

PROTOCOLE D'EXPERTISE DU DISPOSITIF D'AUTOSURVEILLANCE DES STATIONS DE TRAITEMENT DES EAUX USÉES DES COLLECTIVITÉS DU BASSIN RHIN-MEUSE



Version du

08 décembre 2014

Applicable au

1^{er} janvier 2015

TABLE DES MATIERES

1.	PRÉAMBULE	3
2.	POINTS A EXPERTISER	3
3.	METHODE DE COMPARAISON	4
4.	EXPERTISE DE LA DEBITMETRIE	4
4.1	EXPERTISE DU DISPOSITIF DE MESURE	<u>54</u>
4.2	CONTROLE PAR MESURES COMPARATIVES	5
4.3	VALIDATION ANNUELLE DE LA DEBITMETRIE	5
5.	EXPERTISE DES DISPOSITIFS DE PRELEVEMENT DES ECHANTILLONS	5
5.1	EXPERTISE DU DISPOSITIF DE PRELEVEMENT	5
5.2	VALIDATION ANNUELLE DU PRELEVEMENT	6
6.	EXPERTISE DU TRAITEMENT DES ECHANTILLONS	6
7.	EXPERTISE DES ANALYSES	6
7.1	VALIDATION DE FAIT DE CERTAINES ANALYSES	7
7.2	CONTROLE PAR ANALYSES COMPARATIVES.....	7
7.3	VALIDATION ANNUELLE DES ANALYSES	8
8.	VALIDATION GLOBALE ANNUELLE DE L'AUTOSURVEILLANCE	8
9.	ANNEXES	9

1. Préambule

En application de l'arrêté interministériel du 22 juin 2007 (ou de tout arrêté s'y substituant) relatif à la collecte, au transport, au traitement des eaux usées des agglomérations d'assainissement ainsi qu'à la surveillance de leur fonctionnement et de leur efficacité et aux dispositifs d'assainissement non collectif, recevant une charge brute de pollution organique supérieure à 1,2 kg/j de DBO5, dans leur périmètre d'intervention, les Agences de l'eau s'assurent par une expertise technique régulière :

- de la présence des dispositifs de mesure de débits et de prélèvement, de leur bon fonctionnement ainsi que des conditions d'exploitation de ces dispositifs ;
- des conditions de transport et de stockage des échantillons prélevés ;
- de la réalisation des analyses des paramètres fixés par la réglementation nationale, ou le cas échéant, par ceux fixés par le préfet.

En raison des missions propres des Agences de l'eau et notamment l'allocation d'aides, de primes de résultat et la connaissance des performances épuratoires des stations de traitement des eaux usées (STEU) et de leurs rejets, il importe qu'elles puissent s'assurer du bon fonctionnement et de la fiabilité des dispositifs de l'autosurveillance qui génèrent les données de fonctionnement des STEU.

Les Agences de l'eau réalisent donc cette expertise technique du dispositif d'autosurveillance pour le compte des services de police de l'eau, mais également pour leurs propres besoins.

L'expertise des données d'autosurveillance passe par deux étapes distinctes :

- Le contrôle de terrain du dispositif d'autosurveillance et de son fonctionnement, qui est effectué en collaboration avec les services de police de l'eau, par un organisme mandaté par l'Agence de l'eau dans le cadre du marché d'Audit Technique des installations d'épuration des Collectivités (ATC). Ce contrôle de terrain permet à l'Agence de l'eau de valider ou non les dispositifs d'autosurveillance ;
- Le contrôle de la "crédibilité" générale des données transmises, qui est effectuée par l'Agence de l'eau (exemple : test DCO > DBO5).

Afin de disposer d'une seule définition de l'expertise et de tests de contrôle communs pour se prononcer de manière équivalente, un protocole d'expertise de l'autosurveillance couvrant la première de ces étapes a été mis en place sur l'ensemble du bassin Rhin-Meuse depuis 2007.

Il revient à l'Agence de l'eau d'assurer l'expertise techniques des données et de les valider pour le compte des Services de Police de l'eau. Cette validation se fait pour chaque paramètre expertisé, à chaque point de mesure concerné. Les conséquences financières sur la prime de résultats en assainissement collectif d'une non-validation d'un point de mesure ou d'un paramètre analytique ne font pas l'objet de ce guide.

