

**MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT
ET DE LA LUTTE CONTRE
LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES**

Protocole d'échantillonnage de matières résiduelles fertilisantes et dispositions particulières liées à l'accréditation (DR-12-MRF-02)

Mise à jour : 28 octobre 2021

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec du ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques (MELCC). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCC.

Renseignements

Téléphone : 418 521-3830
1 800 561-1616 (sans frais)

Télécopieur : 418 646-5974
Formulaire : www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/renseignements.asp
Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document :

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
du ministère de l'Environnement
et de la Lutte contre les changements climatiques

2700, rue Einstein, bureau E-2-220
Québec (Québec) G1P 3W
Téléphone : 418 643-1301
Télécopieur : 418 528-1091
Courriel : ceaeq@environnement.gouv.qc.ca

Ou

Visitez notre site Web au www.environnement.gouv.qc.ca,
section « CEAEQ », ou au www.ceaeq.gouv.qc.ca.

Dépôt légal – 2021
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN 978-2-550-90542-4 (PDF)
ISBN 978-2-550-83145-7 (Édition 2019, PDF)
ISBN 978-2-550-73177-1 (Édition précédente, PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec - 2021

Table des matières

Introduction	1
Définitions	2
1. Généralités	3
1.1 Dispositions particulières liées à l'accréditation	3
1.1.1 Registre des données d'échantillonnage	3
1.1.2 Correction d'erreurs	3
1.1.3 Audit interne	4
1.2 Aspects techniques particuliers	4
1.2.1 Équipement de protection	4
1.2.2 Types d'échantillons	4
2. Échantillonnage pour l'analyse des corps étrangers	5
3. Échantillonnage pour l'analyse des paramètres chimiques	5
3.1 Échantillonnage des MRF produites en continu pour l'analyse des paramètres inorganiques	6
3.1.1 Matériel requis	6
3.1.2 Nettoyage du matériel	7
3.1.3 Identification du matériel	7
3.1.4 Méthode d'échantillonnage	7
3.2 Échantillonnage des MRF produites en continu pour l'analyse des paramètres organiques	8
3.2.1 Matériel requis	8
3.2.2 Nettoyage et décontamination	9
3.2.3 Identification du matériel	9
3.2.4 Méthode d'échantillonnage	9
3.3 Échantillonnage des MRF produites en discontinu	10
3.3.1 MRF en amas : méthode d'échantillonnage	10

3.4	Transport des échantillons	11
4.	Échantillonnage pour l'analyse des paramètres microbiologiques	12
4.1	Échantillonnage des MRF produites en continu pour l'analyse des paramètres microbiologiques	12
4.1.1	Matériel requis	12
4.1.2	Nettoyage et désinfection	13
4.1.3	Identification du matériel	13
4.1.4	Méthode d'échantillonnage	13
4.2	Échantillonnage des MRF produites en discontinu pour l'analyse des paramètres microbiologiques	14
4.2.1	Matériel requis	14
4.2.2	Nettoyage et désinfection	14
4.2.3	Identification du matériel	15
4.2.4	Méthode d'échantillonnage	15
4.3	Transport des échantillons pour l'analyse des paramètres microbiologiques	16
5.	Duplicata	17
	Références bibliographiques	18
	Annexe I	19
	Annexe II	20

Introduction

Ce document décrit la procédure d'échantillonnage des matières résiduelles fertilisantes (MRF) **solides et pâteuses**¹ générées par les secteurs **industriel et municipal**. Il a pour objectif d'uniformiser les pratiques d'échantillonnage des MRF qui pourront être ultérieurement valorisées conformément aux règlements et aux guides découlant de la Loi sur la qualité de l'environnement (LQE), en vigueur au ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques. Ce document définit les dispositions particulières applicables à l'échantillonnage des MRF pour l'analyse chimique et microbiologique et celle des corps étrangers.

L'utilisation de ce protocole fait également partie des exigences d'accréditation pour les firmes intéressées à soumettre leur candidature au Programme d'accréditation d'échantillonnage environnemental (PAEE) en respectant les éléments précisés dans le document intitulé *Processus et exigences d'accréditation pour l'échantillonnage des matières résiduelles fertilisantes du secteur agricole* (DR-12-MRF).

Finalement, ce document est destiné à toutes les personnes soucieuses d'améliorer la qualité des échantillons prélevés pour caractériser les MRF. Une firme accréditée, qui procède à un échantillonnage encadré par ce programme d'accréditation, doit obligatoirement utiliser un protocole conforme aux exigences du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) et respecter les lignes directrices et les principes édictés dans le présent document, même si la matière est attestée conforme à une norme du Bureau de normalisation du Québec (BNQ).

Limitation

Ce document ne couvre pas l'échantillonnage de résidus liquides.

¹ Les caractères en rouge représentent les parties de texte qui ont été modifiées ou ajoutées depuis la version précédente du document.

Définitions

Note : Les matières résiduelles fertilisantes solides les plus valorisées actuellement au Québec sont définies dans la section « Glossaire » du Guide *sur le recyclage des matières résiduelles fertilisantes* (guide MRF).

Firme : une société, une coopérative ou une personne morale, au sens de la LQE.

Lieu de prélèvement : localisation globale de l'endroit où l'échantillonnage sera réalisé, par une adresse, la description du lieu, ou localisation à l'aide de cartes, de photos aériennes, de plans et devis, etc.

Lot : quantité totale d'une matière plus ou moins homogène, censée avoir les mêmes caractéristiques et fabriquée dans des conditions uniformes.

Point de prélèvement : appellation attribuée à un point exact où l'échantillon, ou une partie de celui-ci, est prélevé. Par exemple, la sortie d'une presse peut comporter un ou plusieurs points de prélèvement. La fin du convoyeur où l'échantillon est recueilli en est un autre exemple. C'est aussi l'appellation du puits creusé dans un amas lors de l'échantillonnage d'une MRF produite de façon discontinue.

Site de prélèvement : description ou définition plus précise de l'emplacement où l'échantillonnage est réalisé. Par exemple, l'emplacement de la salle de l'usine où se trouvent les presses, le convoyeur ou les autres équipements desquels les échantillons seront prélevés. Peut aussi désigner le lieu de l'amas ou tout autre emplacement retenu pour l'échantillonnage.

Production des MRF

Production en continu : procédé dans lequel la MRF est générée de façon continue ou ininterrompue, par un flux continu de matières pour une certaine période de temps durant la production.

Production en discontinu : procédé dans lequel la MRF est produite en une ou plusieurs quantités déterminées, qui s'accumulent ou s'entassent en amas ou par lots. La production en discontinu est fractionnée dans le temps ou l'espace et peut aussi concerner la fabrication de quantités relativement réduites de produits.

