

NORME INTERNATIONALE

ISO
5667-10

Première édition
1992-11-15

Qualité de l'eau — Échantillonnage —

Partie 10:

Guide pour l'échantillonnage des eaux
résiduelles

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Water quality — Sampling —

Part 10: Guidance on sampling of waste waters
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b31011-98-0911-4902/8eb9-581bed3004d1/iso-5667-10-1992>



Numéro de référence
ISO 5667-10:1992(F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 5667-10 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 6, *Échantillonnage (méthodes générales)*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3101b98-0911-4902-8e69-581bcd5004d1/iso-5667-10-1992>

L'ISO 5667 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau — Échantillonnage*:

- *Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage*
- *Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage*
- *Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons*
- *Partie 4: Guide pour l'échantillonnage des eaux des lacs naturels et des lacs artificiels*
- *Partie 5: Guide pour l'échantillonnage de l'eau potable et de l'eau utilisée dans l'industrie alimentaire et des boissons*
- *Partie 6: Guide pour l'échantillonnage des rivières et des cours d'eau*
- *Partie 7: Guide général pour l'échantillonnage des eaux et des vapeurs dans les chaudières*

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

- *Partie 8: Guide général pour l'échantillonnage des dépôts humides*
 - *Partie 9: Guide général pour l'échantillonnage des eaux marines*
 - *Partie 10: Guide pour l'échantillonnage des eaux résiduaires*
 - *Partie 11: Guide général pour l'échantillonnage des eaux souterraines*
 - *Partie 12: Guide général pour l'échantillonnage des sédiments*
- L'annexe A fait partie intégrante de la présente partie de l'ISO 5667.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5667-10:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3101b98-0911-4902-8eb9-581bed3004d1/iso-5667-10-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3101b98-0911-4902-8eb9-581bed3004d1/iso-5667-10-1992>

Introduction

La présente partie de l'ISO 5667 appartient à une série de normes qui traitent des techniques d'échantillonnage de types d'eau spécifiques. Elle doit être lue conjointement avec l'ISO 5667-1, l'ISO 5667-2 et l'ISO 5667-3.

La terminologie générale utilisée est conforme aux différentes parties de l'ISO 6107, notamment à l'ISO 6107-2.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5667-10:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3101b98-0911-4902-8eb9-581bed3004d1/iso-5667-10-1992>

Qualité de l'eau — Échantillonnage —

Partie 10:

Guide pour l'échantillonnage des eaux résiduaires

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 5667 traite en détail de l'échantillonnage des eaux résiduaires d'origine domestique et industrielle, c'est-à-dire de l'établissement des programmes d'échantillonnage et des techniques de prélèvement des échantillons. Elle s'applique aux eaux résiduaires de toutes natures, c'est-à-dire aux effluents industriels et aux effluents domestiques bruts ou épurés.

Elle ne traite pas de l'échantillonnage des rejets accidentels, bien que les méthodes décrites soient dans certains cas applicables à ces rejets.

1.1 Objectifs

Un programme d'échantillonnage peut avoir des finalités très diverses. Certains des objectifs les plus courants sont les suivants:

- détermination de la concentration en polluants d'effluents résiduaires;
- détermination de la charge en polluants d'effluents résiduaires;
- obtention de données nécessaires au fonctionnement de stations de traitement d'eaux résiduaires;
- vérification du non dépassement de concentrations limites de rejet;
- vérification du non dépassement de charges limites de rejet;
- obtention de données nécessaires à la réalisation de prélèvements dans des rejets d'eau résiduaires.

Il est essentiel, lors de l'établissement d'un programme d'échantillonnage, de ne pas perdre de vue les objectifs poursuivis afin que les données recueillies lors de l'étude correspondent bien aux informations requises.

La finalité d'un programme d'échantillonnage est, de façon générale, le contrôle ou la caractérisation de la qualité tels que décrits en 1.1.1 et 1.1.2.

1.1.1 Caractérisation de la qualité

La caractérisation de la qualité a pour objectif la détermination de la concentration ou de la charge en polluants des effluents résiduaires, généralement à long terme, par exemple pour vérifier la conformité à une norme, déterminer des tendances, recueillir des données sur l'efficacité d'une étape de traitement ou, dans le cadre de projets et/ou d'études, sur les charges transportées.

