

GUIDE

Service
des Risques
Technologiques

Sous-Direction des
Risques Chroniques
et du Pilotage

Bureau de la
Nomenclature des
Emissions Industrielle
la Pollution des Eaux

Avril 2017

Guide de mise en œuvre relatif aux opérations d'échantillonnage et d'analyse de substances dans les rejets aqueux des ICPE



Historique des versions du document

Version	Date	Commentaire
1	12/04/17	

Affaire suivie par

DGPR-SRT-SDRCP-BNEIPE

SOMMAIRE

1 - MODALITÉS DE MISE EN ŒUVRE D'UN PROGRAMME DE SURVEILLANCE DES ÉMISSIONS DANS L'EAU.....	4
1.1 - Mise en œuvre d'un programme de surveillance des émissions par l'exploitant.....	4
1.1.1 - Cas d'un programme de surveillance réalisé en intégralité par l'exploitant.....	5
1.1.2 - Cas d'un programme de surveillance dont la mise en œuvre est sous-traitée en partie ou dans sa totalité.....	5
1.1.3 - Cas particulier d'un site soumis au suivi régulier des rejets.....	6
1.2 - Contrôle externe de recalage – Contrôle inopiné.....	6
2 - PRESCRIPTIONS TECHNIQUES APPLICABLES POUR LE PRÉLÈVEMENT ET L'ANALYSE DES SUBSTANCES DANGEREUSES ET MACROPOLLUANTS DANS LES REJETS AQUEUX DES INSTALLATIONS INDUSTRIELLES.....	7
2.1 - Modalités de réalisation des opérations de prélèvements.....	7
2.1.1 - Conditions générales du prélèvement.....	7
2.1.2 - Mesure de débit en continu.....	8
2.1.3 - Prélèvement continu sur 24 heures à température contrôlée.....	9
2.1.4 - Préparation et conservation des échantillons.....	9
2.1.5 - Prise en charge des échantillons.....	10
2.2 - Modalités de réalisation des analyses.....	11
2.2.1 - Effluents chargés.....	11
2.2.2 - Méthodes de référence et performances analytiques.....	12
2.2.2.a - Paramètres indiciaires ou globaux	12
2.2.2.b - Métaux.....	12
2.2.2.c - Autres substances de l'état chimique et de l'état écologique.....	13
2.2.3 - Validation des résultats.....	13
2.2.3.a - Blancs systèmes de prélèvement.....	13
2.2.3.b - Blancs de méthode.....	14
2.2.4 - Restitution des données dans le cas de l'analyse de fractions séparées.....	15

1 - Modalités de mise en œuvre d'un programme de surveillance des émissions dans l'eau

1.1 - Mise en œuvre d'un programme de surveillance des émissions par l'exploitant

Dans le cas de la mise en place d'un programme de surveillance au titre de l'article 58 de l'arrêté du 2 février 1998, les opérations de prélèvement peuvent être réalisées par :

- ◆ l'exploitant lui-même ;
- ◆ un prestataire d'analyse accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour l'échantillonnage automatique avec asservissement au débit sur la matrice « eaux résiduaires » en vue d'analyse physico-chimique selon la norme FDT-90-523-2 ;
- ◆ un organisme de prélèvement, accrédité selon le même référentiel, sélectionné par le prestataire d'analyse et/ou l'exploitant.

La sous-traitance pour les opérations de prélèvement est autorisée.

Dans ce cas, l'exploitant ou le prestataire veillera au respect des prescriptions relatives aux opérations de prélèvement telles que décrites dans la 2ème partie du présent guide, en concertation étroite avec le laboratoire réalisant les analyses.

Les opérations d'analyses peuvent être réalisées par :

- ◆ l'exploitant lui-même ;
- ◆ un prestataire d'analyse accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la matrice « Eaux résiduaires », pour chaque substance à analyser.

La sous-traitance analytique est autorisée.

Dans ce cas, le laboratoire désigné pour les analyses devra satisfaire aux mêmes règles de compétences que le prestataire c'est-à-dire être accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la matrice « Eaux résiduaires », pour chaque substance à analyser.