L'application de ce protocole a fait l'objet d'une évaluation qui a conduit à proposer certains ajustements dans le présent document. **Ces nouvelles dispositions sont applicables à compter du 1^{er} janvier 2015.**

Le rapport d'audit de l'organisme de contrôle fait foi.

2. Points à expertiser

L'expertise de l'autosurveillance porte sur les points suivants :

- Entrée des eaux usées dans la STEU (point SANDRE¹ : A3),
- Sortie des eaux traitées de la STEU (point SANDRE : A4),

¹ Le Service d'Administration Nationale des Données et Référentiels sur l'Eau (SANDRE) établit et met à disposition le référentiel des données sur l'eau du système d'information sur l'eau.

- Déversoir en tête de STEU² (point SANDRE : A2),
- By-pass éventuels en cours de traitement (point SANDRE : A5).

Pour chacun de ces points, l'expertise de l'autosurveillance consiste à vérifier l'équipement du point selon la réglementation en vigueur, à s'assurer de la conformité structurelle de ces équipements, ainsi que de leur bonne marche et de leur entretien régulier.

En entrée et sortie de la STEU, l'expertise de l'autosurveillance porte sur les dispositifs de mesure de débit et de prélèvement d'échantillon, et sur le bon traitement des échantillons et des analyses.

Le déversoir en tête de station et les éventuels by-pass en cours de traitement sont des ouvrages à fonctionnement intermittent. L'expertise de l'autosurveillance pour ces points se limite donc à la vérification de l'existence d'ouvrages et équipements permettant l'autosurveillance, au contrôle de leur structure ainsi que de leur entretien.

La vérification du déversoir en tête de STEU de capacité inférieure à 2 000 Equivalents-Habitants (EH), consiste uniquement à s'assurer que le réglage de ce déversoir n'induit pas de déversement d'eaux usées pour un débit inférieur ou égal au débit de référence de l'ouvrage.

Pour les STEU de capacité supérieure ou égale à 2 000 EH, les by-pass en cours de traitement doivent être aménagés de manière à pouvoir faire l'objet de mesures de débit et de prélèvements.

Concernant le déversoir en tête de STEU, les volumes déversés doivent être mesurés en continu et les charges rejetées doivent être mesurées (ou estimées à partir de la concentration des effluents en entrée de station) pour l'ensemble des paramètres requis par l'autosurveillance.

3. Méthode de comparaison

Lorsque des comparatifs doivent être effectués (débits, analyses), le calcul des écarts est réalisé selon la formule suivante où A est la mesure produite par l'exploitant de la STEU et B la mesure produite par l'organisme de contrôle.

L'écart E, exprimé en %, est le résultat de la formule :

$$E(\%) = \frac{A - B}{B} \times 100$$

4. Expertise de la débitmétrie

L'expertise de la débitmétrie consiste à apprécier la conformité physique du dispositif de mesure et la pertinence des mesures effectuées par des mesures comparatives.

Elle porte sur l'ensemble des débitmètres présents sur la STEU, à savoir ceux qui comptabilisent les débits en entrée et en sortie, mais aussi ceux installés sur le déversoir en tête et sur les éventuels by-pass en cours de traitement, selon la réglementation en vigueur. Chacun constitue un point soumis à expertise.

À chaque bilan, des mesures comparatives sont réalisées et le dispositif de mesure est vérifié pour relever les éventuelles modifications.

Dans le cas des ouvrages ne fonctionnant pas en continu, seule est réalisée l'expertise de la structure et de l'entretien des dispositifs. Les mesures comparatives qui ne peuvent être effectuées sont remplacées par la simulation d'une hauteur d'eau à l'aide d'un dispositif provisoire (cible, etc.) dans le cas des dispositifs hauteur-vitesse.

Le contrôle du dispositif de mesure est fait annuellement sur la base notamment des normes ISO 6817 (1995), ISO 4359 (1986), ISO 4360 (2008), ISO 3846 (2008) et de l'étude inter-agences n°50 (*guide de l'autosurveillance des systèmes d'assainissement*).