1.1.2 Contrôle de la qualité

Le contrôle de la qualité peut avoir l'un des objectifs suivants:

- a) recueil de données destinées au contrôle à court ou long terme du fonctionnement de stations de traitement d'eaux résiduaires (par exemple, contrôle de la croissance de la biomasse dans des unités de traitement par boues activées, contrôle d'une étape de digestion anaérobie, contrôle de stations de traitement d'effluents industriels);
- b) recueil de données destinées à la protection de stations de traitement d'eaux résiduaires (par exemple, protection de stations de traitement d'effluents domestiques contre les effets nocifs d'effluents industriels, identification de la source de résidus d'effluents industriels);

- c) recueil de données destinées au contrôle de la pollution (par exemple, contrôle de rejets terrestres, maritimes ou fluviaux).

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 5667. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 5667 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 2602:1980, *Interprétation statistique de résultats d'essais — Estimation de la moyenne — Intervalle de confiance*.

ISO 2854:1976, *Interprétation statistique des données — Techniques d'estimation et tests portant sur des moyennes et des variances*.

ISO 5667-1:1980, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage*.

ISO 5667-2:1991, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage*.

ISO 5667-3:1985, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons*.

ISO 5667-5:1991, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 5: Guide pour l'échantillonnage de l'eau potable et de l'eau utilisée dans l'industrie alimentaire et des boissons*.

ISO 6107-2:1989, *Qualité de l'eau — Vocabulaire — Partie 2*.

3 Définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 5667, les définitions suivantes, tirées de l'ISO 6107-2, s'appliquent.

3.1 échantillon composite: Échantillon obtenu par mélange en proportions adéquates (de façon intermittente ou continue) de deux échantillons ou parties d'échantillons au moins, et à partir duquel on peut obtenir la valeur moyenne de la caractéristique étudiée. Les proportions du mélange sont généralement calculées à partir des mesures de temps ou de débit.

3.2 conduite d'échantillonnage: Conduite qui relie la sonde d'échantillonnage au point de distribution de l'échantillon ou à l'appareil d'analyse.

3.3 point d'échantillonnage: Position précise dans un emplacement d'échantillonnage où sont prélevés les échantillons.

3.4 échantillon ponctuel (localisé): Échantillon discret prélevé dans une masse d'eau de façon aléatoire (dans le temps ou dans l'espace).

4 Matériel d'échantillonnage

4.1 Récipients pour échantillons

Il convient de consulter le laboratoire chargé de l'analyse des échantillons sur le choix des récipients les mieux adaptés au prélèvement, à la conservation et au transport des échantillons.

L'ISO 5667-2 et l'ISO 5667-3 donnent des informations détaillées sur le choix des récipients pour échantillons.

Il est indispensable d'utiliser des récipients dans lesquels ne se produisent ni pertes par adsorption, ni volatilisation, ni contamination par des substances étrangères.

Les critères sur lesquels doit être fondé le choix des récipients sont notamment les suivants:

- résistance mécanique;
- étanchéité du système de fermeture;
- facilité de réouverture;
- résistance aux températures extrêmes;
- commodité (taille, forme et poids);
- possibilité de nettoyage et de réutilisation;
- disponibilité et prix.

Dans le cas des eaux résiduaires, l'emploi de récipients en plastique est recommandé pour presque toutes les analyses. Il existe toutefois quelques cas exceptionnels, dont des exemples sont donnés ci-dessous, où il convient d'utiliser des récipients en verre:

- matières grasses;
- hydrocarbures;
- détergents;
- pesticides.

Dans le cas des eaux usées stérilisées ou désinfectées (voir, par exemple, ISO 5667-5), il convient d'utiliser des récipients et matériels d'échantillonnage stériles.

4.2 Matériel d'échantillonnage

4.2.1 Matériel d'échantillonnage manuel

Le matériel le plus simple utilisé pour les prélèvements dans des effluents se compose d'un godet, d'une écope ou d'un flacon à col large, éventuellement monté sur un manche de longueur adéquate, et de volume au moins égal à 100 ml. Si l'on doit préparer des échantillons composites à partir d'échantillons prélevés manuellement, il convient d'utiliser des godets, écopas ou flacons de volume bien défini et connu à $\pm 5\%$ près. Il est également possible d'effectuer les prélèvements manuels à l'aide d'un échantillonneur de Ruttner ou Kemmerer, composé d'un tube de 1 litre à 3 litres muni à ses deux extrémités d'un couvercle à charnière, ou d'un échantillonneur similaire fonctionnant sur le même principe.