En cas de modification significative du dispositif d'autosurveillance, l'exploitant adresse à l'inspection un descriptif des modifications apportées.

Les opérations de mesure (prélèvement et analyse) doivent respecter les normes et règles de l'art définies en 2ème partie du présent guide.

1.1.1 - Cas d'un programme de surveillance réalisé en intégralité par l'exploitant

Lorsque les opérations de prélèvement sont réalisées par l'exploitant lui-même, ce dernier tient à disposition de l'inspection les éléments suivants permettant d'attester de la fiabilité et de la reproductibilité de ses pratiques de prélèvement et de mesure de débit :

- ◆ un plan de localisation des divers points de rejets de l'établissement, identifiant les rejets d'eaux pluviales et d'effluents, ainsi que l'emplacement des points de rejets équipés pour réaliser le suivi des substances dangereuses et des macropolluants ;
- ◆ un schéma de présentation du dispositif de dépollution, ou des installations de prétraitement avant rejet. Ce schéma indique la localisation des appareils de mesures et de prélèvement ;
- ◆ un descriptif du mode d'échantillonnage des effluents mentionnant en particulier :
- ◆ le type de dispositif d'asservissement au débit,
- ◆ les principales caractéristiques techniques du matériel de prélèvement comprenant la nature des matériaux constituant l'échantillonneur (ceux-ci devant permettre l'analyse simultanée des paramètres organiques et minéraux, le cas échéant),
- ◆ le mode de conditionnement des échantillons (dont la méthodologie mise en œuvre pour l'étape d'homogénéisation du volume collecté et le respect du critère de concentration),
- ◆ les modalités d'acheminement des échantillons jusqu'au laboratoire ;

En outre, l'exploitant devra être en mesure de présenter à l'inspection :

- ◆ l'identification du matériel d'analyse et des méthodes utilisées pour chaque substance pour les analyses réalisées dans l'établissement et, le cas échéant, les coordonnées du laboratoire auquel les analyses sont confiées.
- ◆ les modalités de validation périodique du dispositif d'autosurveillance (audits internes, audits externes, vérifications, recalage...) et, le cas échéant, les coordonnées de l'organisme habilité choisi pour procéder au diagnostic de fonctionnement ainsi que la fréquence des opérations de contrôle.
- ◆ Les résultats des contrôles métrologiques et tous les éléments attestant de la conformité des dispositifs de mesures devront être tenus à la disposition de l'inspection.

1.1.2 - Cas d'un programme de surveillance dont la mise en œuvre est sous-traitée en partie ou dans sa totalité

Dans le cas où l'exploitant fait appel à un organisme de prélèvement accrédité et/ou à un prestataire d'analyse pour la réalisation de son programme de surveillance, l'exploitant, avant le début de la sélection des organismes, doit s'assurer de :

- ◆ L'accréditation de l'organisme de prélèvement notamment par la demande des informations suivantes : numéro d'accréditation et extrait de l'annexe technique sur les opérations d'échantillonnage en eaux résiduaires ;
- ◆ L'accréditation du laboratoire prestataire des analyses notamment par la demande des

informations suivantes : numéro d'accréditation, extrait de l'annexe technique sur l'analyse des eaux résiduaires et limites de quantification.

1.1.3 - Cas particulier d'un site soumis au suivi régulier des rejets

Si un site est soumis au suivi régulier des rejets au titre de l'article R213-48-6 du code de l'environnement pour la détermination de sa redevance pour pollution de l'eau d'origine non domestique, l'exploitant fournira à l'inspection en amont du début du programme de surveillance la décision relative à l'agrément du dispositif de suivi régulier des rejets qui lui aura été délivrée par l'agence de l'eau ainsi que le dernier rapport de diagnostic de fonctionnement du dispositif. Dans le cas où les éléments fournis sont validés par l'agence de l'eau il est considéré que le dispositif de suivi des rejets mis en œuvre par l'industriel est conforme également au programme de surveillance des substances dangereuses.