1. Généralités

1.1 Dispositions particulières liées à l'accréditation

1.1.1 Registre des données d'échantillonnage

Il est essentiel de tenir un registre ordonné des données d'échantillonnage qui reflète les activités et qui relate tous les faits pertinents concernant les opérations d'échantillonnage (voir l'exemple à l'annexe II). Ce registre doit décrire la méthode d'échantillonnage utilisée ou y référer et doit préciser l'équipement de prélèvement utilisé. Le préleveur, en plus d'y apposer sa signature, doit y inscrire les éléments suivants :

- l'identification de l'échantillon;
- le lieu, la date et l'heure du prélèvement;
- le point de prélèvement;
- l'équipement de prélèvement;
- le type de résidu et d'analyse;
- la température dans la glacière;
- les types d'analyses;
- l'identification du préleveur.

De plus, toute particularité (ex. : conditions climatiques) ou modification de la méthode d'échantillonnage doit être enregistrée. Un modèle de registre des données d'échantillonnage est proposé à l'annexe II.

1.1.2 Correction d'erreurs

1.1.2.1. Correction d'erreurs dans les enregistrements

Lorsque des erreurs surviennent dans les enregistrements, chaque erreur doit être barrée d'un trait simple. L'erreur ne peut être effacée, rendue illisible ou supprimée. La valeur correcte doit être inscrite à côté. Toutes les modifications de ce type apportées aux enregistrements doivent être signées ou paraphées et datées par la personne qui fait la correction. Dans le cas d'enregistrements stockés électroniquement, des mesures équivalentes doivent être prises pour éviter la perte ou la modification des données d'origine.

1.1.2.2. Correction d'erreurs dans les rapports

Les corrections, les modifications ou les ajouts à un rapport d'expertise après sa transmission doivent toujours faire l'objet d'un nouveau document ou d'un transfert de données, portant la mention « Supplément au rapport d'échantillonnage, numéro d'identification du rapport... [ou toute autre indication] », ou une formulation équivalente. Lorsqu'il est nécessaire de produire un nouveau rapport d'expertise complet, celui-ci doit comporter une identification unique et faire mention de l'original qu'il remplace. Le client doit être informé des modifications faites ou des sections qui ont été amendées.

1.1.3 Audit interne

C'est au responsable scientifique qu'il incombe de planifier et d'organiser annuellement des audits internes, autant sur le plan technique que pour le système de management. Les audits internes techniques doivent se faire sur un lieu d'échantillonnage pour chacun des préleveurs et couvrir tous les types d'échantillonnages et d'analyses décrits dans le présent document.

La partie concernant le système de management doit couvrir, chaque année, tous les aspects du management, tels que la révision de la documentation, la formation du personnel, la tenue des registres, les contrôles de qualité, etc. Le but est de vérifier si les activités de la firme continuent d'être conformes aux exigences du présent document et du document *Processus et exigences d'accréditation – Matières résiduelles fertilisantes – Secteur agricole (DR-12-MRF)*.

Le responsable scientifique doit préparer une planification annuelle des audits internes couvrant l'ensemble des activités d'échantillonnage ou de la portée d'accréditation, ainsi que chacun des préleveurs sur une période de deux ans.

Les rapports d'audit doivent être conservés et le responsable scientifique **doit assurer un suivi** dans le but de prendre les mesures pour corriger les éléments non conformes relevés lors de ces audits et de considérer les occasions d'amélioration.

1.2 Aspects techniques particuliers

1.2.1 Équipement de protection

Lors de la prise des échantillons, le préleveur doit porter, en tout temps, des gants jetables de type latex ou nitrile et les changer, au besoin.

Le préleveur doit s'assurer de prendre les mesures appropriées de santé et de sécurité lors de la manipulation de MRF susceptibles de contenir des agents pathogènes **ou d'émettre des bioaérosols ou des poussières**. L'annexe I de ce document présente les mesures préventives à prendre relativement aux pathogènes pour les travailleurs manipulant des MRF.

1.2.2 Types d'échantillons

L'analyse des MRF doit être réalisée à partir d'échantillons instantanés ou composites pour les paramètres microbiologiques, et à partir d'échantillons composites pour les paramètres chimiques et les corps étrangers.

Un échantillon instantané (milieux dynamiques) correspond au prélèvement d'un échantillon représentatif dans un court intervalle de temps, généralement inférieur à 15 minutes.

Un échantillon ponctuel (milieux statiques) correspond au prélèvement d'un échantillon représentatif d'un emplacement ou d'un lot particulier.

Un échantillon composite est constitué d'un ensemble d'échantillons instantanés ou ponctuels, combinés en proportions égales ou de façon proportionnelle au poids ou au volume du secteur ou du lot que chaque échantillon représente. Un échantillon composite peut être préparé sur le site de prélèvement en utilisant un récipient adéquat et suffisamment grand pour permettre l'homogénéisation complète de l'échantillon final sans perte.

Il s'agit d'abord de prélever chacun des échantillons ponctuels ou instantanés selon la même méthode d'échantillonnage, de bien les mélanger dans le récipient pour n'en former qu'un seul et de le transférer dans un contenant approprié pour la conservation et le transport au laboratoire. Lorsque le volume de l'ensemble des échantillons ponctuels ou instantanés est supérieur à 10 litres, **on doit préparer** l'échantillon composite en le divisant par la technique du quartage.

2. Échantillonnage pour l'analyse des corps étrangers

Lorsque l'analyse des corps étrangers est requise, le matériel choisi par la firme pour l'échantillonnage peut être adapté selon le type de MRF et les mesures préventives de sécurité appropriées. L'échantillonnage pour l'analyse des corps étrangers peut être jumelé à n'importe quel autre type d'analyse, puisqu'il n'y a pas de danger de contamination avec ce paramètre. Le matériel utilisé doit permettre un échantillonnage représentatif de la matière dans son ensemble, lors du procédé, **que celui-ci soit réalisé** en continu ou en discontinu. Dans certains cas, il est possible d'échantillonner les corps étrangers avec la prise d'échantillons pour les paramètres de chimie inorganique, pour les procédés en continu et en discontinu. **Peu importe avec quel autre type d'analyse l'échantillonnage pour l'analyse des corps étrangers est jumelé, chacun des échantillons ponctuels ou instantanés prélevés pour l'analyse des corps étrangers doit avoir un volume de deux litres.**

Exceptionnellement, dans le cas de l'échantillonnage de feuilles mortes et résidus verts triés à la source (matières végétales), un volume d'échantillon de cinq litres est exigé pour l'analyse des corps étrangers.

