
Qualité de l'eau — Échantillonnage —

Partie 15:

**Lignes directrices pour la conservation et
le traitement des échantillons de boues et
de sédiments**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Water quality — Sampling —

*Part 15: Guidance on the preservation and handling of sludge and
sediment samples*

ISO 5667-15:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6259ba3e-0228-4f07-9680-831c91b4fed/iso-5667-15-2009>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5667-15:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6259ba3e-0228-4f07-9680-831c91b4f1ed/iso-5667-15-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6259ba3e-0228-4f07-9680-831c91b4f1ed/iso-5667-15-2009>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Réactifs	2
5 Conservation des échantillons	2
5.1 Considérations générales	2
5.2 Examen chimique	3
5.3 Examen physique	3
5.4 Examen radiochimique	4
5.5 Examen biologique	4
6 Mesures de sécurité	4
6.1 Protection du personnel	4
6.2 Protection de l'échantillon	4
7 Récipients	5
8 Prélèvement de l'échantillon	5
9 Identification des échantillons	6
10 Transport des échantillons	6
11 Réception des échantillons	6
12 Stockage des échantillons	7
Annexe A (informative) Préparation des récipients	13
Annexe B (informative) Stockage à long terme d'échantillons de sédiments humides à l'aide de congélateurs à azote liquide	15
Bibliographie	17

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 5667-15 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 6, *Échantillonnage (méthodes générales)*. (standards.iteh.ai)

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 5667-15:1999), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

- *Partie 1: Lignes directrices pour la conception des programmes et des techniques d'échantillonnage*
- *Partie 3: Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau*
- *Partie 4: Guide pour l'échantillonnage des eaux des lacs naturels et des lacs artificiels*
- *Partie 5: Lignes directrices pour l'échantillonnage de l'eau potable des usines de traitement et du réseau de distribution*
- *Partie 6: Lignes directrices 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*
- *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: Lignes directrices pour l'échantillonnage des eaux souterraines*
- *Partie 12: Guide général pour l'échantillonnage des sédiments*

- *Partie 13: Lignes directrices pour l'échantillonnage de boues provenant d'installations de traitement de l'eau et des eaux usées¹⁾*
- *Partie 14: Lignes directrices pour le contrôle de la qualité dans l'échantillonnage et la manutention des eaux environnementales*
- *Partie 15: Lignes directrices pour la conservation et le traitement des échantillons de boues et de sédiments*
- *Partie 16: Lignes directrices pour les essais biologiques des échantillons*
- *Partie 17: Lignes directrices pour l'échantillonnage des matières solides en suspension*
- *Partie 19: Lignes directrices pour l'échantillonnage des sédiments en milieu marin*
- *Partie 20: Lignes directrices relatives à l'utilisation des données d'échantillonnage pour la prise de décision — Conformité avec les limites et systèmes de classification*
- *Partie 21: Lignes directrices pour l'échantillonnage de l'eau potable distribuée par camions-citernes ou d'autres moyens que les tuyaux de distribution*
- *Partie 22: Lignes directrices pour la conception et l'installation de points de contrôle des eaux souterraines*
- *Partie 23: Détermination des polluants prioritaires dans les eaux de surface en utilisant un échantillonnage passif*

iTeh STANDARD PREVIEW

La présente partie de l'ISO 5667 peut être utilisée conjointement aux autres parties disponibles de la série ISO 5667.

[ISO 5667-15:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6259ba3e-0228-4f07-9680-831c91b4fed/iso-5667-15-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6259ba3e-0228-4f07-9680-831c91b4fed/iso-5667-15-2009>

1) En préparation. (Révision de l'ISO 5667-13:1997)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5667-15:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6259ba3e-0228-4f07-9680-831c91b4f1ed/iso-5667-15-2009>

Qualité de l'eau — Échantillonnage —

Partie 15:

Lignes directrices pour la conservation et le traitement des échantillons de boues et de sédiments

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 5667 fournit des lignes directrices relatives aux modes opératoires de conservation, de manipulation et de stockage des échantillons de boues provenant de stations d'épuration et de stations de traitement de l'eau potable, de matières en suspension, de sédiments en eau salée et en eau douce, jusqu'à ce que leur examen chimique, physique, radiochimique et/ou biologique puisse être entrepris en laboratoire.

Les modes opératoires fournis dans la présente partie de l'ISO 5667 s'appliquent uniquement aux échantillons humides de boues, de sédiments et de matières en suspension.

