

PROTOCOLE D'ÉCHANTILLONNAGE

BOUES LIQUIDES



- Boues liquides**
- **Siccité** : entre 2 et 10 % MS
 - **Traitements** : silo / épaisseurs (statique ou avec herse) / flottation / table d'égouttage / épaissement par centrifugeuses.

Objectif

Prélever un **échantillon final représentatif** d'un lot en quantité suffisante selon l'analyse pour laquelle il est destiné, afin d'estimer sa teneur moyenne.





Termes et définitions

Termes	Définitions
Lot	Quantité de boues liquides fabriquées par le même procédé, dans les mêmes conditions, censé avoir les mêmes caractéristiques
Prélèvement élémentaire	Petite quantité représentative de boue liquide prélevée par point de prélèvement en vue de la constitution d'échantillons
Échantillon partiel	Quantité de boues liquides constituée en réunissant au hasard un nombre déterminé de prélèvements élémentaires
Échantillon global	Quantité de boues liquides constituée en réunissant tous les prélèvements élémentaires
Échantillon final	Partie représentative de l'échantillon global prélevé sur un même lot et obtenue si nécessaire par un procédé de réduction

Où et quand réaliser l'échantillonnage ?

Où ?	Quand ?
Prélever au niveau de l'extraction des boues épandages. <i>Exemple : Silos de stockage / Fosses / Géomembranes (temporaires ou pérennes), etc.</i>	<i>Cf. note technique du réseau interdépartemental des MESE d'Occitanie à venir sur 2017/2018.</i>

Préparation de l'intervention

-  Vérifier avec le gestionnaire de la STEU que les boues à échantillonner correspondent globalement à la définition d'un lot homogène.
Dans le cas des boues liquides, un lot sera nécessairement restreint à la capacité du stockage.
-  S'assurer qu'une prise d'eau est présente à proximité du point de prélèvement.
-  Prendre en compte les conditions météorologiques.
-  Les boues liquides doivent être **homogénéisées avant prélèvement**, soit par recirculation, soit par agitation mécanique pendant une durée comprise entre 30 minutes et 2 h selon leur état.

Matériel nécessaire

- i** Le matériel doit être propre et sec de façon à éviter toute contamination possible d'un site à l'autre.
- i** Si des analyses microbiologiques doivent être réalisées, tout le matériel est lavé avant usage à l'alcool à 70 %¹.

Type de matériel	Quantité
Gants à manchettes (couvrant au moins les coudes)	1 paire par préleveur
Gants en vinyle poudrés	1 paire par préleveur
Lunettes de protection	1 par préleveur
Combinaison	1 par préleveur
Paire de bottes	1 par préleveur
Gilet de sécurité	1 par préleveur
Seau en plastique	1 par préleveur
Poubelles de 30 L en polypropylène	2
Alcool à 70 % (en cas d'analyses micro-biologiques)	1 bouteille
Bidon d'eau pour rinçage des échantillons fermés et éviter le contact avec les boues après retrait des gants	1
Flacon en PEHD de 1 L	1 par préleveur
Spatules pour mélanger les flacons d'échantillonnage et louche pour prélever (PEHD)	2
Sonde d'échantillonnage ou bouteille lestée de 2 L de capacité, en polypropylène, éventuellement en verre Perche de prélèvement avec récipient d'un litre	1
Agitateur mécanique (type à hélices) dans le cas de réservoirs de dimensions réduites	1 si disponible
Balance culinaire (facultative)	1
Sacs poubelles	2 minimum
Glacière	1 à 2

¹ Nota : la javel nécessite un contact prolongé (type bain)

Constituer l'échantillon global : comment prélever ?

En conditions optimales, le volume de **l'échantillon global** est égal à 40 L (20 prélèvements élémentaires de 2 L unitaires).

(Source : annexe V, alinéa 2, arrêté du 8 janvier 1998).

» Cas général

i **Après agitation**, réaliser 20 prélèvements élémentaires : 4 séries de 5 prélèvements élémentaires de 2 L chacun, à des hauteurs différentes et à des points différents (soit 20 au total)

i Éviter la surface.

» Cas sans agitateur mais avec refoulement possible

Le refoulement doit être réalisé pendant au moins 30 minutes (jusqu'à deux heures idéalement) afin de bien homogénéiser les boues du silo.

Exemple de moyen de refoulement : sur silo, ou géo membrane pérenne, avec une tonne à lisier au moment d'épandre.

i **Refouler pendant 30 minutes minimum**

i Faire 9 à 12 prélèvements **au niveau de l'extraction des boues** (si possible, sinon dans le silo).

