

## PROTOCOLE D'ÉCHANTILLONNAGE

Le mode de prélèvement et de constitution des échantillons de boues de vidange est décrit ci-dessous. (EAWAG, SANDEC).

### 1. Échantillonnage des boues de vidange

Les échantillons de boues seront prélevés **directement sur les camions de vidange** lors du déchargement de leur contenu au niveau des points ou sites de dépotage.

**NB :** *Il est déconseillé de prélever directement les échantillons de boues de vidange dans les installations d'assainissement car il est alors impossible de prélever un échantillon représentatif sans mélanger tout le volume considéré.*

### 2. Méthode de prélèvement des boues

La méthodologie de collecte des boues de vidange est la suivante :

- ) **prélèvement de 1 litre au début du déchargement (quelques instants après ouverture de la vanne) ;**
- ) **prélèvement successif de 2 litres en milieu du déversement (lorsque la citerne est à moitié vide) ;**
- ) **prélèvement de 01 litre à la fin du déchargement, lorsque le débit diminue.**

Ces trois (03) phases, sont caractérisées par une variation des boues (couleur et concentration) : les boues sont moyennement concentrées et noires au début, elles deviennent moins concentrées et de couleur verdâtre au milieu et enfin très concentrées et très noires à la fin.

**Les 03 phases recueillies seront bien mélangées et un échantillon en sera extrait** (respectivement pour chaque camion échantillonné).

Un total de **20 camions de vidange** sera utilisé pour les échantillonnages.

**NB :** *A chaque prélèvement, utilisez un seau d'eau moins 5 litres pour en transvaser par la suite la quantité requises dans les récipients de conservation.*

### 3. Matériaux d'échantillonnage

Les matériaux sont choisis en fonction des paramètres à mesurer. L'emploi de matériaux plastiques pigmentés (plastique coloré, bouchon coloré sans capsule) et /ou en PVC (polychlorure de vinyle) est interdit. Ce type de matériel est reconnu comme pouvant relarguer des métaux (zinc, cadmium etc.) et des composés organiques. L'emploi de matériaux plastiques de type polyéthylène téréphtalate (PET) est également interdit, ce type de plastique est reconnu comme pouvant relarguer des phtalates. Le prestataire doit sélectionner le matériel d'échantillonnage en respectant la norme NF EN ISO 5667-3.

### 4. Conservation des échantillons

Le transport des échantillons vers le laboratoire devra être effectué dans une enceinte maintenue à une température égale à  $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ , et être accompli dans les heures qui suivent la fin du prélèvement, afin de garantir l'intégrité des échantillons.

La température de l'enceinte ou des échantillons sera contrôlée à l'arrivée au laboratoire et indiquée dans le rapport d'analyses.

Toutes les procédures analytiques doivent être démarrées dans les 24h suivant la fin du prélèvement.

A défaut il faudra procéder à la congélation immédiate, à une température inférieure à  $4^{\circ}\text{C}$ . il est nécessaire de limiter les solutés de conservation au strict minimum (i.e. moins de 1ml/100ml d'échantillon).

## 5. Préparation des échantillons

La représentativité de l'échantillon est difficile à obtenir dans le cas du fractionnement des échantillons en raison de leur forte hétérogénéité, de leur forte teneur en matières en suspension ou en matières flottantes. Un système d'homogénéisation pourra être utilisé dans ces cas. Il ne devra pas modifier l'échantillon.

Système d'homogénéisation :

- ✓ faire des prélèvements d'au moins **UN LITRE** dans un flacon stérile (prévoir analyse microbiologique)
- ✓ prendre les précaution de bien identifier les échantillons.

Le conditionnement des échantillons devra être réalisé dans des contenants conformes aux méthodes officielles en vigueur, spécifiques aux substances à analyser et/ou à la norme NF EN ISO 5667-3.