Le volume final constituant l'échantillon composite devra être réduit, à l'aide de la technique du quartage. **Le quartage, devra réduire l'échantillon composite** à un volume inférieur à 10 litres, pour remplir le contenant d'échantillon d'une capacité de deux litres, ou de cinq litres dans le cas des matières végétales. Il faudra prévoir un nombre de glacières suffisant ou une glacière d'un volume suffisamment grand pour contenir tous les échantillons de la campagne d'échantillonnage.

3. Échantillonnage pour l'analyse des paramètres chimiques

Précisions générales

Les analyses requises sont présentées au tableau 6.1 du *Guide sur le recyclage des matières résiduelles fertilisantes*. **Cependant, pour l'échantillonnage de matières attestées conformes à une norme BNQ, des analyses additionnelles à celles prévues par le guide MRF sont requises en fonction des exigences de la norme couvrant le type de matière concernée.**

Pour procéder à l'analyse de paramètres chimiques, un échantillon composite doit être réalisé à partir d'échantillons instantanés pour les productions en continu, et à partir d'échantillons ponctuels pour les productions en discontinu. Pour les MRF produites en continu, la campagne d'échantillonnage doit avoir lieu sur une période représentative de la production de l'établissement industriel et des MRF. Les échantillons instantanés sont prélevés à intervalles réguliers et à des volumes identiques. Au moins huit échantillons instantanés doivent être prélevés à des intervalles de 60 minutes **pour une production de 24 heures. Pour une production s'étalant sur une période de moins de 24 heures et s'il est impossible de prendre un échantillon à des intervalles de 60 minutes, ces huit échantillons devront être prélevés à intervalles réguliers sur toute la période de production.**

La directive pour la conservation des échantillons entre la fin du prélèvement et la réception au laboratoire est la suivante : « Ne pas congeler les échantillons et ajuster le nombre, le volume et la position des blocs réfrigérants en fonction du nombre, de la masse et de la température initiale des échantillons de façon à les refroidir. » Les échantillons doivent être envoyés le plus rapidement possible au laboratoire.

Il est possible d'utiliser des gants jetables ou de type vétérinaire pour faire l'homogénéisation de matières présentant des grumeaux, des mottes ou des parties difficiles à briser avec une louche, une cuillère ou un autre outil. Cependant, certaines précautions doivent être prises :

- L'utilisation de gants jetables est suggérée; si des gants réutilisables sont utilisés, ils doivent être nettoyés (3.1.2), décontaminés (3.2.2) en vue des analyses organiques ou désinfectés en vue des analyses microbiologiques (4.1.2);
- Aucune partie de l'échantillon ne peut toucher toute autre surface qui n'a pas été préalablement nettoyée, décontaminée ou désinfectée;
- Toute la longueur du gant doit rester bien en place jusqu'à l'épaule afin d'éviter des contaminations par les vêtements ou la peau du préleveur.

Les gants de type vétérinaire sont très fragiles et se brisent facilement. Des mesures supplémentaires **sont donc nécessaires pour** prévenir le rejet d'un échantillon **causé par le bris d'un gant**. Par exemple, l'utilisation d'un gant en latex par-dessus ou en dessous du gant de type vétérinaire est une mesure préventive appropriée.

L'utilisation de gants de type vétérinaire n'est jamais autorisée dans les cas spéciaux visant l'analyse d'autres paramètres organiques, comme les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), les composés organiques volatils (COV) et semi-volatils (COSV), les composés phénoliques et la teneur en formaldéhyde. Dans ce cas, des outils ou des instruments en métal propres et décontaminés doivent être utilisés pour tous les types de MRF, tant pour l'échantillonnage de celles-ci que pour l'homogénéisation de l'échantillon composite.

3.1 Échantillonnage des MRF produites en continu pour l'analyse des paramètres inorganiques²

Les échantillons doivent être prélevés selon la méthode décrite à la section 3.1.4.

3.1.1 Matériel requis

- Seau propre en plastique d'environ 20 litres avec couvercle;
- Contenants d'échantillonnage en plastique ou en verre gradués **d'une capacité de un ou de deux litres³** à grande ouverture avec couvercles, lorsque cela est nécessaire;
- Pots à échantillon en plastique ou en verre, d'une **capacité de un et deux litres** à grande ouverture avec couvercles pour l'envoi au laboratoire;
- Sacs en plastique refermables (ou à fermeture à glissière) **d'un volume de un ou deux litres, si les pots à échantillon ne sont pas utilisés;**
- Cuillère ou louche propre en plastique;
- Blocs réfrigérants préalablement congelés;
- Glacière suffisamment grande pour contenir l'échantillon et plusieurs blocs réfrigérants;

² Ces paramètres peuvent comprendre le pouvoir neutralisant et le phosphore total (P₂O₅) lorsque cela est nécessaire.

³ Il s'agit du volume d'échantillonnage minimal dans les cas où il n'y a aucune autre obligation à respecter. Pour l'échantillonnage de corps étrangers, il est exigé d'échantillonner 2 litres. Il faudra ajuster la capacité de tous les autres contenants en fonction des corps étrangers si le préleveur désire combiner les prélèvements pour différents paramètres.

- Toile de plastique, au besoin;
- Pelle en plastique, au besoin;
- Thermomètre (en discontinu, s'il y a plus d'un échantillon composite);
- Gants jetables de latex ou de nitrile (gants de vétérinaire jetables ou réutilisables, si utilisés);
- Eau savonneuse, eau de rinçage (facultatif), eau distillée et chiffon propre.

3.1.2 Nettoyage du matériel

Tout le matériel réutilisable doit être préalablement nettoyé avec de l'eau savonneuse, rincé avec l'eau du robinet (facultatif), faire l'objet d'un rinçage final avec de l'eau distillée et être asséché à l'air libre (pourvu que l'environnement ne recontamine pas le matériel) ou avec un chiffon propre. L'ensemble du matériel servant à l'échantillonnage doit être gardé dans un endroit propre ou dans un contenant protégé des contaminations.

3.1.3 Identification du matériel

Les seaux, les pots et les sacs doivent être étiquetés avant chaque période de prélèvement et porter des numéros associés au site de prélèvement et au type d'analyse. Le seau, le pot ou le sac utilisé à un point de prélèvement doit avoir le même numéro que le contenant qui sera expédié pour analyse. Dans le cas de l'échantillonnage des MRF produites en continu, il est aussi possible d'identifier la glacière au lieu du seau, si cette glacière ne contient qu'un seul seau et un seul échantillon composite pour toute la campagne d'échantillonnage.

Lorsqu'il n'y a qu'un seul point d'échantillonnage et qu'il n'y a vraiment aucune possibilité de confondre les contenants d'échantillonnage, il est acceptable de ne pas les identifier.

3.1.4 Méthode d'échantillonnage

Dans les cas où les MRF sont rejetées vers plusieurs canaux de sortie, tous les canaux doivent être échantillonnés de façon équivalente durant la journée.