L'attestation du renouvellement de l'agrément du dispositif (tous les 2 ans) sera tenue à disposition de l'inspection.

L'exploitant devra être en mesure de présenter également à l'inspection les informations suivantes :

- ◆ les principales caractéristiques techniques du matériel de prélèvement comprenant la nature des matériaux constituant l'échantillonneur (ceux-ci devant permettre l'analyse simultanée des paramètres organiques et minéraux, le cas échéant) ;
- ◆ le mode de conditionnement des échantillons (dont la méthodologie mise en œuvre pour l'étape d'homogénéisation du volume collecté et le respect du critère de concentration).

1.2 - Contrôle externe de recalage – Contrôle inopiné

Dans le cas d'un contrôle externe de recalage ou d'un contrôle inopiné, les opérations de mesure (prélèvement et analyse) sont réalisées par :

- ◆ Un organisme de prélèvement accrédité selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour l'échantillonnage automatique avec asservissement au débit sur la matrice « eaux résiduaires » en vue d'analyse physico-chimique selon la norme FDT-90-523-2 ;
- ◆ Un laboratoire d'analyse agréé selon la réglementation en vigueur pour la matrice « Eaux Résiduaires » et pour chaque substance à analyser, dès lors que cet agrément existe.

Si l'agrément n'existe pas pour une substance donnée, le laboratoire d'analyses choisi doit impérativement être titulaire de l'accréditation selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour la matrice « Eaux résiduaires » pour la substance à analyser.

Avant le début de la sélection des organismes, l'exploitant (pour le contrôle externe de recalage) ou l'inspection des installations classées (pour le contrôle inopiné) doit s'assurer

de :

- ◆ L'accréditation de l'organisme de prélèvement notamment par la demande des informations suivantes : numéro d'accréditation et extrait de l'annexe technique sur les opérations d'échantillonnage en eaux résiduaires ;
- ◆ L'agrément du laboratoire notamment par la demande des informations suivantes : extrait de la liste des paramètres agréés pour la matrice eau résiduaire ou si l'agrément n'existe pas pour une substance donnée, l'accréditation du laboratoire (numéro d'accréditation, extrait de l'annexe technique sur l'analyse des eaux résiduaires) et la limite de quantification pour la substance concernée.

2 - Prescriptions techniques applicables pour le prélèvement et l'analyse des substances dangereuses et macropolluants dans les rejets aqueux des installations industrielles

Cette partie définit les méthodes à respecter pour la détermination des quantités de macropolluants et de substances dangereuses pour la mise en œuvre d'un programme de surveillance des émissions.

2.1 - Modalités de réalisation des opérations de prélèvements

Les opérations de prélèvement sont réalisées selon les normes et règles de l'art en vigueur, ce qui implique le respect de :

- la norme NF EN ISO 5667-3 « Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 3 : Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau » ;
- du guide FD T90-524 « Contrôle Qualité - Contrôle qualité pour l'échantillonnage et la conservation des eaux » ;
- du fascicule de documentation FD T 90-523-2, "qualité de l'eau-guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement-partie 2 : prélèvement d'eau résiduaire" .

2.1.1 - Conditions générales du prélèvement

Le volume prélevé devra être représentatif des conditions de fonctionnement habituelles de l'établissement et être conforme avec les quantités nécessaires pour réaliser les analyses. Cela revient à réaliser simultanément :

- ◆ une mesure en continu du rejet
- ◆ un prélèvement à l'aide d'un échantillonneur automatique réfrigéré asservi à la mesure du débit permettant la constitution d'échantillons moyens représentatifs des rejets pendant la période de mesure.

Un dialogue étroit entre l'opérateur de prélèvement et le laboratoire doit être mis en place préalablement à la mise en œuvre du programme de surveillance des émissions, afin que l'opérateur ait à disposition les consignes spécifiques sur le remplissage (ras-bord par exemple), le rinçage des flacons, le conditionnement (ajout de conservateurs avec leurs quantités), l'utilisation des réactifs et l'identification des flacons et des enceintes.