² Il s'agit du dernier déversoir avant la STEU collectant l'intégralité des effluents à traiter. Il ne se situe pas toujours sur le site de la STEU.

4.1 Expertise du dispositif de mesure

Différents points sont contrôlés, sur la base des fiches jointes en Annexe 1 et Annexe 2, à compléter par l'organisme de contrôle.

Dans le cas d'une mesure de débit par canal ouvert (Annexe 1), six conditions sont jugées indispensables pour valider la structure, à savoir :

- Le bon état du canal de mesure, correctement posé, notamment avec un fond plat et calé à l'horizontal ;
- Le constat d'une absence de fuite et de l'impossibilité de débordement ;
- Le bon dimensionnement de l'équipement permettant une hauteur d'eau moyenne en phase d'écoulement conforme à la norme de la structure de mesure ;
- Le bon fonctionnement hydraulique amont et aval ;
- La conformité de la loi hydraulique utilisée pour le capteur (transformation hauteur-débit) ;
- Des données remontées à la supervision cohérentes avec la mesure de débit.

Si l'un de ces critères n'est pas respecté, le débit sur le point donné est jugé non-conforme, remettant ainsi en cause toute l'autosurveillance effectuée sur ce point.

Concernant les mesures de débit sur conduites en charge (Annexe 2), aucun critère n'a été retenu pour juger non-conforme la structure, la comparaison avec d'autres résultats des mesures ou la réalisation de mesures comparatives permettant de juger de la conformité.

4.2 Contrôle par mesures comparatives

L'organisme de contrôle effectue une mesure de débit pendant 24h, lorsque la configuration du site le permet, et compare ses résultats avec ceux de l'exploitant de la STEU.

La mesure de débit est validée lorsque l'écart mesuré est inférieur ou égal à 10 %.

La mesure comparative est réalisée uniquement en entrée et sortie de STEU.

4.3 Validation annuelle de la débitmétrie

Pour que la mesure de débit soit validée par l'Agence de l'eau pour le point considéré sur l'année et que les données de l'exploitant soient retenues par l'Agence de l'eau, il faut remplir impérativement les 2 conditions suivantes :

- le dispositif de mesure de débit est validé (pour les STEU de capacité inférieure à 2 000 EH, des dérogations peuvent exister permettant la mesure du débit uniquement en entrée ou en sortie),
- au moins 2 des 3 mesures comparatives réalisées au plus sur 2 années consécutives sont validées. S'il y a moins de 3 visites au cours de l'année N, l'Agence de l'eau peut utiliser les résultats de la dernière visite de l'année N-1 et/ou de la première de l'année N+1.

5. Expertise des dispositifs de prélèvement des échantillons

L'ensemble des dispositifs de prélèvement équipant une STEU sont expertisés.

Le contrôle du dispositif est effectué annuellement, sur la base notamment des normes ISO 5667-2, 5667-3 et 5667-10 et de l'étude inter-agences n°50 (*guide de l'autosurveillance des systèmes d'assainissement*). Il est vérifié également à chaque bilan, pour relever les éventuelles modifications.

5.1 Expertise du dispositif de prélèvement

Différents points seront vérifiés, sur la base des fiches jointes en Annexe 3.

La validation de la structure se réfère aux huit critères suivants :

- La propreté et l'entretien du dispositif ;
- L'asservissement de l'échantillonneur au débit ;

- Le diamètre intérieur du tuyau de prélèvement supérieur à 9 mm ;
- La vitesse d'aspiration supérieure à 0,5 m/s ;
- Le volume unitaire de prélèvement supérieur à 50 mL ;
- Le nombre de prélèvements par 24 heures supérieur ou égal à 144 ;
- Le preleveur n'a pas débordé avant la fin de la mesure ;
- Le preleveur ne s'est pas arrêté avant la fin de la mesure à cause d'un mauvais paramétrage de celui-ci.

Le dispositif de prélèvement est validé si au moins 5 de ces critères sont conformes.

