



Méthode	Version	Date de validité
P-1	4	01/01/2019
Méthode concernant la constitution, le flaconnage, le transport et la conservation des échantillons		

Domaine d'application		
Matrice	Echantillons solides et liquides	
Référence normative	NBN EN ISO 5667-3	2018



1. Objet

Cette méthode concerne les bonnes pratiques pour la constitution, le flaconnage, le transport et la conservation des échantillons solides et liquides. En ce qui concerne leur prélèvement, il faut se référer aux procédures P-2 à P-26 en fonction de la matrice prélevée.

2. Procédure

2.1. Dispositions particulières pour le prélèvement d'échantillons solides

2.1.1. Constitution de l'échantillon

Échantillon élémentaire :

Les échantillons élémentaires sont établis à partir de matière provenant d'un seul point de prélèvement. Le point de prélèvement et, dans le cas des prélèvements de sol ou de sous-sol, la profondeur de l'échantillonnage sont consignés par le préleveur.

Dans le cas des investigations à finalité environnementale, les éléments grossiers sont soustraits à l'échantillon avant le remplissage du flacon.

Les flacons sont systématiquement remplis à ras-bord et la matière tassée en vue de laisser un minimum d'air dans le flacon. Une fois l'échantillon constitué, le flacon ne sera plus ouvert avant sa prise en charge par le laboratoire.

Le volume des échantillons élémentaires est de minimum 25 cm³ et répond aux exigences du laboratoire sur base du set de paramètres à analyser.

Le préleveur veillera systématiquement à utiliser les équipements de protection individuelle appropriés. Par ailleurs, les prélèvements sont effectués à l'aide de matériel propre et de gants de prélèvement jetables qui seront renouvelés préalablement à chaque prélèvement.

Échantillon composite :

Les échantillons composites sont établis à partir de matière provenant de plusieurs points de prélèvement. En d'autres termes, un échantillon composite est issu du mélange d'une série d'échantillons ponctuels prélevés conformément à une stratégie d'échantillonnage préétablie.

Les échantillons ponctuels utilisés pour constituer un échantillon composite ont tous un volume identique qui ne peut être inférieur à 10 cm³ et permettant, sur base de la stratégie d'échantillonnage, d'établir un échantillon composite d'un volume suffisant pour le set de paramètres à analyser sur base des exigences du laboratoire.

Les échantillons ponctuels peuvent être rassemblés au fur et à mesure des investigations ou conditionnés individuellement pour être rassemblés ultérieurement.



Si plusieurs échantillons composites sont utilisés pour investiguer un même lot, le préleveur peut au choix :

- soit constituer chaque échantillon composite individuellement une fois qu'un nombre d'échantillons ponctuels suffisant a été prélevé,
- soit rassembler l'ensemble des échantillons ponctuels prévus par la stratégie puis constituer les échantillons composites à partir de cet ensemble.

Le rassemblement des échantillons ponctuels est réalisé dans un contenant propre et neutre vis-à-vis des paramètres à analyser et d'un volume suffisant sur base du nombre d'échantillons élémentaires prévus par la stratégie. Une fois les échantillons élémentaires nécessaires rassemblés pour constituer l'échantillon composite, la matière est homogénéisée puis la taille de l'échantillon est réduite conformément aux recommandations du point 2.1.2.

Les flacons des échantillons composites sont systématiquement remplis à ras-bord et la matière tassée en vue de laisser un minimum d'air dans le flacon. Une fois l'échantillon constitué, le flacon ne sera plus ouvert avant sa prise en charge par le laboratoire.

Le préleveur veillera systématiquement à utiliser les équipements de protection individuelle appropriés. Par ailleurs, les prélèvements sont effectués à l'aide de matériel propre et de gants de prélèvement jetables qui seront renouvelés préalablement à la constitution de chaque échantillon composite.