» Cas difficile d'accès, sans agitateur et sans refoulement possible

i Si ce protocole n'est pas réalisable pour des questions techniques, pratiques (d'accès, etc.), un protocole d'échantillonnage plus léger pourra être mis en place.

Le protocole tendra vers 10 prélèvements unitaires minimum afin de préserver au maximum la représentativité de la composition des boues en veillant notamment au choix spatial des points de prélèvements du silo, hauteur et horizontale.

Exemple : deux séries de cinq prélèvements de 0,5 L (soit un total de 5 litres pour 10 prélèvements unitaires au lieu des 40 L).

Cas de plusieurs silos à prélever

i S'il y a plusieurs silos correspondant à un lot homogène, l'échantillon ainsi constitué pour un silo s'appelle l'échantillon partiel. Pour constituer l'échantillon global, mélanger les échantillons partiels en quantité proportionnelle au volume de chaque silo et les homogénéiser au mieux.




Exemple :

Si silo 1 de 100 m³ : 40 L prélevés dans 2 poubelles → prendre 1/3 (≈ 35%) de 40 L (soit 14 L) pour mettre dans une nouvelle poubelle qui contiendra l'échantillon global.

Si silo 2 de 200 m³ : 40 L prélevés dans 2 autres poubelles² → prendre le reste : 40 – 14 = 26 L
Brassage pour homogénéiser.

² Dans le cas de plusieurs silos à échantillonner, prévoir 4 poubelles de 30 L chacune.

Division et constitution de l'échantillon final

-  Mélanger, homogénéiser soigneusement l'échantillon global avec une spatule en plastique (PEHD).
-  Le réduire à un **échantillon final** d'un volume minimum de 2 L
-  **Proposition pour réduire à 2 L** : Prélever avec une louche (ou autre ustensile) à différents endroits et différentes profondeurs de l'échantillon global (poubelle) et transvaser dans un autre contenant (seau) progressivement jusqu'à constituer les 2L de l'échantillon final.

Mise en contenants et conservation de l'échantillon final

» Volume à envoyer

Il est fonction de l'analyse à réaliser. En routine, il ne devrait pas excéder les 2 L.

Type d'analyse	Volume en litres	Type de contenant
Paramètres agronomiques (dont siccité)	1 L	Flacon PEHD ou verre avec réfrigérants si azote nitrique
Siccité (demandée seule)	1 L	Flacon PEHD ou verre
ETM	Si ETM seuls : 500 mL Si ETM + agro : 1 L	Flacon PEHD ou verre
CTO	850 mL	Flacon verre Si boues très liquides (< 2% MS) : 4 flacons verre
Cinétique de minéralisation N et C	500 mL	Flacon
Agents pathogènes	500 mL	Flacon PEHD aseptique avec réfrigérants
Masse volumique (selon norme EN 12580)	7 L	Sachet ou flacon PEHD

► Conservation de l'échantillon

Selon les délais d'acheminement de l'échantillon au laboratoire :

- ❗ délai ≤ 48 h : **stockage au froid (< 4 °C)**.
- ❗ délai > 48 h : **congélation et conservation à -18°C** (sauf pour les analyses microbiologiques).

Précautions pour les analyses microbiologiques

- ❗ Aucune congélation, le délai doit être le plus court possible, avec évitement des températures extrêmes, réception dans les 24 h au laboratoire.
- ❗ Lors de la mise en contenants, le préleveur laissera un espace de 1 cm environ en haut du flacon avant de fermer par l'opercule en plastique puis de visser le bouchon (risque de fermentation).
- ❗ Dans les colis ou glacières d'expédition, le préleveur veillera à placer les pains réfrigérants au plus près des contenants.

Références bibliographiques :

- Norme AFNOR française NF U 44-108 « Boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines - Boues liquides – Échantillonnage en vue de l'estimation de la teneur moyenne d'un lot », octobre 1982.
- Norme AFNOR européenne/française NF EN 12579 « Amendements organiques et supports de culture – Échantillonnage », juillet 2000, pour matériaux solides.
- Arrêté du 08/01/1998 fixant les prescriptions techniques applicables aux épandages de boues sur les sols agricoles pris en application du décret n°97-1133 du 08/12/97 relatif à l'épandage des boues issues du traitement des eaux usées.

Fiche créée par le réseau des MESE d'Occitanie : M. CASTAGNET, M. DALLA NORA, L.GAFFIER, L. GOMITA, M.MASSEBEUF, L-H. PONS, S. RUBIO, L. SIRJEAN. 2018.

Crédit photos : Chambre d'agriculture de l'Aude