Le matériel d'échantillonnage manuel doit de préférence être constitué d'un matériau inerte non susceptible de perturber les analyses qui seront effectuées sur les échantillons (voir ISO 5667-2).

Avant de commencer les prélèvements, il convient de nettoyer le matériel avec de l'eau et du détergent, ou suivant la méthode spécifiée par le fabricant, puis de le rincer à l'eau. On peut, avant utilisation, rincer le matériel d'échantillonnage dans l'eau dans laquelle sera effectuée le prélèvement, afin de réduire au minimum les risques de contamination. Il faut apporter un soin particulier au rinçage qui suit le nettoyage lorsque les analytes étudiés sont des détergents. Le rinçage dans l'eau à analyser ne doit pas être effectué s'il est susceptible de fausser les résultats des analyses ultérieures (par exemple, dosage des matières grasses, analyses microbiologiques).

4.2.2 Matériel d'échantillonnage automatique

On trouve dans le commerce un certain nombre d'appareils permettant le prélèvement automatique d'un échantillon continu ou d'échantillons en série. Ces équipements sont souvent facilement transportables et ils sont utilisables pour tous les types d'eaux résiduelles. Il existe deux types d'échantillonneurs automatiques, effectuant respectivement des prélèvements proportionnels au temps et au débit (voir ISO 5667-2), mais un certain nombre d'appareils sont capables d'assurer les deux fonctions. Les prélèvements peuvent s'effectuer suivant l'un des principes suivants:

- au moyen d'une pompe à chaîne (paternoster);
- par air comprimé et/ou dépression;

- avec écoulement continu de l'effluent;
- par pompage (souvent à l'aide d'une pompe péristaltique).

Il n'est pas possible de recommander l'un ou l'autre de ces principes pour l'ensemble des situations d'échantillonnage. Lors du choix du matériel, les critères suivants sont à considérer et il revient à l'utilisateur de déterminer leur importance relative lorsqu'il définit les exigences associées à une application spécifique.

- a) L'échantillonneur doit permettre le prélèvement d'échantillons composites dépendants du temps, par exemple le prélèvement sur des intervalles de temps variables, pour des débits constants.
- b) L'échantillonneur doit permettre le prélèvement à intervalles de temps constants d'une série d'échantillons discrets, placés chacun dans un récipient séparé, par exemple en vue d'effectuer des études de variations journalières pour mettre en évidence des pointes de charge.
- c) L'échantillonneur doit permettre le prélèvement d'une série d'échantillons composites, correspondant à des intervalles de temps courts et placés dans des récipients séparés. Cette fonction peut également être utile pour les contrôles portant sur des périodes spécifiques dont on sait qu'elles sont significatives.
- d) L'échantillonneur doit permettre le prélèvement d'échantillons composites dépendants du débit, c'est-à-dire le prélèvement, sur un intervalle de temps constant, de volumes variables suivant la valeur du débit. Cette fonction peut être utile pour les études portant sur la charge en substrat.
- e) L'échantillonneur doit permettre le prélèvement d'une série d'échantillons dépendants du débit, placés chacun dans un récipient séparé. Cette fonction peut être utile pour identifier des périodes de variation de la charge en substrat, lorsqu'il est nécessaire de corréler ces données avec les variations de débit.

Outre les critères spécifiés aux points a) à e), qui sont liés au prélèvement de différents types d'échantillons, définis en 5.3.1, l'utilisateur doit également fonder son choix sur l'obtention des caractéristiques suivantes, sauf si l'une ou l'autre s'avère inutile dans des circonstances données. Ceci peut être notamment le cas pour la possibilité de prélever des échantillons à partir de canalisations ou collecteurs d'égouts sous pression.

- f) L'échantillonneur doit permettre de remonter les échantillons sur toute la hauteur requise, quelle que soit la situation choisie.

