

PROTOCOLE D'ÉCHANTILLONNAGE

BOUES FPR



Boues FPR

- **FPR** : Filtres plantés de roseaux
- **Siccité** : en fin de période de repos, MS en général > à 25%
- **Traitement** : traitement type phytoépuration basé sur la déshydratation et la minéralisation des boues permettant leur réduction et leur stabilisation.
- **Cas non abordés** : boues de Lits de Séchage Plantés de Roseaux (LSPR)

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.

Échantillon moyen = échantillon réalisé sur le nombre de filtres à curer dans l'année. L'exemple portera sur un échantillon moyen prélevé sur 3 filtres.



Termes et définitions

Termes	Définitions
Lot global	Quantité de boues à caractériser contenue dans l'ensemble des filtres à curer
Lot par filtre	Quantité de boues à caractériser contenue dans chaque filtre à curer
Carottage	Quantité représentative de la totalité de l'horizon de boue prélevée par point de prélèvement en vue de la constitution de l'échantillon global
Échantillon moyen par filtre	Quantité de boues constituée en réunissant tous les carottages réalisés par filtre
Échantillon moyen global	Quantité de boues constituée en réunissant tous les carottages réalisés sur l'ensemble de tous les filtres à curer

Préparation de l'intervention

-  Vérifier avec le gestionnaire de la STEU l'état de fonctionnement des filtres (alimentation en cours, mise au repos des filtres environ une semaine, etc.).
-  S'assurer qu'une prise d'eau est présente à proximité du point de prélèvement.
-  Prendre en compte les conditions météorologiques.

Matériel nécessaire

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

Type de matériel	Quantité
Décamètre (facultatif)	1
Odomètre (facultatif)	1
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 cuissardes	1 par préleveur
Seau en plastique et/ou sacs plastiques épais (résistants)	1 par filtre et/ou 1 par lot global
Tarière à prélèvement de 10 cm de diamètre	1
Petite pelle de jardinage	1 par préleveur
Spatules pour mélanger et remplir les flacons d'échantillonnage	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
Gel antibactérien et rouleau de papier	1
Poubelles de 30 L en polypropylène	2

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

Étapes pour constituer l'échantillon final

Étape 1 : Prélèvement des boues dans chaque filtre à curer

✓ Nombre de carottage à réaliser

$$C = \frac{\sqrt{V}}{2}$$

V : Volume en m³ de boues brutes dans le filtre à curer considéré

C : Nombre de carottages (arrondi au nombre entier le plus proche)

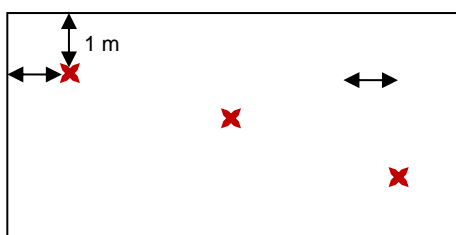
Exemple :

Volume (m ³)	Nombre de carottage
< 50	3
≥ 50	4
≥ 80	5
≥ 120	6

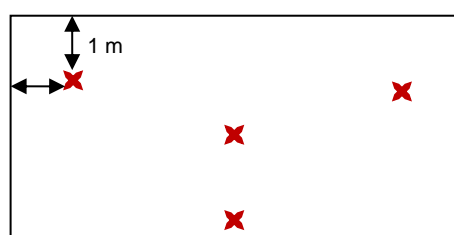
- ❗ Réaliser au moins **3 carottages** uniformément répartis dans le filtre, en fonction de la densité des roseaux, avec à minima un carottage central (dans la mesure du possible).
- ❗ Éviter de prélever à moins d'un mètre : des bords du filtre, des points d'alimentation, des drains et cheminées d'aération.
- ❗ Tenir compte de la variabilité verticale de la qualité des boues stockées en prélevant sur toute la hauteur de boues
- ❗ Éviter de prélever le média filtrant (gravier/sable)

✓ Proposition de répartition des carottages

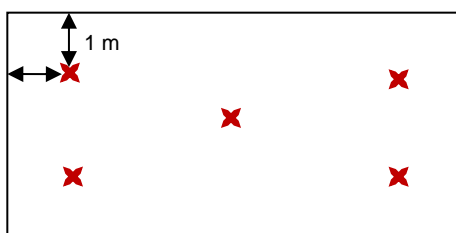
Ex : Filtres < 50 m³



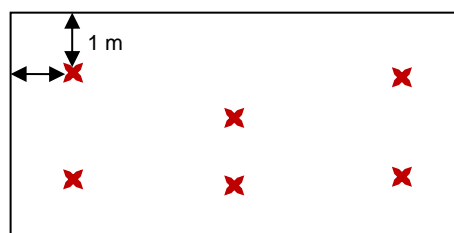
Ex : Filtres ≥ 50 m³



Ex : Filtres ≥ 80 m³



Ex : Filtres ≥ 120 m³



► Étape 2 : Constitution de l'échantillon moyen par filtre

L'opération consiste au mélange de tous les carottages par filtre à curer.