La sélection du flaconnage (nature et volume) et des réactifs de conditionnement (le cas échéant) doit s'appuyer sur les normes spécifiques au paramètre étudié ou à la norme NF EN ISO 5667-3. A défaut d'information dans les normes pour certaines substances organiques, les flacons en verre brun équipés de bouchons inertes (capsule téflon®) sont à mettre en œuvre. Le laboratoire conserve la possibilité d'utiliser un matériel de flaconnage différent s'il dispose de données d'essais permettant de justifier ce choix.

Les divers éléments doivent être réceptionnés suffisamment à l'avance afin que l'opérateur de prélèvement puisse respecter les durées de mise au froid des blocs eutectiques.

Dans le cas d'envoi par transporteur, le plus grand soin doit être accordé à l'emballage et à la protection des échantillons en flaconnage verre afin d'éviter toute casse.

L'échantillonnage doit être adressé afin d'être réceptionné par le laboratoire d'analyse au plus tard 24 heures après la fin de l'opération d'échantillonnage.

La traçabilité documentaire des opérations de terrain (prélèvement) doit être assurée à toutes les étapes de la préparation de la campagne jusqu'à la restitution des données. Les opérations de terrain proprement dites doivent être tracées.

2.1.2 - Mesure de débit en continu

Les dispositifs de mesure de débit en continu s'appuient sur les normes en vigueur et prescriptions techniques définies par les constructeurs. Ils sont équipés d'enregistreurs et de totalisateurs. Les installations de mesure doivent être accessibles et assurer la sécurité du personnel.

Ils doivent faire l'objet d'un contrôle de conformité de l'organe de mesure ou de l'installation vis-à-vis des prescriptions normatives et des constructeurs. Ils doivent également faire l'objet d'un suivi métrologique rigoureux et documenté. Ce suivi métrologique peut être réalisé par une mesure comparative exercée sur site (débitmètre, jaugeage...) ou par une vérification effectuée sur un banc de mesure au sein d'un laboratoire accrédité.

Les enregistreurs et les totalisateurs doivent également être conformes aux normes en vigueur. Les installations de comptage doivent être accessibles et assurer la sécurité du personnel.

2.1.3 - Prélèvement continu sur 24 heures à température contrôlée

Les échantillonneurs à mettre en œuvre devront être des échantillonneurs réfrigérés monoflacons fixes ou portatifs, ayant la capacité à constituer un échantillon pondéré en fonction du débit et du temps sur toute la période considérée. La température du groupe froid du système devra être réglée à $5\pm 3^{\circ}\text{C}$ durant toute l'étape de prélèvement. L'un des critères de sélection d'un échantillonneur est le respect des exigences de performance définies dans la norme NF EN 16479.

Dans le cas où il s'avèrerait impossible d'effectuer un échantillonnage proportionnel au débit du rejet (par exemple : rejets par bâchées, rejets ponctuels, rejets d'eaux pluviales), l'opérateur de prélèvement pratiquera un échantillonnage asservi au temps. Dans ce cas, le débit et son évolution seront estimés à partir de renseignements tels que les compteurs d'eau et le bilan hydrique.

Dans tous les cas, l'opérateur de prélèvement doit lors de la restitution préciser la méthodologie d'échantillonnage mise en œuvre.

Pour des raisons de qualité de la mesure, les échantillonneurs mis en place pour la surveillance des macropolluants (DBO5, DCO, MES, etc.) devront être adaptés pour le suivi des substances dangereuses conformément au fascicule FD T 90-523-2.

Avant toute opération de prélèvement, l'échantillonneur de prélèvement et le système d'homogénéisation devront être nettoyés conformément au fascicule FD T 90-523-2.

Un contrôle métrologique de l'échantillonneur de prélèvement doit être réalisé conformément au FD T 90-523-2.

L'opération d'échantillonnage doit être validée en s'assurant que le volume final collecté correspond au volume théorique de la programmation (nombre d'impulsions x volume unitaire).