NOTE Les échantillons de boues, de sédiments et de matières en suspension séchés ou lyophilisés se comportent comme des sols séchés. L'ISO 18512 fournit des lignes directrices sur le stockage à long terme ou à court terme d'échantillons séchés (lyophilisés). L'ISO 16720 fournit des lignes directrices sur la lyophilisation.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

conservation d'un échantillon

toute procédure visant à stabiliser un échantillon, c'est-à-dire à stabiliser les propriétés à étudier, depuis l'étape du prélèvement jusqu'à celle de la préparation pour analyse

[ISO 11074:2005, 4.4.20]

3.2 stockage d'un échantillon
processus, et son résultat, consistant à garder un échantillon disponible dans des conditions prédéfinies pendant un laps de temps (en général) déterminé, entre le prélèvement et le traitement de cet échantillon

NOTE Adapté de l'ISO 11074:2005, 4.4.22.

3.3 durée de stockage
période entre le prélèvement de l'échantillon et le début de l'analyse de l'échantillon en laboratoire, pour un échantillon stocké dans des conditions prédéfinies

4 Réactifs

AVERTISSEMENT — Il convient que le personnel réalisant l'échantillonnage soit averti des dangers potentiels, et que des procédures de sécurité appropriées soient disponibles. Prendre garde aux vapeurs de formaldéhyde. Ne pas conserver un grand nombre d'échantillons dans une petite zone de travail.

Il convient que tous les réactifs soient au minimum de qualité analytique.

4.1 Eau déionisée, d'un niveau de qualité 3 tel que spécifié dans l'ISO 3696.

4.2 Sulfate de sodium, Na_2SO_4 , monohydraté.

Chauffer le sulfate de sodium pendant au moins 6 h à $(500 \pm 10)^\circ\text{C}$ avant de l'utiliser. Stocker dans un dessiccateur après le chauffage.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.3 Acétate de zinc, $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn}$, $2\text{H}_2\text{O}$ (10 % fraction massique).

[ISO 5667-15:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6259ba3e-0228-4f07-9680-831c91b4fed/iso-5667-15-2009)

4.4 Méthanol, CH_3OH . <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6259ba3e-0228-4f07-9680-831c91b4fed/iso-5667-15-2009>

4.5 Éthanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (96 % fraction volumique).

4.6 Tétraborate de sodium ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, $10\text{H}_2\text{O}$), **phosphate de sodium** ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$, $10\text{H}_2\text{O}$) ou **hexaméthylène-tétramine** $[(\text{CH}_2)_6\text{N}_4]$.

4.7 Solution de formaldéhyde, CH_2O (3,7 % fraction volumique).

Ajouter du formaldéhyde à 37 % neutralisé à pH 7 avec du tétraborate de sodium, du phosphate de sodium ou de l'hexaméthylène-tétramine (solution de formol à 100 g/l) pour obtenir une solution finale de formaldéhyde à 3,7 % (correspondant à une dilution 1/10 de la solution de formol).

NOTE Une solution de formaldéhyde à 37 % correspond à une solution de formol à 100 %.

5 Conservation des échantillons

5.1 Considérations générales

La manipulation des échantillons est spécifique selon les déterminations à réaliser. Elle est souvent requise pour fournir un matériau cohérent en vue des essais de toxicité et des expériences en laboratoire. L'homogénéisation, par mélange ou tamisage, la dilution pour l'obtention d'une concentration appropriée et l'ajout de conservateurs chimiques compliquent les interprétations des comparaisons *in situ*.

L'objectif de la conservation est de garder l'intégrité du matériau prélevé tel qu'il était sur site par rapport aux paramètres à analyser. Les éléments à doser peuvent se biodégrader, se volatiliser, s'oxyder, être réduits ou se dégrader par photolyse pendant le stockage. Par conséquent, il convient qu'une attention particulière soit apportée à ces processus et aux conditions de stockage nécessaires pour éviter toute altération.

Il est nécessaire de conserver les boues, les sédiments et les matières en suspension juste après le prélèvement de l'échantillon. Les modifications les plus critiques de l'échantillon ont lieu pendant les premières heures après l'échantillonnage. Par conséquent, dans la mesure du possible, il convient que l'étape de conservation débute immédiatement après le prélèvement des échantillons.

Le choix de la technique de conservation dépend principalement de l'objectif de l'échantillonnage et de l'analyse à réaliser. Il est important de comprendre les effets de la conservation et du stockage sur la qualité de l'échantillon et sur les résultats de l'analyse.