5.2 Validation annuelle du prélèvement

Pour que les prélèvements soient validés sur l'année par l'Agence de l'eau, il faut que le dispositif de prélèvement soit validé pour au moins 2 visites sur 3 réalisées au plus sur 2 années consécutives. S'il y a moins de 3 visites au cours de l'année N, l'Agence de l'eau peut ainsi utiliser les résultats de la dernière visite de l'année N-1 et/ou de la première de l'année N+1.

6. Expertise du traitement des échantillons

L'échantillonnage, la conservation, la manipulation, le transport et le stockage des échantillons prélevés doit-être conforme à la norme NF EN ISO 5667-3. Les différents points de contrôles sont détaillés en annexe 4.

Les points suivants doivent notamment être si possible vérifiés :

- Le fractionnement éventuel des échantillons doit-être correctement effectué par l'exploitant de la STEU et permettre la constitution d'échantillons homogènes. Le partage des échantillons doit-être réalisé immédiatement après le mélange dont la durée doit-être suffisante et les échantillons fractionnés doivent avoir un aspect identique ;
- Le conditionnement et le mode de conservation des échantillons doivent-être adaptés aux analyses réalisées par la suite (cf. Annexe 5) ;
- Les conditions de transport doivent permettre l'acheminement des échantillons au laboratoire en moins de 24 h après la fin du prélèvement dans une enceinte à $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$;
- Le délai entre la fin du prélèvement et le début des analyses ne doit pas excéder 24 heures sans conditionnement préalable conforme à la norme du paramètre considéré.

Si les conditions de traitement des échantillons décrites ci-dessus ne sont pas satisfaites, les analyses réalisées dans un laboratoire accrédité ne pourront être validées de fait et le comparatif analytique devra-être effectué.

7. Expertise des analyses

L'expertise des analyses est effectuée par comparaison des résultats des analyses réalisées par le laboratoire habituellement en charge de l'autosurveillance³ sur les échantillons prélevés par l'exploitant de la STEU et des résultats des analyses réalisées par l'organisme de contrôle sur ce même échantillon.

Cette expertise porte sur les paramètres pour lesquels la réglementation impose une surveillance pour la station expertisée.

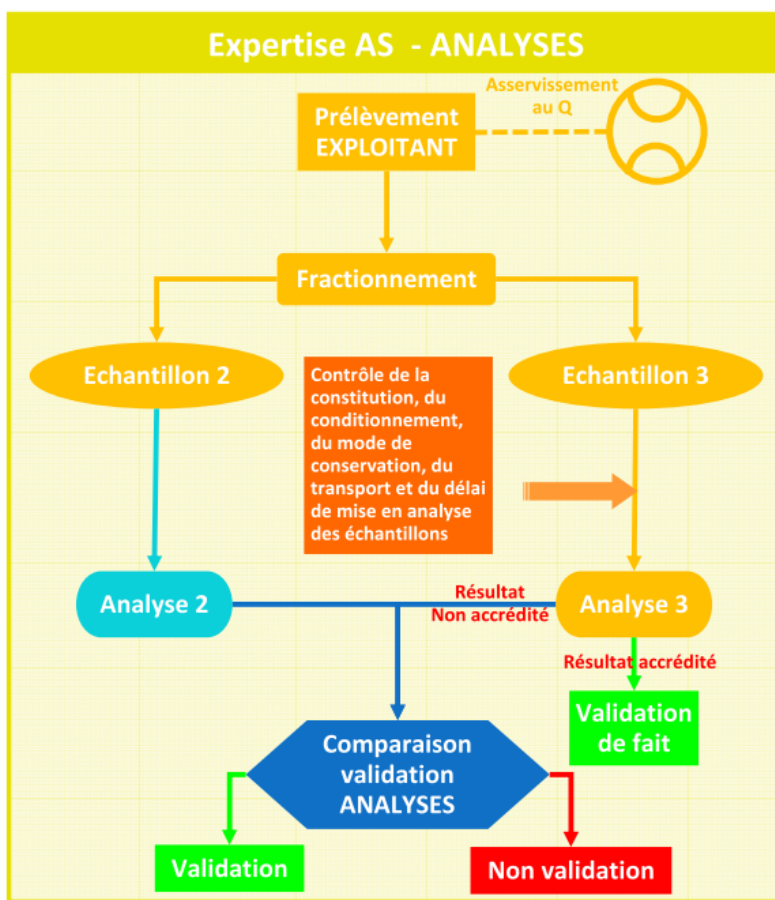
L'échantillon prélevé par l'exploitant est fractionné par ses soins pour constituer deux échantillons identiques.

