
- La date de l'échantillonnage.
- La date à laquelle les échantillons ont été transférés au labo et l'état dans lequel ils se trouvaient (refroidis, scellés, etc.)
- Les résultats des analyses demandées, y compris les méthodes d'analyses utilisées.
- La date du début des analyses et une remarque spécifique à un paramètre lorsque les conditions de conservation et/ou les délais n'ont pas pu être respectés.
- Le statut d'accréditation de chaque paramètre
- Une approbation des résultats d'analyse, y compris l'identification du responsable compétent en la matière.
- Les remarques relatives à toutes éventualités ayant eu ou pouvant avoir eu une influence sur la qualité des mesures. Par exemple, le non-respect du délai de conservation, des effets de matrice spécifiques qui ont eu une influence sur l'incertitude de mesure ou la limite de rapportage, etc.
- Si un ou plusieurs paramètres ont été sous-traités, le rapport d'épreuve original du laboratoire exécutant doit être joint au rapport d'épreuve pour chaque paramètre sous-traité.
- Les limites de rapportage doivent répondre aux tableaux 5.1 (limites de rapportage pour les eaux usées) et 5.2 (limites de rapportage pour l'eau des piscines)

4. COMBINAISON DE RAPPORTS

Les résultats d'échantillonnage et d'analyse doivent déboucher sur un seul rapport clair, indépendant de ses exécutants. Lorsque des échantillons sont prélevés à la demande de l'exploitant, et indépendamment de qui exerce quelle activité, les situations suivantes peuvent se produire.

- Si l'échantillonnage est effectué par le mandataire, le rapport d'analyse, avec les résultats d'analyse, doit être annexé intégralement au rapport d'échantillonnage.
- Si un même exécutant s'est chargé à la fois de l'échantillonnage et de l'analyse, les deux rapports doivent être combinés en un tout et un des deux rapports doit être annexé intégralement à l'autre.
- Si l'échantillonnage n'est pas effectué par le mandataire, et si l'échantillonnage et l'analyse ont été réalisés par deux entités différentes, l'un des deux rapports doit être annexé intégralement à l'autre.

5. LIMITE DE RAPPORTAGE (LR) DES ANALYSES

La limite de rapportage, aussi appelée limite de quantification, est définie comme la plus faible concentration pouvant être quantifiée avec une précision et une exactitude connues (et raisonnables) selon la méthode d'analyse utilisée. La limite de rapportage est donc un critère quantitatif, contrairement à la limite de détection, qui est la concentration la plus faible pouvant encore être distinguée de la concentration zéro avec une méthode d'analyse donnée.

Les deux grandeurs sont généralement déterminées sur base soit de l'écart standard par rapport au signal en cas de concentration zéro, soit de l'étalement issu de l'analyse répétée de faibles concentrations:

- la limite de détection (LD), calculée comme le triple de cet écart standard, est la concentration qui peut être distinguée de la concentration zéro avec une certitude de 95%;
- la limite de quantification (LQ) est calculée comme le double de la limite de détection (6x l'écart standard pour des concentrations zéro ou faibles).
- la limite de rapportage (LR) est une valeur déduite (parfois généralisée) de la limite de quantification (LQ) déterminée en pratique. Cette limite de rapportage permet de reproduire plus clairement le rapportage des résultats d'analyse (p. ex. une LQ déterminée en pratique de 8 µg/l sera souvent majorée à 10 µg/l pour la limite de rapportage (LR)). Cependant, tout cela dépend fortement de la sensibilité de la méthode imposée par rapport aux valeurs normatives de la législation. Dans certains cas, si la technique est beaucoup plus sensible que la valeur normative, la limite de rapportage est fixée à dix pour cent de la valeur normative même si des mesures plus faibles sont possibles techniquement. Pour certains paramètres, c'est l'inverse et la technique actuelle ne permet pas de respecter les définitions pré-établies de la limite de quantification et de rapportage dans des conditions routinières. Dans pareils cas, la limite de rapportage a été assimilée à la limite de détection.