► Il y a autant d'échantillon moyen que de filtre à curer.

Exemple : 3 filtres à curer = 3 lots = 3 échantillons moyens

- ❗ Pour chaque filtre à curer, déposer les carottages dans un seau ou sac plastique au fur et à mesure.
- ❗ Enlever les morceaux de médias filtrants et les gros morceaux de rhizomes (>1 cm de diamètre).
- ❗ Morceler les « blocs » des horizons plus secs.
- ❗ **Mélanger, homogénéiser** soigneusement le contenu du seau ou du sac plastique.
- ❗ Vérifier l'homogénéité du contenu et répéter l'opération de mélange au moins trois fois.
- ❗ Quand le contenu est bien homogénéisé, on obtient **l'échantillon moyen**.

Cet échantillon peut constituer l'échantillon final dans le cas où on veut réaliser une analyse par filtre. Dans le cas où on veut réaliser une analyse moyenne sur plusieurs filtres, continuer à l'étape 3.

► Étape 3 : Constitution d'un échantillon moyen global

L'opération consiste à réunir tous les carottages réalisés sur l'ensemble des filtres à curer dans la limite de 5 filtres soit le mélange de nos échantillons moyens précédemment obtenus.

- ❗ Pour chaque lot global (constitué d'au maximum 5 filtres), déposer les échantillons moyens de chaque filtre dans un seau ou sac plastique au fur et à mesure.
- ❗ Enlever les morceaux de médias filtrants et les gros morceaux de rhizomes (>1 cm de diamètre).
- ❗ Morceler les « blocs » des horizons plus secs.
- ❗ **Mélanger, homogénéiser** soigneusement le contenu du seau ou du sac plastique.
- ❗ Vérifier l'homogénéité du contenu et répéter l'opération de mélange au moins trois fois.
- ❗ Quand le contenu est bien homogénéisé, on obtient **l'échantillon moyen global**.

► Un échantillon moyen global est prélevé sur maximum 5 filtres à curer.

Exemple :

4 filtres à curer = 1 lot global = 1 échantillon moyen global

10 filtres à curer = 2 lots globaux = 2 échantillons moyens globaux

► Mise en contenants et conservation de l'échantillon moyen global

► Quantité à envoyer

Elle est fonction de l'analyse à réaliser. Elle ne devrait pas excéder les 3 kg.

Type d'analyse	Q minimale en kg (masse)	V en litres	Type de contenant
Paramètres agronomiques (dont siccité)	1,04 kg	1 L	Flacon PEHD ou verre avec réfrigérants si azote nitrique
Siccité (demandée seule)	1,04 kg	1 L	Flacon PEHD ou verre

Type d'analyse	Q minimale en kg (masse)	V en litres	Type de contenant
ETM	Si ETM seuls : 520 g Si ETM + agro : 1,04 kg	Si ETM seuls : 500 mL Si ETM + agro : 1 L	Flacon PEHD ou verre
CTO	884 g	850 mL	Flacon verre
Cinétique de minéralisation N et C	Si cinétiques seules : 520 g	500 mL	Flacon
Agents pathogènes	520 g	500 mL	Flacon PEHD aseptique avec réfrigérants
Masse volumique (selon norme EN 12580)	7,3 kg	7 L	Sachet PEHD

Conversion des kg en litres avec la densité $d = 1,04 \text{ kg/m}^3$ (cas de boues pâteuses à 22 % MS)

► 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 :

- Protocole de prélèvement d'échantillonnage, et d'analyse des boues de Filtres Plantés de Roseaux (FPR) en vue de leur valorisation par épandage agricole. Juin 2014. Atelier thématique du groupe de travail EPNAC. Partenariat 2011 ONEMA – IRSTEA.
- 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, C. GAFFIER, L. GOMITA, S. RUBIO. 2019.