Un échantillon instantané de un litre est pris à la sortie du point de prélèvement avec l'instrument approprié. Si cela est jugé sécuritaire, le prélèvement de matières solides peut également se faire de façon manuelle avec des gants jetables neufs. Un contenant d'échantillonnage sans couvercle demeure acceptable dans la mesure où le transfert de l'échantillon est immédiat, et qu'il n'y a pas de risque de contamination aéroportée. Chacun des échantillons instantanés de un litre est transféré au fur et à mesure de l'échantillonnage dans un seau en plastique d'environ 20 litres qui est conservé à une température avoisinant 6 °C, pendant toute la durée de la campagne d'échantillonnage. La température dans la glacière doit être vérifiée et notée toutes les heures ou à chaque prise d'échantillon. Le thermomètre ne doit jamais être placé directement en contact avec les blocs réfrigérants, mais plutôt dans le seau contenant l'échantillon ou dans une section représentative de la température de l'environnement de l'échantillon à l'intérieur de la glacière.

Lorsque tous les échantillons ont été prélevés et déposés dans le seau, l'échantillon composite est alors homogénéisé au moyen d'une cuillère ou d'une louche en plastique. Il est possible d'utiliser des gants jetables ou de type vétérinaire pour faire l'homogénéisation (voir la section 3).

Si le volume de l'échantillon est égal ou inférieur à 10 litres, une fraction d'un litre de cet échantillon composite est transférée dans un contenant refermable préalablement étiqueté et prêt à être acheminé au laboratoire selon la méthode décrite à la section 3.4. Le volume de l'échantillon doit être adapté dans les cas de matières végétales pour les analyses de corps étrangers.

Si le volume de l'échantillon dans le seau est supérieur à 10 litres, le fractionnement doit être réalisé par la technique du quartage. Pour diviser l'échantillon, on doit vider le contenu sur une toile de plastique ou sur une surface adéquate (verre, téflon, plexiglas, etc.). La surface de quartage doit être composée d'un matériel pouvant résister aux manipulations de mélange par la pelle ou l'outil d'échantillonnage. Sa superficie doit être suffisante pour recevoir le matériel **et pour qu'on puisse faire le mélange** sans débordement. À l'aide d'une pelle en plastique, on doit faire un tas de forme régulière et le diviser en quatre. On doit jeter deux quarts opposés, combiner les deux restants et répéter le procédé jusqu'à l'obtention d'un échantillon composite de la taille voulue (inférieur à 10 litres). Cet échantillon composite est transféré dans un contenant de plastique ou de verre refermable, préalablement étiqueté et prêt à être acheminé au laboratoire selon la méthode décrite à la section 3.4.

3.2 Échantillonnage des MRF produites en continu pour l'analyse des paramètres organiques

Selon le *Guide sur le recyclage des matières résiduelles fertilisantes*, l'analyse du pourcentage de matière organique, sur une base sèche, est fréquemment requise. Les **dioxines et furanes sont également des** paramètres chimiques organiques fréquemment exigés pour la caractérisation de certains résidus de MRF.

D'autres paramètres peuvent être requis dans des cas particuliers de risque élevé de contamination par des HAP, des composés organiques volatils (COV) et semi-volatils (COSV), des composés phénoliques, du formaldéhyde et des hydrocarbures pétroliers (C₁₀-C₅₀). Dans ces cas, l'usage de tous les types de gants est proscrit pour manipuler, échantillonner et homogénéiser l'échantillon. L'utilisation d'une cuillère ou d'une louche en métal est requise pour éviter les contaminations par tout type de plastique. À noter que la décontamination du matériel devient, dans ces cas, une étape critique.

Note : Les HAP ainsi que les dioxines et furanes sont photosensibles. Les préleveurs doivent prendre les précautions nécessaires pour protéger les échantillons de la lumière.

Les échantillons doivent être prélevés selon la méthode décrite à la section 3.2.4.

3.2.1 Matériel requis

- Seau propre en métal d'environ 20 litres avec couvercle en métal;
- Contenant d'échantillonnage en verre ambré, en métal, ou en verre recouvert d'aluminium, gradué, d'environ un litre à grande ouverture avec couvercle, lorsque cela est nécessaire;
- Pellicule d'aluminium ou de téflon pour le couvercle, au besoin;
- Cuillère ou louche propre en métal;
- Blocs réfrigérants préalablement congelés;
- Glacière suffisamment grande pour contenir l'échantillon et plusieurs blocs réfrigérants;
- Pot en verre ambré ou en verre recouvert d'aluminium de un litre à grande ouverture avec couvercle pour l'envoi au laboratoire;
- Pelle en métal, au besoin;
- Surface en métal, en téflon ou en verre, au besoin;
- Thermomètre;
- Gants jetables de latex ou de nitrile;
- Eau savonneuse, **eau de rinçage (facultatif)**, eau distillée et chiffon propre;
- Acétone, hexane et bidon de récupération.

3.2.2 Nettoyage et décontamination

Tout le matériel utilisé pour l'échantillonnage doit être disponible et propre sur le site de prélèvement. Il est suggéré de faire le nettoyage et la décontamination préalablement à l'échantillonnage. Par contre, il est possible de le faire sur les lieux d'échantillonnage. Comme le mentionne le *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales, Cahier 1 – Généralités*, ce n'est pas le nombre ni la diversité des nettoyeurs qui sont garants d'un nettoyage efficace, mais bien le soin qu'apporte le préleveur à chacune des étapes de la décontamination.

Suivre la procédure suivante :

- Lavage à l'eau savonneuse;
- Rinçage à l'eau du robinet (**facultatif**);
- Rinçage à l'eau distillée;
- Rinçage à l'acétone;
- Deux rinçages distincts à l'hexane;
- Rinçage à l'acétone;
- Séchage à l'air libre.

Les rinçages à l'acétone et à l'hexane doivent être faits de façon à mouiller suffisamment la surface avec le solvant, afin de dissoudre et d'éliminer, par contact, toute trace de contaminant organique qui pourrait s'être fixé au métal. **Afin de bien rincer toute** la surface du matériel **on doit voir le solvant ruisseler**.

Si toutefois les installations ne permettent pas ce genre de décontamination du matériel de façon sécuritaire, une entente avec le laboratoire responsable des analyses peut être conclue afin que celui-ci fournisse le matériel nécessaire à l'échantillonnage et qu'il fasse lui-même la décontamination.

L'ensemble du matériel servant à l'échantillonnage doit être gardé dans un endroit adéquat ou dans un contenant en métal protégé des contaminations.