Pour être validées, les analyses de l'exploitant doivent-être réalisées selon des méthodes d'analyses normalisées.

³ Ce laboratoire doit être déclaré dans le manuel d'autosurveillance de la STEU.

Si le laboratoire habituellement en charge de l'autosurveillance est le même que celui qui assure les analyses au titre de l'expertise, l'échantillon prélevé en sortie de STEU ne fait pas l'objet d'une analyse comparative.

Le schéma ci-dessous illustre la procédure de validation :



LEGENDE



7.1 Validation de fait de certaines analyses

Lorsque les analyses sont effectuées par un laboratoire agréé par le Ministère chargé de l'environnement ou accrédité COFRAC (ou équivalent) pour les paramètres analytiques audités, et que le traitement des échantillons respecte les conditions citées au paragraphe 6, celles-ci sont validées de fait, quels que soient les écarts constatés.

7.2 Contrôle par analyses comparatives

Dans les autres cas, les résultats des analyses effectuées pour le compte de l'exploitant et par l'organisme mandaté par l'Agence de l'eau sont comparés.

La comparaison portera sur les échantillons prélevés en entrée et en sortie de STEU respectivement sur les paramètres suivants :

- Entrée : DBO5, DCO, MES, NH₄, NK et Pt
- Sortie : DBO5, DCO, MES, NH₄, NK, NO₂⁻, NO₃⁻ et Pt.

L'exploitant envoie ses résultats d'analyses à l'organisme de contrôle dans les 4 semaines qui suivent la visite. L'organisme de contrôle calculera les écarts avec les résultats de sa propre analyse.

Pour chaque paramètre, un seuil de validation a été défini, exprimé en pourcentage d'écart. L'analyse est validée lorsque cet écart est inférieur ou égal à ce seuil.

Une notion importante est celle du seuil de comparaison (l'écart n'est pas pris en compte si les valeurs trouvées par l'exploitant et par l'organisme de contrôle se situent toutes les deux en dessous de cette concentration). La mise en place de ce seuil limite les risques de non-validation pour les faibles valeurs,

où les pourcentages d'écart peuvent être élevés alors que l'écart de concentration n'est que de quelques mg/L.

La non-validation peut concerner un seul paramètre, sans pour autant remettre en cause la totalité de l'autosurveillance.

Le tableau ci-dessous fixe pour chaque paramètre les seuils de comparaison et les écarts retenus pour la validation **en entrée et sortie de station** :

Paramètre	Seuils de comparaison	Validation
DBO5	15 mg/L	≤ 25 %
DCO	80 mg/L	≤ 20 %
MES	30 mg/L	≤ 20 %
NH ₄	6 mgN/L	≤ 10 %
NK	6 mgN/L	≤ 10 %
Pt	1 mg/L	≤ 20 %
NO ₃ ⁻	5 mg/L	≤ 20 %
NO ₂ ⁻	1 mg/L	≤ 150 %

L'absence de transmission ou de réalisation d'analyses comparatives lors du bilan d'expertise conduit à la non-validation des analyses pour le bilan considéré, même si le laboratoire est agréé ou accrédité. Cette non-validation peut concerner un ou plusieurs paramètres.

En cas d'événement exceptionnel rendant impossible la transmission de ces résultats et sous réserve d'explication convaincante de l'exploitant auprès de l'organisme de contrôle et de l'Agence de l'eau, les analyses du bilan concerné ne seront pas prises en compte lors de la validation annuelle.