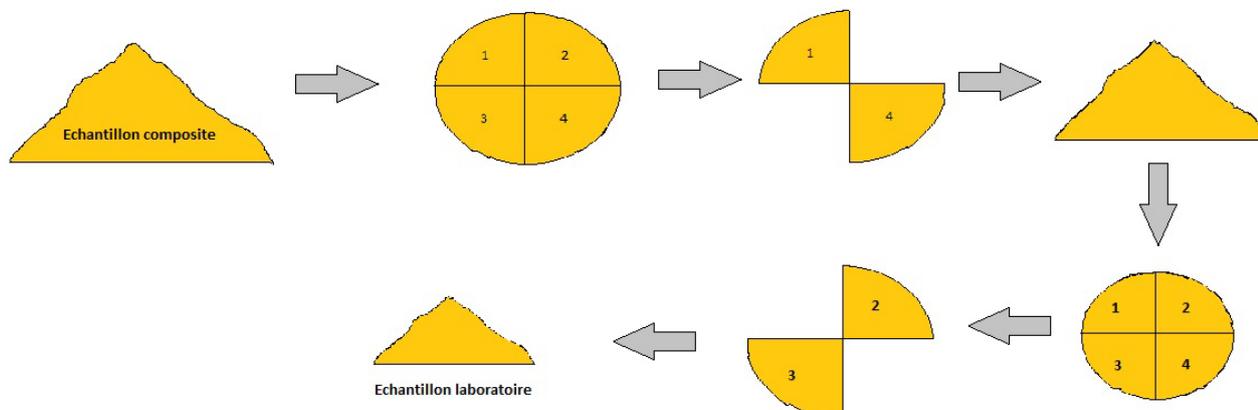
2.1.2. Réduction de la taille de l'échantillon

Lorsque la taille de l'échantillon composite constitué est plus importante que la quantité nécessaire pour la réalisation des analyses en laboratoire, il est conseillé de réduire sa taille en effectuant un sous-échantillonnage. Cette réduction peut être réalisée au choix au laboratoire ou sur le terrain. Pour des questions de transport et de stockage, il peut être préférable de la réaliser sur le terrain.

La taille finale de l'échantillon après réduction ne pourra être inférieure à la taille minimale d'un échantillon élémentaire.

2.1.2.1. Réduction d'un échantillon par quartage

L'échantillon global est placé sur une surface propre et neutre vis-à-vis des paramètres à analyser. Un cône régulier est constitué au moyen d'une pelle composée d'un matériau neutre également. Ce cône est retourné plusieurs fois jusqu'à homogénéisation du tas. Le nouveau cône ainsi constitué est divisé en quatre secteurs de volume identique. Les deux secteurs diamétralement opposés sont conservés et mélangés à nouveau pour reconstituer un cône régulier. On procède ainsi de suite jusqu'à obtenir le volume d'échantillon souhaité.



Si plusieurs échantillons sont nécessaires, les deux secteurs non retenus sont à nouveau mélangés et l'échantillon est réduit jusqu'à obtention de la masse nécessaire pour un deuxième échantillon. Il convient de répéter ce processus jusqu'à obtention du nombre d'échantillons requis.

2.1.2.2. Réduction d'un échantillon au moyen d'une échantillonneuse diviseuse

Une échantillonneuse diviseuse est constituée de deux bacs récoltants alimentés par des trémies croisées ; l'ouverture des trémies doit être supérieure à trois fois la taille particulière maximale. L'échantillon est passé sur les trémies de façon à obtenir deux échantillons d'un volume équivalent. Seul le produit d'un seul bac est conservé. Le procédé est répété jusqu'à obtention d'un échantillon de taille souhaitée. Cette méthode ne convient pas pour des matériaux humides.

Il est important de veiller à ce que ce type d'outillage soit propre préalablement à son utilisation.

2.2. Dénomination des échantillons

Le système de dénomination des échantillons est laissé à l'appréciation du producteur. Ce système doit permettre une identification univoque des échantillons et du point de prélèvement en coordination avec le laboratoire d'analyse.

2.3. Conditionnement et flaconnage

Les flacons utilisés sont clairement étiquetés et conformes aux exigences du laboratoire qui effectuera les analyses. Il est conseillé de conditionner certains flacons avec des réactifs stabilisants toujours en accord avec le laboratoire.

La définition des exigences en matière de flaconnage et de conditionnement se base sur les tableaux suivants.

2.3.1. Solides

Paramètres minéraux et assimilés

Groupe	Paramètres concernés	Flaconnage	Conditionnement	Remarques
Métaux S	As, Cd, Cr _{tot} , Cr ^{VI} , Cu, Hg, Ni, Pb, Zn, CN _{libre} , CN _{total}	PE - PP - Verre	-	-
Matière sèche	Matière sèche	PE - PP - Verre	-	-
Paramètres Amendements de sols agricoles	Paramètres amendants N-NO ₂ / N-NO ₃ / N _{tot} / NH ₄ OH / P ₂ O ₅ / MgO	Sachet ou seau en PEHD	-	-
Valeur neutralisante S	Valeur neutralisante	PE - Verre	-	-
Perte au feu S	Perte au feu à 550 °C	PE - Verre	-	-
Fluor S	Fluor total	PE - PP	-	-
Lixiviat S	Essai de lixiviation	Sachet ou seau en PEHD, PE ou PP - Verre	-	-
pH - conductivité	pH - conductivité	Sachet ou seau en PEHD, PE ou PP - Verre	-	-