2.1.4 - Préparation et conservation des échantillons

La représentativité de l'échantillon est difficile à obtenir dans le cas du fractionnement de l'échantillon collecté en raison du processus d'échantillonnage (décantation des particules, colloïdes durant l'étape d'échantillonnage). Une étape d'homogénéisation du volume collecté doit être réalisée avant et pendant la distribution dans les différents flacons destinés à l'analyse.

La sélection et la validation des performances du système d'homogénéisation doivent répondre aux exigences définies dans le FD T 90-523-2.

La distribution des flacons doit se faire, loin de toute source de contamination, *flacon par flacon*, ce qui correspond à un remplissage total du flacon en une seule fois. Les flacons destinés à l'analyse des composés volatils doivent être remplis en premier.

En absence de consignes par le laboratoire concernant le remplissage du flacon, le préleveur doit le remplir à ras-bord.

Les échantillons doivent être conservés selon les prescriptions de la norme NF EN ISO 5667-3 « Qualité de l'eau – Echantillonnage - Partie 3 : Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau ».

Les échantillons doivent être réceptionnés par le laboratoire d'analyse au plus tard 24 heures après la fin de l'opération de prélèvement.

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

2.1.5 - Prise en charge des échantillons

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

Le laboratoire en charge des analyses doit démarrer, au plus tard le lendemain de l'échantillonnage, les étapes analytiques critiques destinées à éviter l'évolution de l'échantillon pour le paramètre considéré, à savoir : filtration/centrifugation et/ou stabilisation (ajout agent de conservation,...) et/ou extraction.

Un délai de mise en analyse plus long peut être accepté sous réserve que la stabilité du paramètre soit justifiée (texte de référence, essais du laboratoire). Le laboratoire en charge des analyses doit être en mesure de communiquer ces informations à l'inspection.

Dans le cas de dépassement du délai de 24 heures et en l'absence d'éléments justificatifs, la recevabilité de l'échantillon doit être reconsidérée.

En aucun cas le laboratoire en charge des analyses ne peut déroger pour la Demande Biochimique en Oxygène [code Sandre 1313].

2.2 - Modalités de réalisation des analyses

2.2.1 - Effluents chargés

Toutes les analyses doivent rendre compte de la totalité de l'échantillon (effluent brut, matières en suspensions (MES) comprises).

Les fractions pouvant être analysées sont précisées ci-dessous :

Tableau : Fractions analysées sur le support eau

Code fraction analysée	Terminologie	Commentaires
3	Phase aqueuse de l'eau	Filtrée, centrifugée
156	Phase particulaire de l'eau	Phase composée de l'ensemble des MES dans l'eau, récupérée généralement après centrifugation ou filtration
23	Eau Brute	Fraction du support « eau » indiquant que la méthode de détermination analytique a été menée sans discrimination des phases aqueuses et particulaire tout au long du processus. Ceci inclut notamment des étapes d'extraction ou de minéralisation prenant en compte la phase particulaire.

Pour les eaux ayant une concentration en matières en suspension inférieure à 250 mg/L, l'analyse pourra être mise en œuvre sur l'eau brute.

Pour les eaux ayant une concentration en matières en suspension supérieure ou égale à 250 mg/L, une analyse séparée de la phase aqueuse et de la phase particulaire devra être mise en œuvre sauf pour les substances dont les pratiques analytiques sont détaillées ci-après.

Lorsqu'une séparation des phases doit être mise en œuvre, afin de préserver l'homogénéité des données produites, il est recommandé de réaliser systématiquement la filtration des MES sur un filtre en fibre de verre de diamètre de pore équivalent à 0,7 µm. Dans le cas des échantillons présentant une très forte charge en MES, cette ultime étape de filtration pourra être précédée d'une première étape de filtration ou de centrifugation.

2.2.2 - Méthodes de référence et performances analytiques

Les performances analytiques à respecter pour les paramètres indiciaires et les substances dangereuses dans les eaux résiduaires sont indiquées dans l'arrêté relatif aux modalités d'agrément des laboratoires réalisant des analyses dans l'eau.