5.1. LIMITES DE RAPPORTAGE POUR LES EAUX USÉES

Paramètre	LR	Méthode de référence
METAUX, TOTAL ET DISSOUS		
Arsenic (As)	15 µg/l	Dissous: filtration 0,45 µm sur place Décomposition: NBN EN ISO 15587-1 NBN EN ISO 15587-2 Analyse: – ICP-OES: NBN EN ISO 11885:2009 – ICP-MS: 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 NBN EN ISO 11969
Aluminium (Al)	100 µg/l	
Baryum (Ba)	10 µg/l	
Bore (B)	150 µg/l	
Cadmium (Cd)	2 µg/l	
Chrome (Cr)	10 µg/l	
Fer (Fe)	50 µg/l	
Cobalt (Co)	10 µg/l	
Cuivre (Cu)	25 µg/l	
Plomb (Pb)	25 µg/l	
Nickel (Ni)	10 µg/l	
Etain (Sn)	40 µg/l	
Argent (Ag)	10 µg/l	
Zinc (Zn)	25 µg/l	
Mercure (Hg)	0.25 µg/l	
Chrome VI (CrVI)	0.01 mg/l	ISO 11083 NBN EN ISO 10304-3
SUBSTANCES ANORGANIQUES		
Substances décantables	0,1 ml/l	NBN T91-101
Demande biochimique en oxygène (DBO5)	3 mg O ₂ /l	ISO 5815-1 ISO 5815-2
Demande chimique en oxygène (DCO)	7 mg O ₂ /l	ISO 6060 ISO 15705
Cyanure, non oxydable au chlore		détermination de la différence
Cyanure, total	0,01 mg/l	NBN EN ISO 14403-2
Cyanure, libre	0,01 mg/l	NBN EN ISO 14403-2
Fluorure, dissous	0,2 mg/l	NBN EN ISO 10304-1 NBN EN ISO 10359-1
Fluorure, total	150 µg/l	WAC/III/C/020 WAC/III/C/022
Phosphate, comme orthophosphate total	150 µg/l	NBN EN ISO 10304-1 NBN EN ISO 15681-1 NBN EN ISO 15681-2 NBN EN ISO 6878 ISO/DIS 15923-1
Phosphate, comme phosphore total (P)	150 µg/l	NBN EN ISO 15681-1 NBN EN ISO 15681-2 NBN EN ISO 11885 NBN EN ISO 17294-1 NBN EN ISO 17294-2
Conductibilité (T _{ref} 25°C)		NBN EN 27888
Azote, total (N)	2 mg/l	NBN EN ISO 11905-1 ISO 29441 NBN EN 12260 ISO/TR 11905-2
Sulfate, dissous	25 mg/l	NBN EN ISO 10304-1 ISO 222743 ISO/FDIS 15923-1
Sulfure, dissous	0,2 mg/l	ASTM D4658-92 ISO 13358

Paramètre	LR	Méthode de référence
		ISO 10530
Température		
Oxygène, dissous	0,5 mg O ₂ /l	NBN EN 25814 EPA 360.3 ISO/DIS 17289
Taux d'acidité (pH)		NBN EN ISO 10523
Particules en suspension	2 mg/l	NBN EN 872 ISO 11923
SUBSTANCES ORGANIQUES		
AOX (composés organiques halogénés)	20 µg/l	NBN EN ISO 9562
EOX (composés organiques halogénés)	5 µg Cl/l	WAC/IV/B/010
VOX (composés organiques halogénés)	10 µg/l	WAC/IV/B/012
Substances extractibles à l'éther de pétrole	20 mg/l	WAC/IV/B/005
Substances extractibles au CCl ₄	0,4 mg/l	WAC/IV/B/026
Huile minérale (GC-FID)	100 µg/l	ISO/DIS 9377-2
Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), 16 EPA		
naphtalène	100 ng/l	NBN EN ISO 17993 ISO 28540
acénaphthylène	100 ng/l	
acénaphène	50 ng/l	
fluorène	100 ng/l	
phénanthrène	50 ng/l	
anthracène	50 ng/l	
fluoranthène	50 ng/l	
pyrène	50 ng/l	
benzo(a)anthracène	100 ng/l	
chrysène	100 ng/l	
benzo(b)fluoranthène	50 ng/l	
benzo(k)fluoranthène	50 ng/l	
benzo(a)pyrène	50 ng/l	
indéno(1,2,3-cd)pyrène	50 ng/l	
dibenzo(a,h)anthracène	100 ng/l	
benzo(g,h,i)pérylène	50 ng/l	
Composés organiques volatils (COV)		
benzène	1 µg/l	NBN EN ISO 15680 ISO 11423
toluène	1 µg/l	
xylènes (somme de o-,p- et m-xylène)	1 µg/l par composant	
éthylbenzène	1 µg/l	
styrène	1 µg/l	
MTBE	4 µg/l	
1,2-dichloroéthane	10 µg/l	
dichlorométhane	10 µg/l	
tétrachloroéthylène,	10 µg/l	
tétrachlorométhane	10 µg/l	
trichlorobenzènes: 1,2,4 trichlorobenzène 1,2,3 trichlorobenzène 1,3,5 trichlorobenzène	100 ng/l par composant	
trichloroéthylène,		
trichlorométhane	1 µg/l	
chlorure de vinyle	10 µg/l	
Composés organiques halogénés moyennement volatiles (MVOCl)		
heptachlore	500 ng/l	NBN EN ISO 6468
hexachlorobenzène	100 ng/l	
hexachlorobutadiène	100 ng/l	
hexachlorocyclo-hexane (alfa, beta, gamma, delta)	100 ng/l	