Une fois au laboratoire, les différents échantillons sont bien homogénéisés avant la réalisation des analyses. **Les paramètres à analyser seront répétés sur chaque échantillon.**

**NB :** Pour le contrôle qualité bien vouloir toujours garder un échantillon réfrigéré.

## 6. Paramètres à analyser

Les paramètres suivants seront à déterminer :

Paramètres obligatoires	Nature de l'échantillon : Boues de vidange
	Température pH Conductivité Indice de boue (IB) Matières solides (MS) Matières volatiles (MV) Matières en suspension (MES) Demande chimique d'oxygène (DCO) Demande chimique en oxygène (Filtrée) – DCO <sub>f</sub> Demande biochimique en oxygène (DBO <sub>5</sub> ) Demande Biochimique en oxygène – Filtrée -(DBO <sub>5f</sub> )
Paramètres supplémentaires	Composés azotés : Ammonium (NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> ; Nitrate (NO <sub>3</sub> ) et Nitrite (NO <sub>2</sub> ) Azote Kjeldhal (NTK) Orthophosphates (PO <sub>4</sub> ) Calcium Ca Magnésium (mg) Chlorure (Cl) Sodium (Na) et Potassium (K) Métaux lourds (Pb, Cu, Ni, Ag, Zn) SAR (Sodium Adsorption Ratio) Coliformes fécaux (CF) Coliformes totaux (CT) Streptocoques fécaux (SF) Salmonelles Staphylocoques Œufs d'helminthes (si possible dissocier les œufs actifs et non-actifs). Hydrocarbures

## 7. Précautions

- Eviter la contamination des échantillons ;
- Bien conserver les échantillons au frais (matériel de conditionnement et de conservation : bouteilles, glacières, réfrigérateur).

## 8. Livrable

### 01 Rapport d'analyse.

Dans le rapport d'analyse, les protocoles analytiques seront indiqués, soit par une norme de référence si celle-ci est strictement suivie, soit par une description précise du mode opératoire. La limite de détection sera systématiquement mentionnée. Toute condition particulière de prélèvement devra être mentionnée dans le rapport de synthèse.

**Mettre en Annexe** : photos, protocole d'analyse, date de prélèvement...

## 9. Méthode de référence

Voici les principales méthodes de référencement homologuées et expérimentales. En cas de modification des méthodes normalisées, les nouvelles dispositions sont applicables.

**NB** : A défaut d'indication les procédures du « STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER AND WASTEWATER » sont applicables.

**Conservation et manipulation des échantillons** NF EN ISO 5667-3

**Conception des programmes et techniques d'échantillonnage** NF EN 5667-1

**Techniques d'échantillonnage eaux résiduaires et industrielles** FD T 90-523-2 Analyses

**pH** NF T 90008

**Couleur** NF EN ISO 7887

**Matières en suspension totales** NF EN 872

**DBO<sub>5</sub>** NF EN 1899-1

**DCO** NF T 90101

**N (N-NO<sub>2</sub>)** NF EN ISO 10304-1, 10304-2, 13395 et 26777

**N (N-NO<sub>3</sub>)** NF EN ISO 10304-1, 10304-2, 13395 et FD T 90045 N (N-NH<sub>4</sub>) NF T 90015

**Ag** FD T 90112, FD T 90119, ISO 11885

**Al** FD T 90119, ISO 11885, ASTM 8.57.79

**As** NF EN ISO 11969, FD T 90119, NF EN 26595, ISO 11885

**Cd** FD T 90112, FD T 90119, ISO 11885 Cr NF EN 1233, FD T 90112, FD T 90119, ISO 11885

**Cu** NF T 90022, FD T 90112, FD T 90119, ISO 11885

**Fe** NF T 90017 et NF T 90112, ISO 11885 Hg NF T 90131, NF T 90113, NF EN 1483

**Mn** NF T 90024, NF T 90112, FD T 90119, ISO 11885

**Ni** FD T 90112, FD T 90119, ISO 11885

**Pb** NF T 90027 et NF T 90112, FD T 90119, ISO 11885

**Se** FD T 90119, ISO 11885 Sn FD T 90119, ISO 11885

**Zn** FD T 90119, ISO 11885 Indice phénols XP T 90109