2.2.2.a - Paramètres indiciaires ou globaux

Pour les paramètres indiciaires, les méthodes d'analyse sont d'application obligatoire. Les méthodes à mettre en œuvre sont celles définies dans l'arrêté relatif aux modalités et aux normes de référence pour l'analyse de l'air et des eaux dans les ICPE

Pour assurer la continuité des données bancarisées et une interprétation non biaisée des données, la méthode de détermination de la DCO ne doit pas varier, que les mesures soient réalisées dans le cadre de l'auto-surveillance ou d'une autre investigation réglementaire.

L'utilisation de la norme NF ISO 15705 (ST-DCO) est donc possible si cette pratique correspond à celle régulièrement mise en œuvre dans le cadre de l'autosurveillance, avec les limitations suivantes :

- Respect des plages d'emploi des kits :
 - Eaux de rejet correctement épurées : 10-150 mg O₂/l,
 - Eaux de rejet faiblement polluées : 15-300 mg O₂/l,
 - Eaux chargées et/ou Industrielles : 300-3 500 mg O₂/l,

En particulier, la dilution du rejet avec une eau de distribution, ou de laboratoire, lorsque le résultat constaté se trouve en dehors de la plage du kit, est formellement proscrite. Le laboratoire emploiera le kit correspondant à la plage supérieure.

- Emploi de la norme NF T90-101 pour effluents très chargés en MES, comme par exemple les rejets issus de l'industrie agroalimentaire, et/ou présentant une coloration interférente à la photométrie.

2.2.2.b - Métaux

Pour les métaux (hors mercure), l'analyse demandée est une détermination de la concentration en métal total contenu dans l'eau brute (aucune séparation), obtenue après digestion de l'échantillon selon la norme suivante : 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 ».

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

2.2.2.c - Autres substances de l'état chimique et de l'état écologique

Les méthodes d'analyses appliquées pour déterminer les substances de l'état chimique et écologique doivent garantir :

- des limites de quantification, telles que définies dans l'avis en vigueur paru au Journal officiel de la République française, en application de l'arrêté portant les modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau ;
- des incertitudes élargies de mesure inférieures ou égales à 50 % au niveau de trois fois les limites de quantification définies dans l'avis nommé ci-dessus.

En plus des dispositions précédentes, l'analyse des substances suivantes devra respecter les modalités énoncées ci-après.

2.2.3.1 Substances volatiles

Pour les substances volatiles, l'analyse devra être réalisée sur l'eau brute sans aucune séparation de phases quelle que soit la concentration en matières en suspensions.

2.2.3.2 Chloroalcanes

Les méthodes à mettre en œuvre pour les chloroalcanes sont :

- la norme NF EN ISO 12010 lorsque le rejet analysé présente une concentration en matières en suspension inférieure à 250 mg/L ;
- la norme NF EN ISO 12010 pour la phase aqueuse et le projet de norme Pr NF EN ISO 18635 pour la phase particulaire lorsque le rejet analysé présente une concentration en matières en suspension supérieure à 250 mg/L ;
- la norme NF EN ISO 12010 lorsque le rejet analysé présente une concentration en matières en suspension inférieure à 250 mg/L ;

2.2.3.3 Alkylphénols

Une grande vigilance doit être portée sur l'analyse des alkylphénols particulièrement les 4-nonylphénols. Le Mémo AQUAREF Alkylphénols (<http://www.aquaref.fr/surveillance-alkylphenols-ethoxylats>) reprend l'ensemble des difficultés et les solutions apportées pour l'analyse de ces substances.

2.2.3 - Validation des résultats

2.2.3.a - Blancs systèmes de prélèvement

Des blancs de système de prélèvement sont indispensables pour vérifier l'absence de contamination de celui-ci vis-à-vis de l'eau de rejet échantillonnée en vue de la recherche des substances dangereuses.

Ce contrôle qualité est à mettre en œuvre obligatoirement lors de l'acquisition de l'échantillonneur automatique ou de l'adaptation de l'échantillonneur pour une configuration « substances dangereuses » et avant la mise en service de ce système pour le programme de surveillance des émissions. Toute modification effectuée sur l'échantillonneur nécessite également la mise en œuvre de ce contrôle qualité.