3.2.3 Identification du matériel

Les seaux et les pots doivent être étiquetés avant chaque période de prélèvement et porter des numéros associés au point de prélèvement et au type d'analyse. Le seau ou le pot utilisé à un point de prélèvement doit avoir le même numéro que le contenant qui sera expédié pour analyse. Dans le cas de l'échantillonnage en continu, il est aussi possible d'identifier la glacière au lieu du seau, si cette glacière ne contient qu'un seul seau et un seul échantillon composite pour toute la campagne d'échantillonnage.

Lorsqu'il n'y a qu'un seul point d'échantillonnage et qu'il n'y a vraiment aucune possibilité de confondre les contenants d'échantillonnage, il est acceptable de ne pas les identifier.

3.2.4 Méthode d'échantillonnage

Un échantillon instantané de un litre est pris à la sortie du point de prélèvement avec une cuillère ou une louche en métal. Si cela est jugé sécuritaire, le prélèvement de matières solides peut également se faire de façon manuelle avec des gants jetables neufs. On place ensuite l'échantillon dans un contenant adéquat avec couvercle afin d'uniformiser à un litre tous les échantillons prélevés. Un contenant sans couvercle demeure acceptable dans la mesure où le transfert de l'échantillon est immédiat, et qu'il n'y a pas de risque de contamination aéroportée. Tous les échantillons instantanés de un litre sont transférés dans un seau en métal d'environ 20 litres et sont conservés à une température avoisinant 6 °C, pendant toute la durée de la campagne d'échantillonnage. La température dans la glacière doit être vérifiée et notée toutes les heures ou à chaque prise d'échantillon. Le thermomètre ne doit jamais être placé directement en contact avec les

blocs réfrigérants, mais dans le seau contenant l'échantillon ou dans une section représentative de la température à l'intérieur de la glacière.

Lorsque tous les échantillons ont été prélevés et placés dans un contenant adéquat, l'échantillon composite est alors homogénéisé au moyen de la louche en métal. En vue de l'analyse **du pourcentage de matière organique** et des dioxines et furanes, il est possible d'utiliser des gants jetables ou de type vétérinaire pour faire l'homogénéisation (voir la section 3).

Si le volume de l'échantillon est égal ou inférieur à 10 litres, une fraction de un litre de cet échantillon composite est transférée dans un contenant de verre adéquat préalablement étiqueté. Un papier d'aluminium ou une membrane de téflon (**si le couvercle n'en contient pas**) doit être posé sur l'ouverture du pot et le couvercle doit être vissé fermement. Le contenant est alors prêt à être acheminé au laboratoire selon la méthode décrite à la section 3.4.

Si le volume de l'échantillon est supérieur à 10 litres, le fractionnement doit être réalisé par la technique du quartage. Pour diviser l'échantillon, on doit vider le contenu sur une surface **adéquate, suffisamment grande** pour recevoir le matériel **et pour qu'on puisse faire le mélange** sans débordement. À l'aide d'une pelle en métal, on doit faire un tas de forme régulière et le diviser en quatre. On doit jeter deux quarts opposés, combiner les deux restants et répéter le procédé jusqu'à l'obtention d'un échantillon composite de la taille voulue. Un litre de cet échantillon composite est transféré dans un contenant adéquat, préalablement étiqueté, qui se referme avec un couvercle. Si des analyses de composés organiques sont prévues, ce couvercle doit être doublé d'une pellicule de téflon ou d'aluminium.

3.3 Échantillonnage des MRF produites en discontinu

L'échantillonnage d'une production de MRF en discontinu doit être réalisé dans les cas où la production en continu est irrégulière, où les procédés sont inhabituels, ou lorsque le point d'échantillonnage pour le prélèvement en continu n'est pas accessible ou non sécuritaire.

L'échantillonnage des MRF durant la production en continu doit être priorisé.

Le protocole qui suit s'applique aux résidus solides produits en discontinu. Selon les paramètres qu'il faut analyser, le préleveur choisira le matériel, son identification et les méthodes de nettoyage et de décontamination décrits à section 3.1 ou 3.2. Cependant, le prélèvement des échantillons ponctuels doit être fait selon la méthode décrite à la section 3.3.1.

3.3.1 MRF en amas : méthode d'échantillonnage

Au moins 10 échantillons ponctuels doivent être prélevés pour réaliser l'échantillon composite si le volume de l'amas est inférieur à 400 m³. Si le volume de l'amas est supérieur à 400 m³, le nombre de prélèvements est déterminé par la formule suivante :

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

où n est le nombre de prélèvements et V est le volume en mètres cubes (m³). Il est recommandé de ne pas dépasser 30 échantillons.

Le maximum de 30 échantillons s'applique à un amas ayant un volume maximal de 3 600 m³. Lorsque l'amas a un volume supérieur à 3 600 m³, le fractionnement en sections (théorique, non réel) est obligatoire. L'évaluation du nombre d'échantillons ponctuels doit être faite avec la même formule pour chaque section. Par exemple, pour un amas de 5 000 m³, l'amas est séparé en deux sections de 2 500 m³ (< 3 600 m³). Vingt-cinq (25) échantillons ponctuels doivent être prélevés pour constituer un échantillon composite pour chacune des sections. Dans cet exemple, deux échantillons composites sont à analyser.

L'échantillonnage doit être représentatif de l'amas; il faut donc s'assurer de couvrir la totalité de l'amas en le quadrillant, par exemple, en un nombre de sections correspondant au nombre d'échantillons ponctuels déterminé précédemment. Un échantillonnage doit être réalisé sur un volume de matière suffisamment grand pour qu'on puisse évaluer les caractéristiques de la matière qui sera valorisée.

Lorsque les puits de prélèvement sont établis et représentent bien l'ensemble de l'amas, on peut s'en servir pour le prélèvement des échantillons pour toutes les analyses, en suivant avec soin le protocole établi dans ce document pour chacune de ces analyses.

On doit prélever des échantillons ponctuels de volume identique, au minimum entre 0,5 et 1 litre⁴, à une profondeur variant entre 30 centimètres et un mètre, en alternant en haut, au centre et en bas de l'amas. Les échantillons ponctuels doivent être prélevés avec un outil d'échantillonnage adéquat (voir les spécifications pour les paramètres organiques ou inorganiques). Les échantillons ponctuels sont déposés dans le seau approprié (voir les spécifications pour les paramètres organiques ou inorganiques). Le seau doit être tenu fermé entre les prélèvements d'échantillons ponctuels.

Lorsque tous les échantillons ponctuels ont été prélevés et déposés dans le seau, le contenu est alors homogénéisé adéquatement avec un équipement approprié aux paramètres chimiques à analyser. Il est possible d'utiliser des gants jetables ou de type vétérinaire pour faire l'homogénéisation (voir la section 3 et les spécifications pour les paramètres organiques ou inorganiques).

