

Méthode	Version	Date d'entrée en vigueur
P-24	1	20/01/2022
Méthode d'échantillonnage des digestats de biométhanisation		

Domaine d'application		
Matrice	Digestats de biométhanisation	
Référence normative	/	/



1. Objet

Cette méthode énonce les lignes directrices pour l'échantillonnage des digestats issus de la biométhanisation.

L'objectif visé est de produire un échantillon représentatif pour la caractérisation physique et chimique de la matière prélevée dans le cadre de sa valorisation agricole.

2. Procédure

Pour être en conformité avec le cadre légal wallon, à savoir l'AGW du 24 avril 2014 déterminant les conditions sectorielles relatives aux installations de biométhanisation visées par la rubrique 90.23.15 [...] (ci-après dénommé AGW), les prescriptions spécifiques suivantes doivent être respectées pour l'échantillonnage des digestats issus de la biométhanisation.

2.1. Stratégie d'échantillonnage

2.1.1. Définition du lot

Chaque lot de digestats destiné à être utilisé dans ou sur les sols est caractérisé par **une** analyse. La définition du lot varie en fonction de la forme sous laquelle le digestat est stocké :

- **Pour les digestats liquides** : Le lot correspond au contenu d'une cuve de stockage qui ne peut plus être alimentée avant l'évacuation complète du lot.
- **Pour les digestats solides** : Le lot correspond à une quantité ne pouvant excéder 1000 tonnes ou une année de production si la production annuelle est inférieure à 1000 tonnes.

2.2. Mode opératoire

L'échantillon à analyser est un échantillon global composite produit à partir d'échantillons élémentaires répartis de manière homogène sur l'ensemble du lot. Le nombre et la répartition des échantillons élémentaires dans le lot dépendent de la forme sous laquelle les digestats sont stockés.

2.2.1. Nombre d'échantillons élémentaires par lot

- **Digestats solides stockés en tas** :
Nombre d'échantillons élémentaires déterminé en fonction du volume du tas en m³ suivant la formule :

$$N = (\sqrt{V})/2 \quad , \text{ avec minimum 4 échantillons.}$$

Le résultat est arrondi au nombre entier supérieur.

A titre d'exemple, on obtient le Tableau 1 pour une série de volumétries :



Tableau 1 : Nombre d'échantillons à prélever et analyser en fonction de la volumétrie du lot

Volume du lot (m ³)	Nombre d'échantillons élémentaires	Nombre d'échantillons composites à analyser
10	4	1
50	4	
100	5	
200	8	
500	12	
1000	16	
1200	18	

- Digestats liquides stockés en cuve :

Un minimum de 5 prélèvements élémentaires est requis pour constituer l'échantillon composite à analyser. Pour les cuves de plus de 1000 m³, on ajoute un échantillon par tranche de 200 m³ (cf. Tableau 2).

Pour les cuves de plus de 6000 m³, deux échantillons composites réalisés dans les mêmes conditions doivent être analysés.

Tableau 2 : Nombre d'échantillons élémentaires en fonction du volume de la cuve

Volume de cuve (m ³)	Nombre d'échantillons élémentaires	Nombre d'échantillons composites à analyser
≤ 1000	5	1
2000	10	
3000	15	
4000	20	
5000	25	
6000	30	
> 6000	5 par 1000 m ³	2

2.2.2. Matériel de prélèvement

Le choix du matériel dépend de la forme des digestats à prélever. Une synthèse des différents types d'équipements et de leur type d'application sont disponibles en Annexe 1 de la norme NBN EN ISO 5667-13 :2011.

Le matériel est sélectionné pour ne pas présenter d'interférence vis-à-vis des paramètres à analyser (plastic, inox,...).

Pour les digestats solides, l'utilisation d'une tarière manuelle est recommandée. En cas de texture non adaptée, l'utilisation d'une pelle peut être faite.

Pour les digestats liquides, l'utilisation de jauge de type 'sludge judge' est la plus adaptée pour les prélèvements à différentes profondeurs par le haut de la cuve.



2.2.3. Répartition et prélèvement des échantillons élémentaires

- Digestats liquides ou pâteux mais pompables :
Voir procédure P-9 (méthode pour certains prélèvements spécifiques), point 2.3 (prélèvement en citerne ou en cuve).
- Digestats solides ou pelletables :
Voir procédure P-26 (méthode de prélèvement des matériaux stockés en andain).

2.2.4. Constitution de l'échantillon global et réduction de sa taille

L'échantillon global est obtenu après mélange et homogénéisation des échantillons élémentaires prélevés au sein du lot. L'étape de réduction est réalisée :

- conformément aux recommandations de la P-1 (Méthode concernant la constitution, le flaconnage, le transport et la conservation des échantillons), point 2.1.2.1 (quartage) pour les échantillons solides.
- après homogénéisation dans un récipient pour les échantillons plus liquides.

Après réduction, deux échantillons de masse équivalente sont constitués. Le premier est transmis au laboratoire pour l'analyse et le second conservé auprès de l'exploitant en cas de recontrôle nécessaire.

Les deux échantillons constitués sont de masse suffisante pour réaliser l'ensemble des analyses. Il convient à l'exploitant de s'informer auprès du laboratoire.

2.3. Flaconnage et conservation des échantillons

Les deux échantillons globaux constitués sont conditionnés dans des récipients dont la qualité est validée par le laboratoire (cf. P-1 pour plus de détails). Les récipients sont étiquetés en reprenant les informations nécessaires à la traçabilité du lot (identifiant, date de prélèvement, id préleveur,...).

L'analyse des échantillons est réalisée après le prélèvement du dernier échantillon élémentaire, dans les délais prescrits par la norme ISO 18512.

Un échantillon composite est conservé sur le lieu de production à température comprise entre 1 et 5°C et à l'abri de la lumière, jusqu'à validation du lot.

En cas de recontrôle nécessaire au-delà d'une période d'1 mois, les résultats d'analyses ne pourront refléter la composition en sortie de production. Les temps de conservation optimaux sont prescrits par la norme ISO 18512 et varient de 4 jours à 6 mois en fonction des paramètres.

2.4. Rapport de prélèvement

Le rapport de prélèvement contiendra au minimum :

- La date de prélèvement ;
- L'identification du préleveur ;
- L'identification du lot prélevé ;
- Une description visuelle du lot ;
- Le mode de prélèvement ;
- Le volume d'échantillon prélevé ;
- La référence de l'échantillon.

