

PRÉLEVEMENT DES ÉCHANTILLONS**EXP 62**

Le prélèvement a une importance primordiale. Il est trop souvent négligé lorsque ce n'est pas le personnel du laboratoire chargé de l'analyse qui vient lui-même chercher l'eau ; sa mauvaise exécution peut fausser tous les résultats ; en effet, il faut être sûr de la représentativité de l'échantillon d'eau que l'on prélève (suivant le cas, on cherche à faire ressortir soit la qualité moyenne, soit les caractéristiques extrêmes, soit les deux) et de la conservation de toutes les caractéristiques aux cours du prélèvement et éventuellement au cours du transport (en évitant les évasions gazeuses, les oxydations par l'air, les réactions avec les tuyauteries ou les parois des récipients de collecte, les contaminations accidentelles, etc.).

Récipients de prélèvement

Prendre de préférence des flacons en verre blanc (sauf pour les eaux fortement alcalines), bouchés émeri, ou en polyéthylène ; ces flacons seront neufs ou, sinon, rincés abondamment après avoir été traités soit au mélange sulfo-chromique (sauf si des traces de chrome doivent être recherchées dans l'eau), soit à l'acide (nitrique de préférence, ou encore chlorhydrique ou sulfurique) ; le rinçage se fera d'abord plusieurs fois à l'eau ordinaire (au moins trois fois, en remplissant chaque fois le flacon en totalité), puis plusieurs fois à l'eau distillée. Lors du prélèvement, on rincera plusieurs fois le flacon avec l'eau à analyser.

Si on ne dispose pas de ces flacons spéciaux (que l'on peut demander à l'avance au laboratoire qui effectuera l'analyse), on peut utiliser les bouteilles d'eau de table (éviter les bouteilles ayant contenu une eau minérale très saline) n'ayant servi qu'une fois, avec bouchon plastique (si on ne dispose que d'un bouchon en liège, le plonger au préalable un certain temps dans l'eau bouillante). Avant le prélèvement, on procède aux mêmes opérations de lavage et de rinçage que ci-dessus. Les bouteilles d'eau de table en verre blanc sont toujours préférables, mais on peut tolérer les bouteilles usuelles en matière plastique, sauf indication contraire de l'analyste (elles sont à proscrire pour les recherches de micro-polluants organiques, par exemple).

On peut encore accepter quelques autres types de récipients, par exemple les bidons (ou "jerricans") en matière plastique lorsque la recherche à effectuer réclame un volume d'eau

important (à condition, évidemment, qu'ils soient neufs ou, sinon, qu'ils n'aient contenu que de l'eau qu'ils aient été abondamment rincés et qu'il n'existe aucune contre-indication vis-à-vis des analyses prévues).

Par contre, il faut proscrire les verres teintés du commerce, les bouteilles d'alcools divers, les récipients métalliques, et d'une manière générale tout ce qui est susceptible, dans le contenant ou l'ex-contenu, de provoquer des interférences sur le résultat de l'analyse.

Certains types d'analyses demandent des modalités particulières pour le prélèvement, en utilisant des flacons distincts de ceux destinés à l'analyse générale :

- *pour l'analyse bactériologique*, employer obligatoirement des flacons stériles fournis par le laboratoire qui effectue la recherche ;
- *pour la détermination de certains métaux*, prélever l'eau dans des flacons en verre blanc ou en polyéthylène dans lesquels on aura introduit au préalable de l'acide chlorhydrique (pour la recherche de Fe, Al, Cr, Cu, Pb) ou nitrique (si, en plus des précédents, on recherche d'autres métaux, en particulier Mn) ; ces acides doivent évidemment être exempts des métaux recherchés (qualité "pur pour l'analyse") ; la quantité à utiliser est d'environ 2 à 5 ml d'acide pur par litre d'eau ;
- *pour la détermination de la silice*, utiliser des flacons en polyéthylène, si la silice est présente dans l'eau à l'état de traces ; pour la recherche de quantités importantes, on peut utiliser des flacons en verre, à condition qu'ils aient un temps de service élevé (contrairement à ce qui est recommandé pour les autres déterminations) et que l'eau ne soit pas très alcaline ; mêmes remarques pour le dosage du sodium et du bore ;
- *pour le comptage du phytoplancton* (algues), faire également un prélèvement spécial dans un flacon contenant 3 à 5 ml de solution de formol du commerce à 40 % pour 100 ml d'eau ;
- *pour le dosage des cyanures*, prendre un flacon en verre blanc et introduire de la soude (environ 1 à 2 ml de lessive concentrée par litre d'eau) pour alcaliniser l'échantillon jusqu'à un pH de 11 à 12. Les cyanures sont ainsi stabilisés ;
- *pour d'autres déterminations*, la stabilisation des échantillons est également nécessaire si l'analyse n'est pas faite immédiatement : 40 mg/l HgCl_2 pour les différentes formes de l'azote