Aucune recommandation ne peut être fournie pour une méthode de conservation et de stockage universelle. Une méthode de conservation utilisée pour un groupe de paramètres peut interférer avec l'analyse d'autres groupes de paramètres. Pour surmonter ce problème, il convient de prélever un certain nombre de sous-échantillons; il convient de conserver chaque sous-échantillon à l'aide d'une méthode différente de manière à représenter toute la plage d'analyses requises.

5.2 Examen chimique

L'analyse chimique peut être réalisée pour déterminer la nature et la quantité des substances absorbées ou adsorbées par la boue, les sédiments et les matières en suspension.

La répartition des composants chimiques entre la phase solide et la phase liquide dépend de plusieurs facteurs, tels que la granulométrie, la quantité de matière organique, le pH, le potentiel redox et la salinité. L'étude de ces paramètres peut faire l'objet d'un échantillonnage. Par conséquent, il convient de prendre en considération les besoins de conservation pour les méthodes d'analyse à utiliser (voir Tableau 1). Les lignes directrices fournies dans la présente partie de l'ISO 5667 s'appliquent à la détermination de composants pour l'ensemble des phases séparées d'une boue ou d'un sédiment, sauf indication contraire.

La conservation des échantillons par congélation rapide peut provoquer la mobilisation des polluants par perturbations cellulaires, tandis que la non-stabilisation des échantillons peut permettre la transformation microbienne continue de paramètres critiques d'intérêt. Outre la biodégradation des éléments organiques, la volatilisation est le mécanisme principal de perte de composés volatils pendant la manipulation des échantillons. L'activité microbienne peut être responsable de modifications dans la teneur en nitrates, en nitrites et en ammoniac, de la diminution de la demande biochimique en oxygène ou de la réduction du sulfate en sulfure. Les échantillons anoxiques nécessitent des techniques de conservation appropriées telles que l'isolement de l'oxygène pendant la manipulation. Le séchage, la congélation et la lyophilisation des échantillons anoxiques altèrent les sites de liaison des métaux lourds, par exemple, et il est donc quasiment impossible de réaliser une différenciation plus poussée des formes de liaison.

5.3 Examen physique

Il convient de déterminer la structure et la texture, et pour les sédiments, la formation des strates.

NOTE Les modifications de la matrice du sédiment deviennent visibles lorsqu'un écoulement rapide de l'eau interstitielle se produit.

Il convient d'évaluer l'importance de l'intégrité des sédiments ou des boues pour les analyses, puisqu'elle peut avoir une influence sur les techniques de conservation et de manipulation. En général, il convient de minimiser toute perturbation des échantillons. Lorsque la structure physique du matériau échantillonné est importante pour le mesurage des paramètres (par exemple la résistance à la filtration), il convient que l'agitation et la vibration pendant le transport soient réduites au minimum. La congélation rapide des boues et des sédiments peut s'avérer utile. Dans certains cas, il convient d'éviter les techniques thermiques car elles modifient considérablement la structure des boues, altérant ainsi ses caractéristiques physiques (par exemple déshydratation, décantation ou fluidité).

Il convient de stocker et de conserver les échantillons conformément aux conditions données dans le Tableau 1.

5.4 Examen radiochimique

Certains sites de prélèvement peuvent avoir une activité radiochimique mesurable dans le sol ou dans l'air. Certains articles d'équipement domestique dans le laboratoire peuvent également contenir de la matière radioactive. Par conséquent, il convient d'éviter la contamination de l'échantillon par son environnement, en particulier si l'activité de l'échantillon semble être très faible.

Il convient de stocker et de conserver les échantillons conformément aux conditions données dans le Tableau 2.

5.5 Examen biologique

Les analyses biologiques incluent les examens toxicologiques, écotoxicologiques et écologiques. Les mêmes facteurs mentionnés que pour l'examen chimique (voir 5.2) peuvent altérer la biodisponibilité et la toxicité des composés.

L'évaluation de la contamination des boues par des essais biologiques en laboratoire requiert différentes techniques de conservation par rapport à l'analyse écologique et microbienne. Une analyse écologique implique généralement la classification des espèces et le dénombrement de la flore et/ou de la faune présentes sur et dans les boues ou les sédiments fixés.

L'activité microbienne peut également être utilisée pour la caractérisation des échantillons et peut uniquement être déterminée sans fixation.

Il convient de retirer tous les grands individus de la macrofaune des échantillons immédiatement après les prélèvements destinés aux examens chimique, physique, radiochimique et/ou biologique.

Il convient de stocker et de conserver les échantillons conformément aux conditions données dans les Tableaux 1 et 3.