7.3 Validation annuelle des analyses

Pour que les résultats d'analyse d'un paramètre soient validés sur l'année par l'Agence de l'eau, il faut qu'au moins 2 analyses comparatives sur 3 réalisées pour ce paramètre au plus sur 2 années consécutives soient validées. S'il y a moins de 3 analyses au cours de l'année N, l'Agence de l'eau peut ainsi utiliser les résultats de la dernière visite de l'année N-1 et/ou de la première de l'année N+1.

Les valeurs trouvées par l'exploitant et par l'organisme de contrôle qui se situent toutes les deux en dessous du seuil de comparaison ne sont pas prises en compte.

8. Validation globale annuelle de l'autosurveillance

La validation de l'autosurveillance est du ressort de l'Agence de l'eau, sur la base de l'ensemble des visites avec expertise de l'autosurveillance commandées par l'Agence de l'eau au cours de l'année de référence.

Si moins de 3 visites ont été réalisées au cours de l'année N, l'Agence de l'eau peut utiliser les résultats de la dernière visite de l'année N-1 et/ou de la première de l'année N+1.

La validation de l'autosurveillance s'entend d'une part point par point (débitmètre en entrée et sortie, déversoir tête de STEU, prélèvement en entrée et sortie, analyses, etc.) et d'autre part globalement.

L'autosurveillance sera invalidée globalement :

- Si au moins un dispositif de mesure du débit (en entrée, en sortie de STEU) n'est pas validé sur l'année (sauf s'il existe une dérogation formalisée des services de police de l'eau autorisant la mesure de débit uniquement en entrée ou en sortie de STEU, pour les ouvrages construits avant 2007 de capacité inférieure à 2 000 EH),
- Si au moins un dispositif de prélèvement, en entrée ou en sortie de STEU, n'est pas validé sur l'année.

Par contre, la non-validation de l'autosurveillance peut ne concerner qu'un seul paramètre dans le cadre des analyses, de la mesure de débit en tête de STEU ou sur les by-pass en cours de traitement.

9. Annexes

Annexe 1 : Validation de la structure de mesure de débit en conduite ouverte

Annexe 2 : Validation de la structure de mesure de débit en conduite en charge

Annexe 3 : Validation de la structure de prélèvement d'échantillon

Annexe 4 : Validation du traitement des échantillons

Annexe 5 : Détail de la norme 5667-3 sur les modes de conservation des échantillons

Annexe 6 : Synoptique de l'expertise de l'autosurveillance

Annexe 1 : Validation de la structure de mesure de débit en conduite ouverte

Emplacement de la mesure de débit	
Matériel station : Type de débitmètre	

Examen du canal d'approche		CONSTAT		REMARQUES
		Conforme	Non conforme	
Contrôle annuel	Cotes du canal d'approche suffisantes pour permettre un écoulement laminaire			
	Liaison du canal d'approche avec le dispositif de mesure (surtout pour les venturis)			
	Section constante et rectiligne sur 5 à 10 fois la largeur du canal de mesure			
	<u>Défauts éventuels</u> : parois ou fond du canal déformées ou cassées, planéité et horizontalité du canal d'approche non respectées			
Contrôle par bilan	<u>Défauts éventuels</u> : encrassement des parois ou du fond du canal d'approche			
Examen du canal de mesure		CONSTAT		REMARQUES
		Conforme	Non conforme	
Contrôle annuel	Cotes du dispositif de mesure conformes par rapport à la notice du matériel utilisé ou préconisations			
	<u>Défauts éventuels</u> : parois ou fond du canal déformées ou cassées, défaut important de planéité ou d'horizontalité, non conformité par rapport à la notice du constructeur			
	<u>Défauts éventuels</u> : fuites sur le canal, le déversoir ou débordement possible dans le cas des structures sous dimensionnées			
	<u>Défauts éventuels</u> : noyage de la pelle pour les déversoirs triangulaires et rectangulaires, mauvais fonctionnement hydraulique amont et aval			
Contrôle par bilan	<u>Défauts éventuels</u> : parois ou fond du canal encrassés			
	<u>Défauts éventuels</u> : Fuite ou débordement constaté			
	<u>Défauts éventuels</u> : Hauteur d'eau moyenne en phase d'écoulement conforme à la norme de la structure de mesure du débit (Seuil Jaugeur : 3 cm, déversoir : 5 cm, canal Venturi : 6 cm)			
	<u>Défauts éventuels</u> : noyage de la pelle pour les déversoirs triangulaires et rectangulaires, mauvais fonctionnement hydraulique amont et aval			