Paramètre	LR	Méthode de référence
trichlorobenzènes: 1,2,4 trichlorobenzène 1,2,3 trichlorobenzène 1,3,5 trichlorobenzène	100 ng/l par composant	
Phénols, comme C total		
phénol	500 ng/l	ISO 8165
2-méthylphénol	100 ng/l	
3-méthylphénol	100 ng/l	
4-méthylphénol	100 ng/l	
2,4-diméthylphénol	100 ng/l	
4-éthylphénol	100 ng/l	
2,6-bis(1,1-diméthyl-éthyl)-4-méthylphénol	100 ng/l	
2-phénylphénol	100 ng/l	
2-benzylphénol	100 ng/l	
2-benzyl-4-méthylphénol	100 ng/l	
2-chlorophénol	100 ng/l	
3-chlorophénol	100 ng/l	
4-chlorophénol	100 ng/l	
4-chloro-2-méthylphénol	100 ng/l	
4-chloro-3-méthylphénol	100 ng/l	
6-chloro-3-méthylphénol	100 ng/l	
2,4-dichloro-3,5-diméthylphénol	100 ng/l	
2-chloro-4-t-butylphénol	100 ng/l	
2-cyclopentyl-4-chlorophénol	100 ng/l	
4-chloro-2-benzylphénol	100 ng/l	
6-chloro-5-méthyl-2-(1-méthyléthyl)phénol	100 ng/l	
2,3-dichlorophénol	100 ng/l	
2,4-dichlorophénol	100 ng/l	
2,5-dichlorophénol	100 ng/l	
2,6-dichlorophénol	100 ng/l	
2,4,6-trichlorophénol	100 ng/l	
2,3,5-trichlorophénol	100 ng/l	
2,4,5-trichlorophénol	100 ng/l	
2,3,6-trichlorophénol	100 ng/l	
2,3,4,5-tétrachlorophénol	100 ng/l	
2,3,4,6-tétrachlorophénol	100 ng/l	
2,3,5,6-tétrachlorophénol	100 ng/l	
Pentachlorophénol	100 ng/l	

5.2. LIMITES DE RAPPORTAGE POUR L'EAU DES PISCINES

Paramètre	LR	Méthode de référence
SUBSTANCES ANORGANIQUES		
Chlore, libre	0,1 mg/l	NBN EN ISO 7393-2
Chlore, total	0,1 mg/l	NBN EN ISO 7393-2
Chlore combiné		détermination différence total-libre
Chlorure	25 mg/l	NBN EN ISO 10304-1 NBN EN ISO 10304-4 NBN EN EN ISO 15682 ISO/DIS 15923-1
Chloroforme	1 µg/l	NBN EN ISO 15680 ISO 11423-1
Urée	0,1 mg/l	Transformation enzymatique d'urée en ammonium: NEN 6494 Analyse ammonium: ISO 7150-1 ISO 11732 ISO 5664 ISO 14911 ISO/DIS 15923-1
Oxydabilité	0,5 mg/l	NBN EN ISO 8467