(conservation : 7 jours), 2 ml/l H_2SO_4 pour les critères de pollution organique (DCO, COT, huiles, graisses ...).

Mode de prélèvement

Il faut adopter un mode de prélèvement adapté à l'origine de l'eau.

Réseau de distribution ou circuit industriel

Faire couler le robinet de prélèvement assez longtemps pour être sûr de recueillir un échantillon représentatif ; le temps nécessaire dépend de la disposition des lieux et du débit du robinet : il varie entre 30 secondes (chaudières) et 10 minutes (surtout si le robinet n'a pas été utilisé depuis un certain temps).

En outre, le robinet doit avoir coulé à débit constant, pour éviter toute variation de vitesse susceptible de détacher des dépôts (provenant de salissures, corrosions, etc.) fixés aux parois des canalisations. Pour un prélèvement bactériologique, retirer le brise-jet et flamber le robinet (avec une lampe à souder, par exemple) avant de faire couler l'eau et de recueillir l'échantillon.

Par ailleurs, s'il s'agit d'un circuit industriel où règnent une température et une pression élevées (chaudières en particulier), il faut prendre toutes précautions utiles pour éviter une évaporation partielle, une dilution avec de l'eau d'alimentation ou de condensation, etc. ; la prise d'échantillon doit en principe être munie d'un serpentin plongé dans de l'eau froide courante, avant détente ; pour les pressions plus faibles (moins de 10 bars), il peut suffire de recueillir l'eau dans un récipient plongé dans de l'eau froide en circulation.

Réservoir ou citerne

Dans un réservoir ou une citerne, procéder comme il est décrit ci-dessous pour les lacs, les barrages ou les sources.

Milieu naturel

• *Eaux de surface*

Le prélèvement doit être effectué au point envisagé pour la future prise d'eau.

Dans une rivière, éviter les zones mortes sur le bord ; afin de prélever l'eau en plein courant et assez loin du fond, chausser des bottes, ou mieux des cuissardes pour avancer dans l'eau (en surveillant les dépôts éventuellement remis

en suspension), ou lancer du haut d'un pont, et en aval de celui-ci, un seau propre attaché à une corde.

Dans le cas d'un lac, d'un étang, d'un barrage ou d'une rivière profonde, faire des prélèvements à différents niveaux ; le préleveur se tiendra (suivant le cas) sur un bateau, une passerelle, un pont ou une tour de prise d'eau ; il utilisera soit une pompe mue manuellement ou mécaniquement, soit un appareil spécial pour prélever l'eau en profondeur (on en trouve divers types sur le marché, à cavalier mobile, à clapets, etc.), sans contact avec l'air antérieurement contenu dans le récipient.

Un tel appareil peut aussi être utilisé pour prendre l'eau d'une source, mais dans ce cas on peut aussi directement plonger le récipient (aussi propre à l'extérieur qu'à l'intérieur, et à large col si possible) dans l'eau ; pour un prélèvement bactériologique, cette méthode implique le flambage préalable de l'extérieur du flacon, qui sera en outre maintenu par des pincettes, flambées également : l'eau de source peut aussi être recueillie à un déversoir.

Les analyses des eaux de surface doivent tenir compte des variations dans le temps (cycle saisonnier) et dans l'espace (par exemple, évolution des caractéristiques en fonction de la profondeur dans un lac ou un barrage).