Si le volume de l'échantillon est égal ou inférieur à 10 litres, une fraction de un litre de ce contenu est prélevée et transférée dans un contenant préalablement étiqueté et approprié aux paramètres chimiques à analyser (voir les spécifications pour les paramètres inorganiques ou organiques aux sections 3.1 et 3.2 respectivement). Il est ensuite acheminé au laboratoire selon la méthode décrite à la section 3.4. **Le volume de l'échantillon doit être adapté dans les cas de matières végétales pour les analyses de corps étrangers.**

Si le volume de l'échantillon est supérieur à 10 litres, son fractionnement est réalisé selon la technique du quartage (voir la section 3.1.4 ou 3.2.4 pour la description de la technique de quartage appropriée à l'analyse désirée). L'échantillon composite obtenu est transféré dans un contenant refermable, préalablement étiqueté et approprié aux paramètres chimiques à analyser (voir les spécifications pour les paramètres inorganiques ou organiques aux sections 3.1.1 et 3.2.1 respectivement). Il est ensuite acheminé au laboratoire selon la méthode décrite à la section 3.4.

3.4 Transport des échantillons

Les modalités du transport des échantillons doivent être déterminées avant de commencer la campagne d'échantillonnage. Les échantillons doivent être emballés correctement pour assurer leur intégrité. Il faut utiliser une glacière convenablement isolée et ajuster le nombre, le volume et la position des agents réfrigérants (congelés) en fonction du nombre, de la masse et de la température initiale des échantillons de façon à les refroidir. Dans tous les cas, il faut s'assurer que les échantillons sont envoyés le plus rapidement possible au laboratoire.

⁴ Il s'agit du volume d'échantillonnage minimal dans les cas où il n'y a aucune autre obligation à respecter. **Il est exigé d'échantillonner 2 litres pour l'échantillonnage de corps étrangers et 5 L pour les matières végétales. La capacité de tous les autres contenants devra être ajustée en fonction de ces volumes.**

4. Échantillonnage pour l'analyse des paramètres microbiologiques

Pour les MRF produites en continu, un échantillon instantané est prélevé à même la chaîne de production. Dans les cas où les MRF sont rejetées vers plusieurs canaux de sortie, tous les canaux doivent être échantillonnés de façon équivalente. La prise d'échantillons de microbiologie devrait se faire dans la dernière heure de la période de 8 heures d'échantillonnage afin de minimiser le délai de conservation entre le prélèvement et les analyses (maximum de 48 heures). Il est possible de recueillir l'échantillon plus tôt dans la journée, si le but est de l'expédier au laboratoire plus rapidement que les autres échantillons.

Pour les MRF produites en discontinu, des échantillons ponctuels sont prélevés dans l'amas pour former un échantillon composite.

Pour le paramètre « salmonelles » et afin de vérifier le critère d'absence dans l'échantillon, l'analyse doit être faite sur trois échantillons différents. L'exigence sera respectée s'il y a absence de salmonelles dans au moins deux des trois échantillons analysés.

4.1 Échantillonnage des MRF produites en continu pour l'analyse des paramètres microbiologiques

4.1.1 Matériel requis

- Sacs d'échantillons stériles en polyéthylène ou en un autre matériel résistant, d'une épaisseur d'environ 65 ou 75 microns, munis d'un système de fermeture intégré. Le sac doit de préférence avoir une grande ouverture. Une dimension d'environ 20 centimètres de largeur sur 30 centimètres de longueur est recommandée. Le sac doit pouvoir contenir un litre de matière et avoir suffisamment d'espace pour être refermé de façon hermétique;
- Gants jetables de latex ou de nitrile, ou d'une matière similaire;
- Solution d'éthanol ou d'isopropanol à 70 % (concentration optimale de désinfection) ou tampons de préparation à l'alcool emballés individuellement contenant 70 % d'isopropanol ou d'éthanol. Une solution commerciale d'éthanol dénaturée contenant 85 % d'éthanol et 15 % de méthanol à laquelle est ajoutée de l'eau distillée peut également être utilisée, pourvu que la concentration finale d'éthanol soit de 70 %;
- Bouteille de plastique avec pistolet vaporisateur résistant à l'alcool;
- Papier absorbant propre;
- Contenant de plastique avec couvercle **réservé** au matériel désinfecté, si nécessaire;
- Blocs réfrigérants préalablement congelés;
- Glacière suffisamment grande pour contenir l'échantillon et plusieurs blocs réfrigérants;
- Eau savonneuse, **eau de rinçage (facultatif)**, eau distillée et chiffon propre;
- **Tout autre équipement d'échantillonnage (cuillère, louche propre, etc.), si requis.**

Le matériel d'échantillonnage doit être entreposé dans un endroit propre ou dans un contenant protégé des contaminations.

4.1.2 Nettoyage et désinfection

Tout le matériel réutilisable (contenant, cuillère, etc.) doit être nettoyé à l'eau savonneuse, rincé avec l'eau du robinet (facultatif), puis faire l'objet d'un rinçage final avec de l'eau distillée. Il peut être asséché à l'air libre ou encore à l'aide de papier absorbant propre. Le nettoyage à l'eau savonneuse et le rinçage à l'eau distillée peuvent être faits avant l'arrivée sur le site de prélèvement, pour autant que le matériel nettoyé soit transporté jusqu'à ce site dans un contenant propre protégé des contaminations. S'il y a un endroit approprié dans l'usine, le matériel peut être nettoyé et rincé à l'eau distillée sur place.

Quant à la désinfection à l'alcool, elle doit se faire sur le site d'échantillonnage. Juste avant de manipuler le matériel, le préleveur doit se laver les mains à l'eau savonneuse et les sécher. À défaut d'eau et de savon, il doit les vaporiser avec de l'éthanol à 70 % ou utiliser des tampons de préparation à l'alcool ou une solution désinfectante. Par la suite, il doit enfiler des gants, les désinfecter en les vaporisant à l'éthanol à 70 %, puis désinfecter l'intérieur et l'extérieur du contenant **réservé au matériel désinfecté**, de même que tout outil qui servira à faire le prélèvement (ex. : cuillère). Le préleveur doit également désinfecter l'extérieur des sacs d'échantillons en vaporisant de l'éthanol à 70 % ou en utilisant des tampons de préparation à l'alcool. **Pour conserver la stérilité du sac, il ne doit pas briser le sceau.**

Si d'autres outils sont utilisés pour faire le prélèvement, ils sont traités de la même façon.

Le matériel désinfecté est laissé à sécher pendant au moins une minute dans le contenant réservé à cet effet sec ou à un endroit à l'abri de toute contamination aéroportée, et préalablement désinfecté. À la fin de la période d'une minute d'attente et pour accélérer le séchage, il est possible d'essuyer le matériel avec du papier absorbant propre. Il est important que le matériel qui entre en contact avec le substrat à échantillonner soit sec, autrement, les résultats d'analyse peuvent être faussés.