- g) Il doit être de construction robuste et comporter un nombre aussi réduit que possible de composants fonctionnels.
- h) Les parties exposées à l'eau ou immergées doivent être en nombre aussi réduit que possible.
- i) L'échantillonneur doit être résistant à la corrosion et ses composants électriques doivent être protégés des effets du gel, de l'humidité et des atmosphères corrosives.
- j) L'échantillonneur doit être de conception simple, et facile à entretenir, utiliser et nettoyer.
- k) La conduite d'échantillonnage doit avoir, entre les points de prélèvement et de distribution, un diamètre interne d'au moins 9 mm et son entrée doit être protégée, afin que les risques de colmatage soient réduits au minimum.
- l) La vitesse d'écoulement du liquide doit être égale ou supérieure à 0,5 m/s afin d'éviter les risques de séparation de phases dans la conduite et la chambre de mesure.
- m) Les conduites d'échantillonnage doivent pouvoir être purgées avant prélèvement d'échantillons frais.
- n) Les volumes doivent être distribués avec une fidélité et une exactitude au moins égale à 5 % du volume souhaité.
- o) La plage de réglage de l'intervalle de temps séparant le prélèvement d'échantillons discrets doit aller de 5 min à 1 h.
- p) Les récipients pour échantillons et les joints de tubes doivent pouvoir être détachés, nettoyés et remplacés facilement.
- q) Il est parfois nécessaire que l'échantillonneur comporte des compartiments fermés permettant le stockage des échantillons à l'obscurité et à 0 °C – 4 °C pendant toute la durée des prélèvements, et permette l'addition d'agents de conservation dans les récipients pour échantillons avant et pendant l'échantillonnage.
- r) Les échantillonneurs transportables doivent être légers, susceptibles d'être protégés contre les manipulations et les actes de vandalisme, résistants aux intempéries, et capables de fonctionner dans des environnements très divers.
- s) Les échantillonneurs doivent être capables de fonctionner sans surveillance pendant un temps suffisamment long (plusieurs jours).
- t) Les risques intrinsèques de production d'étincelles doivent être nuls afin de limiter les risques d'ex-

plosion, notamment dans les zones où la présence de méthane ou d'autres solvants organiques est possible.

- u) Il est parfois nécessaire que l'échantillonneur puisse effectuer des prélèvements dans des canalisations sous pression, et cette éventualité doit être prise en compte dans le choix final du matériel.

Il faut également tenir compte de la qualité du manuel utilisateur, qui doit être facile à lire et écrit dans un langage adapté et compréhensible pour l'opérateur, ainsi que de la qualité du service après-vente et de la facilité de remplacement des pièces. Enfin, il est impératif que les spécifications relatives à l'alimentation électrique ou en air comprimé de l'équipement soient adaptées aux possibilités existant sur le lieu de son installation.

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — Il convient, dans tous les cas, de respecter les réglementations locales en matière de sécurité.

5 Méthode d'échantillonnage

5.1 Emplacements d'échantillonnage

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — Lors du choix des emplacements d'échantillonnage, il convient de toujours respecter les règles de sécurité et les règles sanitaires. (Voir article 6.)

5.1.1 Description générale

La présente partie de l'ISO 5667 traite de méthodes d'échantillonnage applicables en divers types d'emplacements, par exemple

- a) à l'intérieur d'installations industrielles (par exemple, dans des effluents résiduels non traités);
- b) aux points de rejet d'installations industrielles (mélanges d'eaux résiduels non traitées);
- c) dans les réseaux d'assainissement urbains, y compris les canalisations sous pression et les systèmes par gravité;
- d) à l'intérieur de stations de traitement d'eaux résiduels;
- e) à la sortie de stations de traitement d'eaux résiduels.

Il est essentiel, dans tous les cas, de choisir un emplacement représentatif de l'effluent à examiner.

Pour choisir des emplacements d'échantillonnage à l'intérieur d'un égout, il convient d'effectuer préalablement une étude du réseau. L'examen des plans du réseau permet d'identifier les emplacements possibles. On procède ensuite à une inspection des sites,

en utilisant si nécessaire des traceurs chimiques, pour vérifier que le tracé du réseau et le parcours des eaux correspondent bien aux plans et s'assurer que l'emplacement choisi est représentatif, pour l'objectif d'échantillonnage défini.

Les règles générales d'établissement des programmes d'échantillonnage sont spécifiées dans l'ISO 5667-1.

5.1.2 Échantillonnage à partir des égouts, canaux collecteurs et regards de visite

Il convient, avant de procéder à l'échantillonnage, de nettoyer l'emplacement choisi afin d'éliminer des parois toute trace d'incrustation, boue, film bactérien, etc.