• *Eaux souterraines*

L'eau d'un puits non exploité n'étant absolument pas représentative et son analyse ne pouvant fournir aucun renseignement utilisable, il faut impérativement l'équiper d'une pompe que l'on fait débiter si possible comme en exploitation normale plusieurs jours avant de recueillir un échantillon.

Piscines

Plonger le récipient dans l'eau, en observant les mêmes précautions que dans le cas des sources ; prélever également aux robinets de prises d'échantillon lorsque le circuit de régénération en est équipé. En outre, il peut être utile de connaître la qualité de l'eau d'appoint.

Règles communes de prélèvement

- Avoir les mains très propres.
- Rincer plusieurs fois le flacon avec l'eau à analyser, sauf préparation antérieure du flacon

(prélèvements pour bactériologie, métaux lourds, cyanures, etc.).

- Se renseigner sur le volume nécessaire pour les déterminations prévues (entre 2 et 5 litres en général).

- Étiqueter clairement les flacons pour éviter toute confusion. On peut utiliser aussi un marqueur, à condition que son encre soit indélébile.

- Remplir les flacons jusqu'à débordement afin de les boucher sans bulle d'air (en cas d'impossibilité ne laisser qu'une bulle de 1 cm³ environ sous le bouchon). Il est déconseillé de sceller les bouchons.

- Faire procéder sur place, lorsqu'elles sont indispensables à l'étude, à la détermination des caractéristiques susceptibles d'évoluer pendant le transport : température, résistivité (ou conductivité), pH, gaz dissous (O₂, CO₂, H₂S, etc...), composés de l'azote (NH₄⁺ et NO₂⁻ en particulier), désinfectants résiduels (chlore, ozone, chloramines, ClO₂), etc...

- Prendre des précautions spéciales pour la mesure du pH et des gaz dissous : remplissage du flacon sans contact avec l'air, avec un tuyau souple dont l'extrémité arrive au fond, et en renouvelant plusieurs fois le volume du flacon par débordement à la partie supérieure. Si on a utilisé un récipient intermédiaire (préleveur en profondeur, seau plongé très lentement en position couchée, etc...), le flacon sera rempli par siphonnage.

- Pour les déterminations qui seront faites au laboratoire, il faut que les échantillons d'eau soient acheminés dans les meilleurs délais, surtout s'il est demandé des analyses bactériologiques (dans ce cas, 4 heures au maximum ; un délai d'un jour peut être toléré si les flacons sont maintenus dans la glace). Dans tous les cas, une réfrigération à 4°C environ est éminemment souhaitable.

Listes des méthodes d'analyses normalisées

L'Association française de normalisation (I) édite des méthodes d'analyses « Essais des eaux », dont la liste est donnée ci-dessous.

| | | | |
|-------------|--|---------------|--|
| NF T 90 000 | Guide pour l'établissement des bulletins d'analyses | NF T 90 016 | Dosage gravimétrique du calcium |
| NF T 90 001 | Échantillonnage des eaux de chaudières et des eaux de circuits sous pression | NF T 90 017 | Dosage colorimétrique du fer |
| NF T 90 003 | Mesure de la dureté au réactif complexant | NF T 90 018 | Dosage de l'oxygène cédé par le permanganate de potassium |
| NF T 90 004 | Dosage spectrophotométrique du fluor | NF T 90 019 | Dosage des ions sodium |
| NF T 90 005 | Dosage du magnésium | NF T 90 020 | Dosage gravimétrique des ions potassium |
| NF T 90 006 | Mesure colorimétrique du pH | NF T 90 021 | Dosage photométrique de l'iode |
| NF T 90 007 | Dosage de la silice | NF T 90 022 | Dosage spectrophotométrique du cuivre |
| NF T 90 008 | Mesure électrométrique du pH avec l'électrode de verre | NF T 90 022 1 | Dosage spectrophotométrique du cuivre aux faibles teneurs (additif 1 à NF T 90 022, novembre 1962) |
| NF T 90 009 | Dosage des ions sulfate | NF T 90 023 | Dosage spectrophotométrique des orthophosphates et des polyphosphates |
| NF T 90 010 | Dosage colorimétrique de faibles teneurs d'oxygène libre (méthode à l'orthotolidine) | NF T 90 024 | Dosage spectrophotométrique du manganèse |
| NF T 90 011 | Dosage de l'anhydride carbonique | NF T 90 025 | Dosage spectrophotométrique du sélénium |