Examen du(des) capteur(s)		CONSTAT		REMARQUES
		Oui	Non conforme	
Contrôle annuel	Implantation du capteur de mesure de hauteur d'eau par rapport à la structure en place et à la conduite, positionnement (fixation, rigidité du support)			
	Contrôle régulier de la hauteur d'eau (1 fois par mois)			Fréquence :
	Transmission vers la supervision, concordance entre le débit mesuré, le débit transmis à l'automate et le débit remontée à la supervision sur 24 heures			
	Date d'étalonnage de l'appareil			
Contôle par bilan	Loi hydraulique utilisée			
	Encrassement éventuel du capteur			
	Dispositif propre et entretenu			
	Une non conformité constatée sur l'un des critères grisé invalide la structure de mesure de débit			

Annexe 2 : Validation de la structure de mesure de débit en conduite en charge

Emplacement de la mesure de débit	
Matériel station : Type d'appareil	

EXAMEN		CONSTAT		REMARQUES
		Oui	Non	
Contrôle Annuel	Implantation du capteur par rapport à la conduite (section droite, absence d'obstacles, de piquage...)			
	Installation sur conduite verticale, effluent ascendant			
	Existence d'un contrôle périodique par le fournisseur ou le constructeur			
	Existence ou non d'un canal de mesure parallèle			
	Date du dernier étalonnage sur banc (recommandé tous les 5 ans) NB : demander la production des certificats d'étalonnage correspondants			Incertitude avant ajustage : %
			Incertitude après ajustage : %	

Annexe 3 : Validation de la structure de prélèvement d'échantillon

Lieu exact de prélèvement	
Type d'appareil	
Réfrigéré ou non ?	

EXAMEN		CONSTAT		REMARQUE
		Oui	Non	
Contrôle annuel	Implantation conforme du préleveur (ligne droite, vitesse d'écoulement, pas de retours en tête...), milieu homogène et brassé			
	Positionnement point conforme : hauteur d'immersion dans le canal (40-60 % de la colonne d'eau), distance par rapport aux parois			
	Présence d'une crépine d'aspiration :			
	Si oui, nettoyage régulier de la crépine			
	Asservissement au débit correspondant			Si non, type d'asservissement :
	Le paramétrage des préleveurs est adapté aux conditions du jour de la visite			
	<u>Défauts éventuels</u> : courbures, goulot d'étranglement			
	Hauteur d'aspiration (m) :			
	Longueur tuyaux d'aspiration conforme (< hauteur d'aspiration + 2 m) :			
	Diamètre intérieur du tuyau (> 9 mm) :			Diamètre =
	Purge avant prélèvement :			
	Vitesse d'aspiration (> 0,5 m/s) :			Vitesse mesurée :
	Volume du bol d'aspiration (entre 300 et 500 ml) :			
	Volume du flacon :			
	Nombre de flacons			
	Nature du flacon (description)			
Le flacon permet-il un bon brassage et une bonne répartition de l'échantillon ?				
Maintenance préventive réalisée ou contrôles périodiques :				
Contrôle par bilan	Arrêt du préleveur avant la fin de la mesure			
	débordement du préleveur avant la fin de la mesure			
	Arrêt du préleveur avant la fin de la mesure lié à un mauvais paramétrage du préleveur			
	Le préleveur est entretenu et propre			
	Volume unitaire de prélèvement (> 50 ml) :			
	Nombre de prélèvements sur 24 h supérieur à 144			

	Volume de prélèvement par jour (> 7 litres) :			Volume prélevé =
	Répétabilité du volume de prélèvement (< 5 %) :			
	Défauts éventuels : Encrassement canal au niveau du point de prélèvement			
	Propreté de l'appareil, du tuyau et du bol :			
	Encrassement de la crépine, le cas échéant			
	Brassage et répartition de l'échantillon effectués selon la norme			
	Ustensiles adéquats sur site pour prélever une fraction représentative de l'échantillon			
	Température à l'intérieur de l'enceinte du préleveur est de $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$.			
	Si sur les 8 critères grisés principaux, au moins 4 sont non conformes, le prélèvement est considéré comme non valide			