À l'emplacement choisi, l'écoulement doit présenter une forte turbulence afin d'assurer un brassage suffisant. Il arrive que les meilleurs sites s'avèrent inutilisables en raison de leur non accessibilité, du manque de sécurité, ou de l'absence de sources d'énergie.

Les canaux collecteurs étant souvent dimensionnés pour pouvoir recevoir à la fois les effluents et les pluies d'orage, et/ou pour des débits supérieurs aux débits effectifs, l'écoulement est souvent laminaire. En l'absence d'emplacements présentant des conditions d'écoulement turbulent, il faut créer artificiellement ces conditions en rétrécissant le flux, par exemple à l'aide de baffles ou de déversoirs. Ce rétrécissement doit être réalisé de façon à empêcher la sédimentation en amont. Le point de prélèvement doit toujours être situé en aval du rétrécissement et, en règle générale, à une distance du rétrécissement d'au moins trois fois le diamètre de la conduite. L'ouverture de la sonde d'échantillonnage doit être orientée de préférence face au courant, mais peut être face à l'aval au cas où il y aurait trop d'obstructions [voir également 4.2.2 l)].

NOTE 1 Si le brassage est suffisant juste en amont de l'obstacle, le point de prélèvement peut être situé en cet emplacement, en prenant soin que les sédiments ne soient pas collectés et en s'assurant que le point de prélèvement reste au-dessous du niveau du liquide.

Il est recommandé, chaque fois que possible, d'installer des stations d'échantillonnage permanentes, en veillant à assurer la reproductibilité des conditions de prélèvement.

Avant de procéder à l'échantillonnage de rejets industriels, il convient de noter les conditions de production (par exemple, procédés et rythmes de production), ainsi que l'ensemble des risques potentiels, par exemple l'humidité excessive des sols.

En règle générale, le point de prélèvement doit être situé à une immersion égale au tiers de la profondeur totale de l'effluent résiduaire.

5.1.3 Stations de traitement d'eaux résiduaires

Pour choisir un emplacement d'échantillonnage dans une station de traitement d'eaux résiduaires, il est important de tenir compte de la finalité du programme de recueil de données, dont l'échantillonnage est l'un des aspects.

Les objectifs types sont les suivants:

- contrôle de l'efficacité de la station de traitement dans son ensemble: il convient d'effectuer les prélèvements à l'entrée et la sortie principales de la station;
- contrôle du fonctionnement de certaines unités, ou de certains groupes d'unités de traitement: il convient d'effectuer les prélèvements à l'entrée et la sortie de ces unités.

Si les prélèvements doivent être effectués à l'entrée de la station, il convient de bien réfléchir à l'objectif du programme d'échantillonnage. Dans certains cas, il peut être nécessaire de prélever des eaux usées brutes mélangées avec l'eau recyclée (par exemple, pour étudier la charge et l'efficacité des bassins de sédimentation primaire). Dans d'autres cas, il peut au contraire être nécessaire d'exclure l'influence des eaux recyclées (par exemple, pour recueillir des données permettant d'évaluer les charges apportées par des effluents industriels/domestiques, ou contrôler des effluents industriels).

Le prélèvement en aval de canaux jaugeurs ou de déversoirs spécialement établis (voir 5.1.2) facilite souvent la réalisation d'échantillonnages représentatifs.

Pour les prélèvements effectués sur les effluents d'installations de traitement comprenant plusieurs unités (par exemple plusieurs bassins de sédimentation), il faut bien veiller à ce que les échantillons obtenus soient représentatifs de l'effluent global, et non pas seulement de celui d'une des unités (à moins que celle-ci ne fasse l'objet d'une étude spécifique).

Il est nécessaire de revoir fréquemment le choix des emplacements d'échantillonnage, afin que toute modification significative apportée aux processus de traitement soit effectivement répercutée dans l'échantillonnage. Par exemple, le fait de transformer le mode de fonctionnement d'un filtre biologique en le faisant passer d'un fonctionnement «simple» à un fonctionnement avec «recirculation» ou «double filtration à courant inverse» peut impliquer des modifications du mode d'introduction dans la station des eaux d'alimentation ou des eaux recyclées (par exemple, recyclage d'eaux usées contenues dans des réservoirs de pluies d'orage, changement des points de réinjection des eaux après traitement).