En tout temps après sa désinfection, lorsque le matériel entre en contact avec toute surface non désinfectée autre que le matériel à échantillonner, il doit être désinfecté de nouveau.

4.1.3 Identification du matériel

Le sac est étiqueté, après sa désinfection ou immédiatement après le prélèvement, et doit porter un numéro associé au point de prélèvement. Le sac peut également être étiqueté avant sa désinfection, si de l'encre indélébile est utilisée.

4.1.4 Méthode d'échantillonnage

Lorsqu'il s'apprête à prendre l'échantillon, le préleveur enfle des gants et les désinfecte en les vaporisant d'alcool ou en utilisant des tampons de préparation à l'alcool. Pour optimiser la désinfection, frotter les mains gantées ensemble est une étape importante, qui permet de bien répartir l'alcool sur toute la surface des gants. Le préleveur frotte ses mains gantées ensemble jusqu'à ce qu'elles soient complètement sèches. Par la suite, il s'assure de ne rien toucher d'autre que le sac d'échantillons et le matériel d'échantillonnage préalablement traité à l'alcool. Il prélève de façon sécuritaire un échantillon d'environ un litre de MRF avec une main ou avec un outil désinfecté et séché, pour le placer dans le sac qu'il referme aussitôt.

Il étale les MRF uniformément à l'intérieur du sac en réduisant le plus possible le volume des particules, afin d'offrir le maximum de surface de contact pour le refroidissement. Après que le sac a été rempli et fermé, il doit être clairement identifié, si ce n'est pas déjà fait, et l'identification choisie doit correspondre à un point de prélèvement.

Le sac est ensuite immédiatement placé entre deux blocs réfrigérants. Juste avant ou après avoir déposé l'échantillon dans la glacière, il note l'heure sur le registre d'échantillonnage. Dans le cas où plus d'un échantillon est prélevé, la température doit être notée dans le registre d'échantillonnage toutes les heures ou chaque fois qu'un échantillon est ajouté dans la glacière, jusqu'au moment de l'envoi pour l'analyse.

4.2 Échantillonnage des MRF produites en discontinu pour l'analyse des paramètres microbiologiques

4.2.1 Matériel requis

- Sacs d'échantillons stériles, en polyéthylène ou en un autre matériel résistant, d'une épaisseur d'environ 65 ou 75 microns, munis d'un système de fermeture intégré. Le sac doit de préférence avoir une grande ouverture. Une dimension d'environ 20 centimètres de largeur sur 30 centimètres de longueur est recommandée. Le sac doit pouvoir contenir un litre de matière et avoir suffisamment d'espace pour être refermé de façon hermétique;
- Gants jetables de latex ou de nitrile ou d'une matière équivalente;
- Solution d'éthanol ou d'isopropanol à 70 % (concentration optimale de désinfection) ou tampons de préparation à l'alcool emballés individuellement contenant 70 % d'isopropanol ou d'éthanol. Une solution commerciale d'éthanol dénaturée contenant 85 % d'éthanol et 15 % de méthanol à laquelle est ajoutée de l'eau distillée peut également être utilisée, pourvu que la concentration finale d'éthanol ou d'isopropanol soit de 70 %;
- Bouteille de plastique avec pistolet vaporisateur résistant à l'alcool;
- Papier absorbant propre;
- Contenant de plastique avec couvercle **réservé au matériel désinfecté**⁵ au matériel désinfecté;
- Seau propre en plastique d'environ 20 litres avec couvercle;
- Cuillère ou louche propre;
- Toile de plastique;
- Pelle en plastique;
- Blocs réfrigérants préalablement congelés;
- Glacière suffisamment grande pour contenir l'échantillon et plusieurs blocs réfrigérants;
- Thermomètre (s'il y a plus d'un échantillon composite);
- Eau savonneuse, **eau de rinçage (facultatif)**, eau distillée et chiffon propre.

Le matériel d'échantillonnage doit être entreposé dans un endroit propre ou dans un contenant protégé des contaminations.

4.2.2 Nettoyage et désinfection

Tout le matériel réutilisable (seau, cuillère, pelle, **gants de type vétérinaire**, etc.) doit être nettoyé à l'eau savonneuse, **rincé avec l'eau du robinet (facultatif)**, puis faire l'objet d'un rinçage à l'eau distillée avant le départ pour le site d'échantillonnage. Il peut être asséché à l'aide de papier absorbant propre. Il est ensuite transporté dans des contenants propres. Quant à la désinfection à l'alcool, elle doit se faire sur le site d'échantillonnage, juste avant la manipulation du matériel.

Sur le site de prélèvement et avant de désinfecter le matériel, le préleveur doit se laver les mains à l'eau savonneuse et les sécher. À défaut d'eau et de savon, il doit les vaporiser avec de l'éthanol à 70 % ou utiliser des tampons de préparation à l'alcool ou une solution désinfectante. Par la suite, il enfile des gants, les désinfecte en les vaporisant à l'éthanol à 70 %, puis désinfecte l'intérieur et l'extérieur du contenant

⁵ Le contenant **réservé au matériel désinfecté** n'est pas obligatoire si le préleveur a un moyen de protéger le matériel désinfecté des microorganismes autres que ceux de l'amas échantillonné.

réservé au matériel désinfecté et du seau (y compris la poignée), de même que tout outil qui servira à faire le prélèvement (ex. : seau, cuillère). Le préleveur désinfecte également l'extérieur des sacs d'échantillons en vaporisant de l'éthanol à 70 % ou en utilisant des tampons de préparation à l'alcool. **Pour conserver la stérilité du sac, il ne doit pas briser le sceau.**

Si d'autres outils sont utilisés pour faire le prélèvement, ils sont traités de la même façon.

Le matériel désinfecté, à l'exception du seau, est laissé à sécher pendant au moins une minute dans le contenant **réservé au matériel désinfecté** ou à un endroit à l'abri de toute contamination aéroportée, et préalablement désinfecté. À la fin de la période d'une minute d'attente et pour accélérer le séchage, il est possible d'essuyer le matériel avec du papier absorbant propre. Il est important que le matériel qui entre en contact avec le substrat à échantillonner soit sec, autrement, les résultats d'analyse peuvent être faussés.

En tout temps après sa désinfection, lorsque le matériel entre en contact avec toute surface non désinfectée autre que le matériel à échantillonner, il doit être désinfecté de nouveau.

4.2.3 Identification du matériel

Le seau doit être étiqueté après sa désinfection, à moins d'avoir une identification résistante à l'éthanol, mais avant le prélèvement. Il doit porter un numéro associé au point de prélèvement. Le seau utilisé à un point de prélèvement doit avoir le même numéro que le sac qui sera expédié pour analyse.

