

Note d'information - Mesures visant à diminuer les sources d'erreur lors du prélèvement et de l'analyse d'échantillons de matière solide contenant des HCC

L'investigation des sites pollués pour y rechercher des substances volatiles comme les hydrocarbures chlorés (HCC) présente de grandes difficultés. Les manipulations des échantillons lors du prélèvement, du transport, et de l'analyse peuvent occasionner des pertes de substance qui affecteront les résultats.

Lorsqu'on applique les aides techniques actuellement disponibles, on doit toujours s'attendre à ce que l'analyse de substances volatiles dans la matière solide soit affectée d'une incertitude relativement grande imputable au prélèvement des échantillons, à leur préparation et à l'inhomogénéité du matériel étudié.

Les opérateurs sur le terrain et en laboratoire peuvent contribuer à éviter les sources d'erreur éventuelles et à limiter les incertitudes en respectant certaines règles de base.

La présente note d'information expose les points critiques du prélèvement et de l'analyse et propose des mesures de nature à réduire les incertitudes. Elle a été rédigée par Bachema sur mandat de l'Office fédéral de l'environnement (OFEV).

Note élaborée sur mandat de l'Office fédéral de l'environnement (OFEV) par l'entreprise Bachema.

Conseiller / opérateur des prélèvements		
Actions	Points critiques / problèmes	Mesures
Prélèvement dans un forage ou un sondage par carottier battu	L'interface entre l'échantillon et la sonde ou le carottier peut être fortement échauffée par frottement mécanique lors du forage ou du battage.	Introduire uniquement le cœur du matériel foré dans le récipient destiné à l'échantillon et ne soumettre que celui-ci à l'analyse.
Prélèvement dans une tranchée ouverte à la pelle mécanique	L'échantillon doit être prélevé dans une paroi de la tranchée (et non pas dans le matériel excavé), en respectant les mesures de sécurité requises.	Autre solution : prélèvement dans le godet de la pelle mécanique, en évitant que l'échantillon ne reste longtemps en contact avec l'air ambiant. Ces techniques de prélèvement s'appliquent plutôt à l'échantillonnage d'un « hot spot » ; elles ne fournissent pas forcément des échantillons représentatifs d'une grande surface.
Quantité minimale prélevée	L'échantillon doit être représentatif du matériel à étudier. Il faut donc en prélever et en analyser une quantité suffisante. La quantité minimale à prélever par rapport à la taille maximale des composants est décrite dans l'aide à l'exécution de l'OFEV intitulée « Méthodes d'analyse dans le domaine des déchets et des sites pollués » ¹ . Cette exigence n'est généralement pas applicable en présence de substances volatiles, car l'échantillon	Autre solution pour diminuer la quantité prélevée : échantillonner la fraction fine. En estimant la part de la fraction grossière, il est possible de déterminer ensuite la teneur totale par extrapolation – lorsqu'il n'y a aucune indication de pollution de la fraction grossière

¹ Méthodes d'analyse dans le domaine des déchets et des sites pollués, OFEV, 2013

	sera homogénéisé (par traitement mécanique) puis ramené à la taille d'un échantillon partiel représentatif au laboratoire, ce qui peut provoquer une perte importante de substances volatiles.	
Assurance qualité lors de l'échantillonnage et du transport Protocole	Difficultés lors de l'interprétation ou de la vérification des valeurs mesurées.	<p>Toutes les observations faites lors du prélèvement (y compris la description de la matrice de l'échantillon, des conditions météorologiques, des particularités organoleptiques rencontrées, du récipient destiné à l'échantillon, etc.) sont importantes pour l'interprétation future des résultats.</p> <p>Le prélèvement de chaque échantillon doit être consigné en détail.</p> <p>De plus :</p> <ul style="list-style-type: none"> - établir des listes de contrôle ; - former / instruire les opérateurs des prélèvements ; - communiquer avec le laboratoire (p. ex. convenir de la livraison des échantillons) ; - choisir un laboratoire approprié, satisfaisant aux critères suivants : <ul style="list-style-type: none"> - le laboratoire est accrédité selon la norme SN EN ISO/IEC 17025, - la méthode d'analyse mise en œuvre est couverte par l'accréditation (on trouvera les entités accréditées avec le champ d'application de l'accréditation à l'adresse http://www.seco.admin.ch/sas/)
Prise en compte de la nature du sous-sol / différents types de matrice	Les matériaux à haute teneur en carbone organique (p. ex. contenant beaucoup d'humus) adsorbent (lient) mieux les substances organiques. Les matériaux à faible teneur en carbone organique (p. ex. gravier) adsorbent peu les substances organiques. Des pertes de substance risquent donc de se produire rapidement lors du prélèvement de matériaux graveleux.	Les échantillons doivent être introduits dans des récipients à verrouillage étanche aussitôt après leur prélèvement, puis ils seront entreposés au froid (4°C) jusqu'à l'analyse.
Échantillonnage dans la zone insaturée et dans la zone saturée	<p>Le sous-sol insaturé ou saturé est généralement un système à trois phases – matière solide, eau interstitielle et air interstitiel.</p> <p>Dans la zone insaturée, les polluants sont souvent répartis à l'équilibre entre ces trois phases. Dans la zone saturée, il est possible que l'équilibre ne soit pas (encore) établi, selon la dynamique locale.</p>	Lors de l'analyse en laboratoire, on détermine la quantité totale de la substance étudiée qui est présente dans l'échantillon, puis on estime sa teneur dans la fraction solide, rapportée au poids sec de l'échantillon. On ne distingue pas si la substance étudiée est liée à la matière solide (adsorbée) ou dissoute dans l'eau interstitielle.