6 Mesures de sécurité

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6259ba3e-0228-4f07-9680-831c91b4f1ed/iso-5667-15-2009>

6.1 Protection du personnel

Il convient de toujours respecter les mesures de sécurité et d'hygiène lors de l'échantillonnage de boues, de sédiments ou de matières en suspension potentiellement dangereux.

Il convient d'éviter toute exposition humaine à des organismes pathogènes ou à des contaminants à l'aide d'un équipement de protection approprié, tels que des masques de protection respiratoire, des lunettes de sécurité et des gants de protection. Les risques engendrés par les organismes pathogènes peuvent être très importants. Il convient que tout le personnel d'échantillonnage soit bien formé et soit vacciné.

La dégradation des boues produit du méthane qui présente un risque d'incendie ou d'explosion en présence d'une flamme. Il convient de bien envelopper les récipients de manière à réduire leur fragmentation en cas d'explosion.

Lorsque des échantillons de boues doivent être prélevés sur des sites présentant une aération limitée, il convient que le personnel respecte les mesures de sécurité en se protégeant du sulfure, du dioxyde de carbone et du méthane.

6.2 Protection de l'échantillon

Lors de l'échantillonnage, du transport et de la manipulation des boues, il convient d'empêcher la formation de pression gazeuse dans le récipient de l'échantillon. Si un stockage prolongé est requis, une dépressurisation manuelle pendant et après le transport peut être nécessaire.

Il convient que les échantillons prélevés pour l'analyse de composés organiques volatils ou sulfurés ne soient pas homogénéisés car un grand nombre de ces composés peuvent être perdus pendant la manipulation de l'échantillon.

7 Récipients

Il convient que les récipients pour échantillons soient fabriqués avec un matériau approprié afin de conserver les propriétés naturelles de l'échantillon et de la gamme de contaminants prévue. Les types de récipients adaptés à chaque élément à doser sont donnés dans les Tableaux 1, 2 et 3.

Lorsque les échantillons sont à congeler, il convient d'utiliser un matériau tel que le polyéthylène ou le polytétrafluoroéthylène (PTFE) pour minimiser tout risque de rupture.

Il convient de faire attention à l'aptitude du récipient au nettoyage/à la décontamination ou il convient de prendre les dispositions les plus appropriées. Les recommandations relatives à la préparation des récipients sont données dans l'Annexe A.

Le choix du récipient pour échantillon est d'une importance capitale et l'ISO 5667-1 fournit des lignes directrices à ce sujet.

Des lignes directrices sur la mesure de l'impact de la contamination du récipient sont fournies en 5.3 de l'ISO 5667-14:1998. Il convient que le niveau de l'analyte dans le blanc soit négligeable par rapport à celui qui est à mesurer dans l'échantillon.

NOTE Les contenances des récipients généralement utilisés sont de 500 g à 1 000 g.

8 Prélèvement de l'échantillon

Il convient de prélever des volumes d'échantillon suffisants pour permettre de:

- a) séparer les sous-échantillons à conserver pour chaque type d'analyse ou d'examen à réaliser;
- b) répéter l'analyse en vue de vérifier les éventuelles erreurs ou conformément aux exigences de contrôle qualité de routine **comme des analyses en double**;
- c) préparer des composés en fonction du temps; par exemple, une aliquote quotidienne de boues de stations d'épuration (conservée de manière appropriée) peut être gardée pour produire un composé destiné à une analyse mensuelle.

Dans le cas des échantillons de boues, il est recommandé de ne pas remplir le récipient à plus de 80 % de sa capacité, en particulier si une activité biologique est supposée, afin de réduire les risques de surpression et d'explosion.

Lorsqu'une analyse des composés volatils est requise, il convient de remplir complètement les récipients avec l'échantillon de sédiment provenant de la première benne, avant l'homogénéisation de l'échantillon. Il convient que les récipients ne présentent aucun reste d'espace de tête.

Lorsque la congélation de l'échantillon est nécessaire, il convient de laisser assez d'espace de tête pour la dilatation.

Lorsque les échantillons prélevés sont destinés à l'examen microscopique, par exemple des boues activées, il est recommandé de remplir le récipient à moins de 5 % de sa capacité pour assurer un approvisionnement en oxygène aux boues avant examen.

La température de l'échantillon, en particulier les échantillons de boues, peut avoir une influence sur les propriétés de l'échantillon. Par conséquent, il convient que la température initiale des échantillons de boues soit mesurée sur site et enregistrée.