Le blanc du système de prélèvement devra être fait obligatoirement sur une durée de 3 heures minimum selon la méthodologie décrite dans le guide FD T 90-524 (annexe A). Les substances à rechercher dans le blanc du système de prélèvement seront celles du programme de surveillance de l'établissement.

Les critères d'acceptation et de prise en compte du blanc doivent respecter les dispositions définies dans le § 6.2 du guide FD T90-524.

Les résultats des analyses correspondant au blanc de l'échantillonneur sont tenus à la disposition de l'inspection.

2.2.3.b - Blancs de méthode

Des blancs de méthode sont indispensables pour l'ensemble des paramètres indiciaires et substances et doivent être réalisés à une fréquence adaptée. Il s'agit de la réalisation de blancs des méthodes analytiques utilisées qui doivent comprendre l'ensemble du processus analytique (traitement d'échantillon et analyse).

Eu égard à leur caractère ubiquiste, pour les familles ou substances suivantes un blanc de méthode doit être réalisé pour chaque série analytique:

- Alkylphénols
- Organoétains
- HAP
- PBDE
- DEHP
- Chloroalcanes à chaînes courtes
- Sulfonate de perfluorooctane (PFOS)
- Métaux : cuivre, zinc, cadmium, plomb et mercure

Les résultats des analyses correspondant au blanc méthode sont tenus à la disposition de l'inspection afin de pouvoir garantir la fiabilité des résultats de mesure.

2.2.4 - Restitution des données dans le cas de l'analyse de fractions séparées

Si, à des fins d'analyses, il est nécessaire de procéder au fractionnement de l'échantillon (analyse sur la phase aqueuse et analyse sur la phase particulaire), le résultat devra être exprimé en considérant l'ensemble des fractions.

La restitution devra être effectuée en indiquant le résultat agrégé des 2 phases (en µg/L) selon la méthode de calcul détaillée ci-après.

Pour un prélèvement donné et une substance donnée (hors composés volatils, métaux, paramètres indiciaires), les résultats doivent être rendus par calcul de la concentration totale en µg/L :

$$[C_{\text{tot}}] (\mu\text{g/L}) = [C_d] (\mu\text{g/L}) + [C_p] (\text{équivalent}) (\mu\text{g/L})$$

Avec :

C_d la teneur mesurée dans la phase aqueuse en µg/L

C_p (équivalent) la teneur mesurée dans la phase particulaire exprimée en µg/L.

Avec C_p (équivalent) ($\mu\text{g/L} = 10^{-6} \times \text{MES} (\text{mg/L}) \times C_p (\mu\text{g/kg})$)

Ce qui permet d'obtenir l'expression globale :

$$[C_{\text{tot}}] (\mu\text{g/L}) = [C_{\text{phase aqueuse}}] (\mu\text{g/L}) + 10^{-6} \times [C_{\text{phase particulaire}}] (\mu\text{g/kg}) \times [\text{MES}] (\text{mg/L})$$

Méthode de calcul des incertitudes en cas d'agrégation des résultats des 2 phases, les LQ n'étant pas les mêmes

Il est rappelé que la LQ eau résiduaire à respecter (ci-après LQeau brute agrégée) englobe la LQ fraction phase aqueuse (ci-après LQphase aqueuse) et la LQ fraction phase particulaire (ci-après LQphase particulaire) avec

LQeau brute agrégée = LQphase aqueuse + LQphase particulaire (équivalent)

La détermination de la LQ sur la phase particulaire de l'eau doit répondre aux mêmes exigences que sur les fractions liquides. La LQphase particulaire devra être déterminée, sur une matrice représentative, lors de la validation initiale de la méthode en se basant sur la concentration du seuil de coupure de 250 mg/L (ex : 250 mg de MES si un litre de prise d'échantillon, 100 mg de MES si prise d'échantillon de 400ml). Il faudra veiller lors de la campagne de mesure à ce que la prise d'essai de l'échantillon d'eau d'entrée corresponde à celle utilisée lors du plan d'expérience de validation.