Lors de l'échantillonnage d'eaux résiduaires, il faut toujours prendre grand soin d'éliminer ou réduire au minimum la forte hétérogénéité due à la présence

fréquente de matières en suspension. De même, la stratification thermique d'effluents d'origines différentes est un problème couramment rencontré lors de l'échantillonnage d'effluents ou rejets industriels, et il faut veiller à assurer le brassage des eaux avant de procéder aux prélèvements.

5.1.4 Échantillonnage qualitatif

Il est parfois nécessaire d'effectuer des prélèvements en surface, par écumage, afin d'obtenir des informations qualitatives sur la présence de matières émulsionnées ou flottantes. Il est possible dans ce cas d'utiliser des bouteilles à col large, mais il est recommandé de consulter le laboratoire d'analyses.

5.2 Fréquence, moment et durée des prélèvements

5.2.1 Généralités

Le présent paragraphe traite de la fréquence d'échantillonnage (c'est-à-dire du nombre d'échantillons à prélever), de la durée des périodes d'échantillonnage, et des moments de prélèvement.

5.2.2 Nombre d'échantillons

La section trois de l'ISO 5667-1:1980 spécifie des règles générales relatives au moment et à la fréquence des prélèvements. Le présent paragraphe donne des règles générales plus spécifiquement adaptées au cas de l'échantillonnage des eaux résiduaires.

La concentration des différents analytes dans un effluent évolue sous l'effet de variations aléatoires et systématiques. Du point de vue technique, la solution optimale pour déterminer les valeurs vraies serait d'utiliser un appareillage automatique sur site effectuant des analyses en continu de la substance considérée. Cette approche n'est toutefois que rarement applicable, en raison de l'inadaptation aux mesures sur site de l'appareillage nécessaire à l'analyse des substances considérées, de sa non disponibilité, ou de son coût trop élevé.

Il convient donc de conduire les analyses à partir d'échantillons prélevés à intervalles de temps réguliers sur une certaine période (période de contrôle). Ces échantillons doivent de préférence être des échantillons composites, sauf si les analyses envisagées interdisent l'utilisation de ce type d'échantillons. Le choix du nombre d'échantillons à prélever au cours de chaque période de contrôle doit être effectué sur une base statistique (voir ISO 2602, ISO 2854 et ISO 5667-1).

5.2.3 Moment des prélèvements

Le choix du moment et du mode de prélèvement des échantillons est souvent dicté par l'objectif du programme d'échantillonnage.

En règle générale, dans le cas de l'échantillonnage d'eaux usées et d'effluents résiduaires, on considère normalement les sources suivantes de variation de la qualité:

- a) variations journalières (dans la journée);
- b) variations hebdomadaires (d'un jour à l'autre de la semaine);
- c) variations mensuelles (d'une semaine à l'autre);
- d) variations annuelles et saisonnières;
- e) tendances.

Si les variations journalières, ou les variations d'un jour sur l'autre dans la semaine, sont faibles ou inexistantes, l'heure et le jour de la semaine choisis pour les prélèvements ont relativement peu d'importance. La solution à adopter est alors d'effectuer l'échantillonnage à intervalles réguliers sur toute l'année mais à des heures et des jours de la semaine quelconques (choisis par commodité).

Si l'identification de la nature et de l'amplitude de pointes de charge est importante, il conviendra d'effectuer les prélèvements aux heures, jours, semaines ou mois correspondants.

Dans le cas des rejets d'effluents industriels à caractère saisonnier ou cyclique, il est souvent très important d'établir une corrélation entre moments de prélèvement et déroulement du procédé contrôlé: le caractère discontinu des rejets doit en effet être pris en compte dans le programme d'échantillonnage.

Les échantillonnages visant à mettre en évidence des tendances doivent être soigneusement planifiés. Pour détecter des tendances d'un mois sur l'autre, par exemple, il est préférable de toujours effectuer les prélèvements le même jour de la semaine afin d'éliminer la contribution des variations journalières et hebdomadaires dans la variabilité totale et de permettre une meilleure détection des tendances.

Une fois fixé le nombre d'échantillons à prélever (voir 5.2.2), il convient de choisir les moments de prélèvement. Les prises d'échantillon doivent normalement être effectuées à intervalles de temps fixes sur l'ensemble de la période de contrôle. Celle-ci peut être d'un an, quelques mois ou quelques semaines, ou même moins.