Annexe 4 : Validation du traitement des échantillons

EXAMEN		CONSTAT		REMARQUES
		Oui	Non	
Contrôle par Bilan	Le fractionnement des échantillons est-il correctement effectué.			
	Les échantillons fractionnés ne présentent pas de différences flagrantes d'aspect (couleur...).			
	Le conditionnement et le mode de conservation des échantillons est adapté aux analyses réalisées par la suite (détail en annexe 5).			
	Les échantillons sont acheminés au laboratoire en moins de 24h et conservé dans une enceinte à 5°C ± 3°C.			
	le délai entre la fin du prélèvement et le début des analyses ne doit pas excéder 24 heures sans conditionnement préalable conforme à la norme du paramètre considéré			

Pour être validé, le traitement des échantillons doit satisfaire les critères rédhibitoires (grisés) et ne pas être non-conforme pour plus de 2 des 5 paramètres.

Annexe 5 : Détail de la norme 5667-3 sur les modes de conservation des échantillons

Paramètre à déterminer	Conservation particulière de l'échantillon ou non (acidification etc. ...)	Technique de conservation	Durée de conservation maximale recommandée avant analyses	Observation
Matières en suspension	Non	Réfrigérer entre 5°C ± 3°C	2 jours	Mise en analyse dans les 4 heures, interprétation dans les 2 jours
Demande Biochimique en Oxygène (DBO)	Non	Réfrigérer entre 5°C ± 3°C	24h suivant le prélèvement	Conserver les échantillons à l'abri de la lumière
	Congélation	Congélation à T < -18°C	6 mois (1 mois si < 50mg/l)	
Demande Chimique en Oxygène (DCO)	Non		Analyse immédiatement après le prélèvement	
	Fixation	Acidification au H ₂ SO ₄ au un 1<pH<2	6 mois	
	Congélation	Congélation à T < -18°C	1 mois	Conservation possible jusqu'à 6 mois
Phosphore Total	Non		Analyse immédiatement après le prélèvement	
	Fixation	Acidification au H ₂ SO ₄ au un 1<pH<2	1 mois	
	Congélation	Congélation à T < -18°C	1 mois	Conservation possible jusqu'à 6 mois
Azote Kjeldahl	Non	Réfrigérer entre 5°C ± 3°C	Analyse immédiatement après le prélèvement	
	Fixation	Acidification au H ₂ SO ₄ au un 1<pH<2	1 mois	Conservation à l'abri de la lumière, possible jusqu'à 6 mois
	Congélation	Congélation à T < -18°C	6 mois	Conservation à l'abri de la lumière, possible jusqu'à 6 mois
Nitrates	Non	Réfrigérer entre 5°C ± 3°C	24h suivant le prélèvement	
	Fixation	Acidification à un pH compris entre 1 et 2 avec HCL	7 jours	

Paramètre à déterminer	Conservation particulière de l'échantillon ou non (acidification etc. ...)	Technique de conservation	Durée de conservation maximale recommandée avant analyses	Observation
	Congélation	Congélation à T < -18°C	8 jours	
nitrate eaux résiduaires et eaux surface		Eaux filtrées sur place	4 jours	
Nitrites	Non	Réfrigérer entre 5°C ± 3°C	24h suivant le prélèvement	Conservation possible 2 jours
Nitrites eaux résiduaires et eaux de surface		Les eaux doivent être filtrées sur site	4 jours	
Ammonium	Filtration		1 jour	
	Fixation	Acidification ph entre 1 et 2 avec H ₂ SO ₄	21 JOURS	
	congélation	Eaux filtrées sur site + congélation à T < -18°C	1 mois	

Une durée de conservation de un jour sous-entend que si les 24 h sont dépassées il faut le consigner dans le rapport,

Les modalités de congélation et décongélation nécessitent un contrôle détaillé.

Annexe 6 : Synoptique de la validation de l'autosurveillance