<p>Éviter les pertes de substance lors du transport</p>	<p>L'échantillon ne doit pas être altéré entre le prélèvement et l'analyse en laboratoire. Il faut en particulier veiller à ce qu'il n'y ait aucune perte de substance volatile par dégazage.</p>	<p>Les mesures suivantes seront prises pour éviter ou pour limiter au maximum le dégazage :</p> <ul style="list-style-type: none"> - introduire l'échantillon dans un récipient à verrouillage étanche (généralement en verre) ; - éviter autant que possible la présence d'air ambiant ; remplir le récipient à ras bord ; - refroidir immédiatement l'échantillon à une température de 4° C ; - veiller à ce que la chaîne du froid soit ininterrompue du prélèvement à la livraison au laboratoire ; - transporter le plus vite possible l'échantillon refroidi au laboratoire. <p>Autre solution :</p> <ul style="list-style-type: none"> - recouvrir l'échantillon d'une couche de solvant organique (généralement du méthanol) aussitôt après le prélèvement ; - transporter le mélange refroidi échantillon/solvant au laboratoire. <p>Il est important que celui qui étudie le site pollué et celui qui procède au prélèvement collaborent étroitement (surtout lorsque l'échantillon est recouvert de solvant sur site).</p>
--	---	--

Au laboratoire

Actions	Points critiques / problèmes	Mesures
<p>Préparation des échantillons</p>	<p>La préparation des échantillons (pour obtenir des échantillons de laboratoire homogènes et représentatifs) est affectée d'une incertitude relativement grande.</p> <p>Préparation des échantillons : les échantillons sont difficiles à homogénéiser, car leur traitement mécanique peut occasionner des pertes de substance d'ampleur inconnue.</p>	<p>Homogénéiser les échantillons à la main au laboratoire, à la température la plus basse possible sans les congeler.</p> <p>Il est possible, au laboratoire, de séparer les éventuels matériaux grossiers de la fraction fine, de les concasser sommairement, puis de les remélanger à la fraction fine.</p> <p>Ne pas broyer finement les échantillons au laboratoire ! La quantité soumise à l'analyse doit être la plus grande possible. On peut ainsi appréhender une part représentative du matériel échantillonné.</p> <p>En admettant que les polluants sont adsorbés à la surface de la matrice, on peut n'échantillonner et analyser que la fraction fine. Puis on estime les teneurs en polluants dans l'ensemble de la matrice après avoir établi la distribution granulométrique (voir ci-dessus « Quantité minimale prélevée »).</p>

<p>Validation de la méthode d'analyse</p>	<p>Les polluants doivent être identifiés et quantifiés sans ambiguïté au moyen d'une méthode d'analyse appropriée.</p> <p>Chaque méthode d'analyse doit être validée. Les données relatives à la validation indiquent si la méthode en question est appropriée pour étudier la question posée.</p> <p>Mais les substances volatiles posent les problèmes suivants :</p> <ul style="list-style-type: none"> - difficulté de valider l'ensemble du procédé (y compris la préparation et l'extraction), car il n'existe aucun matériel de référence (la méthode d'analyse peut être vérifiée avec des échantillons aqueux ; l'ensemble du procédé, y compris la préparation des échantillons, se base sur ces analyses) ; - il existe peu d'essais interlaboratoires ; - il y a peu de possibilités de comparaison avec d'autres laboratoires, car il n'existe aucun échantillon de référence homogène. <p>Conclusion : l'analyse en laboratoire est affectée d'une incertitude relativement grande, car une bonne partie du procédé (l'homogénéisation) est étroitement liée à la nature des échantillons et ne peut donc pas être suffisamment validée.</p>	<p>Les analyses en laboratoire se conformeront à l'aide à l'exécution de l'OFEV intitulée « Méthodes d'analyse dans le domaine des déchets et des sites pollués »¹ pour garantir l'obtention de résultats représentatifs, reproductibles et comparables.</p> <p>Le laboratoire mandaté doit être accrédité selon la norme SN EN ISO/IEC 17025 et la méthode d'analyse appliquée doit entrer dans le champ d'application de l'accréditation.</p>
<p>Assurance qualité dans les tâches de routine</p>	<p>Il faut s'assurer que la méthode d'analyse mise en œuvre satisfasse à tous les critères de validation au moment des mesures et qu'elle soit adaptée à l'échantillon étudié.</p>	<p>Les procédures appliquées dans le laboratoire doivent être vérifiées régulièrement. Des échantillons de contrôle, des échantillons de référence et des échantillons à blanc seront également analysés.</p>