Si la durée de la période de contrôle est de un an, les jours de prélèvement peuvent être respectivement déterminés d'après les formules (1) et (2) selon que

le nombre n d'échantillons à prélever est supérieur ou inférieur à environ 25.

La formule (1) indique pendant quels jours de l'année doivent normalement être effectués les prélèvements.

$$A + \frac{365}{n}, A + \frac{365 \times 2}{n}, A + \frac{365 \times 3}{n}, \dots, A + \frac{365 \times n}{n} \quad \dots (1)$$

où

n est le nombre d'échantillons;

A est un nombre aléatoire compris entre $-365/n$ et 0.

La formule (2) indique pendant quelles semaines de l'année doivent normalement être effectués les prélèvements. Le jour à choisir dans chacune des semaines doit être fixé de façon à répartir les prélèvements sur l'ensemble des jours de la semaine.

$$B + \frac{52}{n}, B + \frac{52 \times 2}{n}, B + \frac{52 \times 3}{n}, \dots, B + \frac{52 \times n}{n} \quad \dots (2)$$

où

n est le nombre d'échantillons;

B est un nombre aléatoire compris entre $-52/n$ et 0.

Il est possible d'utiliser des formules analogues pour d'autres durées de la période de contrôle, par exemple à un, trois, six mois, etc. La durée choisie doit permettre de couvrir l'ensemble des variations saisonnières.

Une fois fixés la fréquence et les jours ou semaines de prélèvement, il convient de vérifier que l'échantillonnage n'est pas entaché de risque d'erreur systématique, par exemple si les prélèvements ont lieu un jour particulier, ou si certains jours de la semaine sont systématiquement exclus.

5.2.4 Durée de chaque période d'échantillonnage

Le présent paragraphe traite du choix de la durée totale de prélèvement d'un échantillon composite. Ce choix doit être effectué en fonction de deux critères.

- L'objectif de l'échantillonnage. Il peut par exemple être nécessaire d'évaluer la charge moyenne en matières organiques d'un écoulement sur plusieurs périodes de 24 h, auquel cas le prélèvement d'échantillons composites journaliers proportionnels au débit sera la solution indiquée.
- La stabilité de l'échantillon. Dans l'exemple décrit en a), il ne serait pas forcément indiqué de pro-

longer au-delà de 24 h la période de prélèvement d'un échantillon composite, en raison des risques d'altération des composés organiques présents dans l'échantillon étudié.

La durée totale d'échantillonnage peut varier de quelques heures, pour la détection de composés organiques volatils, à plusieurs jours, pour l'analyse de composés inorganiques stables.

La stabilité de l'échantillon constitue souvent un facteur limitant la durée d'échantillonnage. Il convient dans ce cas de définir des méthodes de conservation appropriées, en fonction des techniques d'analyse spécifiques qui seront employées et après consultation du laboratoire d'analyse. L'ISO 5667-3 et 5.4 traitent plus en détail des problèmes de stockage et de conservation des échantillons.

5.3 Choix de la méthode d'échantillonnage

5.3.1 Différents types d'échantillons

On distingue ordinairement deux grands types d'échantillons:

- échantillons ponctuels;
- échantillons composites.

5.3.1.1 Échantillons ponctuels

Dans le cas d'un échantillon ponctuel, l'ensemble du volume constituant l'échantillon est prélevé en une seule fois. Ce type d'échantillons est utile pour déterminer la composition d'une eau résiduaires à un instant donné. Lorsque les variations de volume et composition de l'effluent résiduaires sont faibles, un échantillon ponctuel peut être représentatif de la composition sur une longue période.

Le prélèvement d'échantillons ponctuels est indispensable lorsque l'objectif d'un programme d'échantillonnage est d'évaluer la conformité à des normes ne portant pas sur la qualité moyenne. Lorsque, par contre, l'estimation de la qualité est fondée sur des caractéristiques moyennes, il faut toujours utiliser des échantillons composites.

Certaines analyses exigent l'emploi d'échantillons ponctuels, par exemple pour le dosage des matières grasses, de l'oxygène dissous, du chlore et des sulfures. Les résultats obtenus ne seront en effet pas les mêmes si les analyses ne sont pas effectuées (ou entreprises) immédiatement après le prélèvement de l'échantillon, ou si tout le volume prélevé n'est pas utilisé en même temps. Les échantillons ponctuels sont habituellement prélevés manuellement, mais l'emploi d'équipements automatiques est également possible.