| | | | |
|-------------|--|-------------|---|
| NF T 90 012 | Dosage des nitrates | NF T 90 026 | Dosage de l'arsenic |
| NF T 90 013 | Dosage des nitrites | NF T 90 027 | Recherche globale des métaux lourds |
| NF T 90 014 | Dosage des ions chlore | NF T 90 028 | Dosage colorimétrique du plomb |
| NF T 90 015 | Dosage de l'azote ammoniacal | NF T 90 029 | Détermination des résidus secs, du résidu calciné et du résidu sulfaté |
| NF T 90 030 | Détermination du pouvoir colmatant | NF T 90 111 | Évaluation de la teneur en sels dissous à partir de la détermination de la conductivité électrique théorique |
| NF T 90 031 | Détermination de la résistivité (ou de la conductivité électrique) | NF T 90 112 | Dosage de dix éléments métalliques (Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ag, Cd, Pb) par spectrométrie d'absorption atomique |
| NF T 90 032 | Table de solubilité de l'oxygène dans l'eau | NF T 90 113 | Dosage du mercure par spectrométrie d'absorption atomique |
| NF T 90 033 | Mesure de l'indice de diffusion dite mesure de la turbidité | NF T 90 114 | Dosage des hydrocarbures totaux (méthode par spectrophotométrie infrarouge) |
| NF T 90 034 | Mesure de la couleur par comparaison avec l'échelle Hazen | NF T 90 201 | Effluents aqueux des raffineries de pétrole - échantillonnage |
| NF T 90 035 | Évaluation du goût | NF T 90 202 | Effluents aqueux des raffineries de pétrole - dosage des matières organiques en suspension dans l'eau extractibles à l'hexane |
| NF T 90 036 | Détermination de l'alcalinité (TA et TAC) | NF T 90 203 | Effluents aqueux des raffineries de pétrole - dosage des hydrocarbures totaux |
| NF T 90 100 | Échantillonnage : précautions à prendre pour effectuer, conserver et traiter les prélèvements | NF T 90 204 | Effluents aqueux des raffineries de pétrole - dosage des phénols |
| NF T 90 101 | Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO) (méthode par le dichromate de potassium) | NF T 90 301 | Détermination de l'inhibition de la mobilité de daphnia magna straus(s (crustacé cladocère) |
| NF T 90 103 | Détermination de la demande biochimique en oxygène (DBO) | NF T 90 302 | Méthode d'évaluation en milieu aqueux de la biodégradabilité dite totale des produits organiques |
| NF T 90 104 | Essai de putrescibilité | NF T 90 303 | Détermination de la toxicité aiguë d'une substance vis-à-vis de brachydanio rerio (essai statique) |
| NF T 90 105 | Détermination des matières en suspension | NF T 90 401 | Dénombrement des micro-organismes: comptage des colonies à 37 °C (méthode par incorporation en gélose) |
| NF T 90 106 | Dosage de l'oxygène dissous | NF T 90 402 | Dénombrement des micro-organismes: comptage des colonies à 20 °C (méthode par incorporation en gélose) |
| NF T 90 107 | Dosage des cyanures totaux | NF T 90 413 | Dénombrement des coliformes et des coliformes fécaux présumés après ensemencement en milieu liquide (calcul du nombre le plus probable) |
| NF T 90 108 | Dosage des cyanures libres | NF T 90 414 | Dénombrement des coliformes et des coliformes fécaux présumés (méthode par filtration sur membrane) |
| NF T 90 109 | Détermination de l'indice phénol | | |

(1) AFNOR, Association française de normalisation, Tour Europe, Cedex 7, 92080 Paris La défense