Paramètres organiques

Groupe	Paramètres concernés	Flaconnage	Conditionnement	Remarques
Volatils S	Benzène, Toluène, Ethylbenzène, Xylènes, Styrène, Solvants chlorés, MTBE, Hydrocarbures C5- C11	Verre coloré	-	Flacon rempli au maximum ou flacon taré avec solvant
Phénol S	Phénol	Verre coloré	-	-
HAP S	Hydrocarbures aromatiques polycycliques	Verre coloré	-	-
C10-C40 S	Hydrocarbures pétroliers C10-C40	Verre coloré	-	-
Perte au feu S	Perte au feu à 550 °C	PE - Verre	-	-



Matière organique S	Carbone organique	PE – PP – Verre	-	-
PCB S	Polychlorobiphenyls	Verre	-	-
Pesticides S	Pesticides organochlorés	Verre	-	-

2.3.2. Sédiments

Le conditionnement des sédiments est réalisé dans des seaux en PE aussi bien pour les paramètres minéraux que les paramètres organiques. Les seaux sont munis d'un couvercle.

2.3.3. Eaux

Paramètres minéraux

Groupe	Paramètres concernés	Flaconnage	Conditionnement	Remarques
Anions E	Cl ⁻ , F ⁻ , NO ₃ ⁻ , SO ₄ ⁻²	PE – PP	-	-
Cyanures E	Cyanures libres, cyanures totaux	PE – PP	NaOH (pH > 12)	-
DBO	Demande biologique en oxygène	PE – PP	-	-
DCO	Demande chimique en oxygène	PE – PP	H ₂ SO ₄ (pH < 2)	-
MES	Matières en suspension	PE – PP – Verre	-	Ne pas remplir le flacon complètement pour homogénéiser
Métaux 1 E	As, Cd, Cr _{tot} , Cu, Ni, Pb, Zn	PE – PP	HNO ₃ (pH < 2)	-
Métaux 2 E	Cr VI	PE – PP	-	-
Métaux 3 E	Hg	Verre coloré	K ₂ Cr ₂ O ₇ /HNO ₃	AAS-Vapeur froide
Métaux 3 E	Hg	Verre coloré	Br ⁻ -BrO ₃ ⁻ /HCl	Fluorescence atomique-Vapeur froide
Nutriants	NO ₂ ⁻ , NH ₄ ⁺ , ortho-P, N _{Kjeldahl}	Verre coloré	CHCl ₃	-

Paramètres organiques

Groupe	Paramètres concernés	Flaconnage	Conditionnement	Remarques
Volatils E	Benzène, Toluène, Ethylbenzène, Xylènes, Styrène, Solvants chlorés	Verre avec septum	Hydrogénosulfate de sodium pentahydraté	-
Volatils E	MTBE, Hydrocarbures C5-C11	Verre avec septum	-	-
Phénol E	Phénol	Verre coloré	H ₃ PO ₄ (pH = 4)	-
HAP E	Hydrocarbures aromatiques polycycliques	Verre coloré	-	-
C10-C40 E	Hydrocarbures pétroliers C10-C40	Verre coloré	-	Laisser 50 ml libres pour incorporer le solvant ou rincer la bouteille au solvant.
PCB E	Polychlorobiphenyls	Verre coloré	-	-
Pesticides E	Pesticides organochlorés	Verre coloré	-	-

2.4. Remplissage, transport et conservation

Pour les eaux, les flacons non préconditionnés sont rincés avec l'eau du point de prélèvement avant le remplissage. En général, les flacons sont remplis à ras bord sauf contre-indication du laboratoire. Il faut veiller à ce qu'il n'y ait pas de bulle d'air dans le flacon.

Sur le terrain, les échantillons sont conservés au frais dans une enceinte réfrigérée entre 2 et 8 °C. Une glacière avec glaçons à -18 °C peut suffire moyennant le respect de quelques précautions (conserver à l'ombre, limiter le nombre d'ouvertures,...).

Pendant le transport et pendant le stockage transitaire éventuel, la température dans l'enceinte frigorifique est contrôlée en continu de manière à vérifier que les conditions de conservation sont respectées. Il en est de même pour les conditions de stockage au laboratoire avant et après analyses.

Les échantillons sont déposés au laboratoire dans des délais compatibles avec ceux exigés par les analyses.