Les deux phases aqueuses et particulaires sont extraites et analysées séparément avec les méthodes adaptées. Dans ce cas, la concentration agrégée (ci-après Cagrégée) est recalculée selon le protocole décrit ci-après.

Nota : Il est indispensable de bien distinguer la différence entre une valeur issue d'un résultat calculé (agrégation des résultats des concentrations obtenues pour la phase aqueuse et la phase particulaire) et un résultat non quantifié (c'est à dire valeur inférieure à la LQ_{eau brute agrégée}). Les codes remarques doivent être utilisés pour marquer cette différence lors de la restitution des résultats (code remarque 10 pour un résultat non quantifié et code remarque 1 pour un résultat calculé).

Protocole de calcul de la concentration agrégée ($C_{agrégée}$) :

Soient C_d la teneur mesurée dans la phase aqueuse en $\mu\text{g/L}$ et C_p la teneur mesurée dans la phase particulaire en $\mu\text{g/kg}$.

$$C_p \text{ (équivalent) } (\mu\text{g/L}) = 10^{-6} \times \text{MES (mg/L)} \times C_p \text{ (}\mu\text{g/kg)}$$

La $LQ_{\text{phase particulaire}}$ est en $\mu\text{g/kg}$ et on a :

$$LQ_{\text{phase particulaire (équivalent)}} (\mu\text{g/L}) = 10^{-6} \times \text{MES (mg/L)} \times LQ_{\text{phase particulaire}} (\mu\text{g/kg})$$

Le tableau ci-dessous présente les différents cas pour le rendu des résultats :

Si			Alors	Résultat affiché	
C_d	C_p (équivalent)	Incertitude de l'analyse sur le résultat obtenu sur la phase particulaire	$C_{agrégée}$	Résultat	Code remarque
$< LQ_{\text{phase aqueuse}}$	$< LQ_{\text{phase particulaire (équivalent)}}$		$< LQ_{\text{eau brute agrégée}}$	$LQ_{\text{eau brute agrégée}.0$	10
$\geq LQ_{\text{phase aqueuse}}$	$< LQ_{\text{phase particulaire (équivalent)}}$		C_d	C_d	1
$< LQ_{\text{phase aqueuse}}$	$\geq LQ_{\text{phase particulaire (équivalent)}}$	$> LQ_{\text{phase aqueuse}}$	C_p (équivalent)	C_p (équivalent)	1
$< LQ_{\text{phase aqueuse}}$	$\geq LQ_{\text{phase particulaire (équivalent)}}$	$\leq LQ_{\text{phase aqueuse}}$	C_p (équivalent) + $LQ_{\text{phase aqueuse}}$	C_p (équivalent) + $LQ_{\text{phase aqueuse}}$	1
$\geq LQ_{\text{phase aqueuse}}$	$\geq LQ_{\text{phase particulaire (équivalent)}}$		$C_d + C_p$ (équivalent)	$C_d + C_p$ (équivalent)	1

Dans la situation où un résultat est quantifié sur la phase particulaire ($\geq LQ_{\text{phase particulaire (équivalent)}}$) et non quantifié sur la phase aqueuse ($< LQ_{\text{phase aqueuse}}$), l'incertitude de l'analyse sur le résultat obtenu sur la phase particulaire (MES) est prise en compte. Alors, deux cas de figures se présentent :

- ◆ si l'incertitude sur la phase particulaire est supérieure à la LQ de la phase aqueuse, alors le résultat affiché correspond à celui mesuré sur la phase particulaire (C_p (équivalent))
- ◆ si l'incertitude de la phase particulaire est inférieure à la LQ de la phase aqueuse, alors le résultat affiché correspond à la valeur mesurée sur la phase particulaire agrémenté de la LQ sur la phase aqueuse.



**Ministère de l'Environnement,
de l'Énergie et de la Mer**

Secrétariat général
Tour Pascal A
92055 La Défense cedex
Tél. 01 40 81 21 22