Le sac est étiqueté, après sa désinfection ou immédiatement après le prélèvement, et doit porter un numéro associé au point de prélèvement. Le sac peut également être étiqueté avant sa désinfection, si l'encre utilisée n'est pas effacée par l'alcool.

4.2.4 Méthode d'échantillonnage

Au moins 10 échantillons ponctuels doivent être prélevés pour réaliser l'échantillon composite si le volume de l'amas est inférieur à 400 m³. Si le volume de l'amas est supérieur à 400 m³, le nombre de prélèvements est déterminé par la formule suivante :

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

où n est le nombre de prélèvements et V est le volume en mètres cubes (m³). Il est recommandé de ne pas dépasser 30 échantillons.

Le maximum de 30 échantillons s'applique à un amas ayant un volume maximal de 3 600 m³. Lorsque l'amas a un volume supérieur à 3 600 m³, le fractionnement en sections (théorique, non réel) est obligatoire. L'évaluation du nombre d'échantillons ponctuels doit être faite avec la même formule pour chaque section. Par exemple, pour un amas de 5 000 m³, l'amas est séparé en deux sections de 2 500 m³ (< 3 600 m³). Vingt-cinq (25) échantillons ponctuels doivent être prélevés pour constituer un échantillon composite pour chacune des sections. Dans cet exemple, deux échantillons composites sont à analyser.

Lorsqu'il est prêt à échantillonner, le préleveur met les gants et les désinfecte en les vaporisant d'alcool ou en les enduisant d'alcool en utilisant des tampons de préparation à l'alcool. Pour optimiser la désinfection, il doit frotter ses mains gantées ensemble pour bien répartir l'alcool sur toute la surface des gants. Le préleveur frotte ses mains gantées ensemble jusqu'à ce qu'elles soient complètement sèches. Par la suite, il s'assure de ne rien toucher d'autre que le matériel désinfecté.

L'échantillonnage doit être représentatif de l'amas; il faut donc s'assurer de couvrir l'ensemble de l'amas en le quadrillant, par exemple, en un nombre de sections correspondant au nombre d'échantillons

ponctuels déterminé précédemment. Un échantillonnage doit être réalisé sur un volume de matière suffisamment grand pour qu'on puisse évaluer les caractéristiques de la matière qui sera valorisée. Lorsque les puits de prélèvement sont établis et représentent bien l'ensemble de l'amas, ils peuvent servir au prélèvement des échantillons.

Il faut prélever des échantillons ponctuels de volume identique, au minimum entre 0,5 et 1 litre, à une profondeur variant entre 30 centimètres et un mètre, en alternant en haut, au centre et en bas de l'amas. Les échantillons ponctuels peuvent être prélevés avec une cuillère ou une pelle en plastique désinfectée. Si l'échantillon est pris avec une main gantée, le préleveur doit être en mesure de démontrer que tous les puits d'échantillonnage ont fait l'objet d'un prélèvement de volume identique. Les échantillons ponctuels sont déposés dans le seau désinfecté. Le préleveur remet le couvercle sur le seau entre chaque prise d'échantillon.

Lorsque tous les échantillons ponctuels ont été prélevés et déposés dans le seau, le contenu est alors homogénéisé adéquatement avec un outil ou des gants de type vétérinaire désinfectés, afin d'éviter toute contamination potentielle de l'échantillon (voir la section 3). Une fraction d'environ un litre de ce contenu est prélevée et transférée dans un sac stérile approprié qui est refermé aussitôt.

On étale les MRF uniformément à l'intérieur du sac en réduisant le plus possible le volume des particules, afin d'offrir le maximum de surface de contact pour le refroidissement. Immédiatement après que le sac a été rempli et fermé, il doit être clairement identifié, si ce n'est pas déjà fait, et l'identification choisie doit correspondre à un lieu de prélèvement précis.

Si le volume de l'échantillon est supérieur à 10 litres, le fractionnement de celui-ci est réalisé selon la technique du quartage. Pour diviser l'échantillon, on doit vider le contenu sur une surface désinfectée. À l'aide d'une pelle désinfectée, on doit faire un tas de forme régulière et le diviser en quatre. On doit jeter deux quarts opposés, combiner les deux restants et répéter le procédé jusqu'à l'obtention d'un échantillon composite de la taille voulue. Cet échantillon composite est transféré dans un sac d'échantillonnage stérile qui est ou sera bien étiqueté.

On doit étaler les MRF uniformément à l'intérieur du sac en réduisant le plus possible le volume des particules, afin d'offrir le maximum de surface de contact pour le refroidissement. Le sac est ensuite placé immédiatement entre deux blocs réfrigérants. Juste avant ou après avoir déposé l'échantillon dans la glacière, on note l'heure sur le registre d'échantillonnage.

Dans le cas où plus d'un échantillon est prélevé (plus d'un échantillon composite), la température doit être notée dans le registre d'échantillonnage toutes les heures ou chaque fois qu'un échantillon est ajouté dans la glacière, jusqu'au moment de l'envoi pour l'analyse.

4.3 Transport des échantillons pour l'analyse des paramètres microbiologiques

Les modalités du transport des échantillons doivent être déterminées avant de commencer la campagne d'échantillonnage. Il est fortement recommandé d'aviser le laboratoire de l'arrivée d'échantillons qui doivent faire l'objet d'analyses microbiologiques. Les échantillons doivent être emballés correctement pour assurer leur intégrité et, dans la mesure du possible, les protéger contre la lumière. On doit utiliser une glacière convenablement isolée et ajuster le nombre, le volume et la position des agents réfrigérants (congelés) en fonction du nombre, de la masse et de la température initiale des échantillons de façon à les refroidir. Dans tous les cas, il faut s'assurer que les échantillons sont envoyés le plus rapidement possible au laboratoire (ex. : par courrier, dans un délai d'une heure, lorsque cela est possible).

5. Duplicata

Un duplicata est un second exemplaire **ou un sous-échantillon provenant** d'un échantillon **instantané ou composite** prélevé dans un but de contrôle et d'assurance de la qualité. **Un duplicata est un échantillon distinct de l'échantillon original.**

Un duplicata réalisé lors d'un échantillonnage vise à montrer la **constance de la méthode et de l'équipement** d'échantillonnage. L'échantillon peut être envoyé comme échantillon fantôme (dont l'identification du duplicata est inconnue du laboratoire). Le duplicata doit être représentatif de l'échantillon original et être identifié de façon **différente de celui-ci. Demander au laboratoire de faire deux analyses dans un même contenant d'échantillon ne représentent pas un duplicata d'échantillonnage.**

Un duplicata représente un sous-échantillon provenant d'un seul échantillon homogénéisé, qu'il soit **instantané** ou composite. Dans le cas d'un échantillon composite, les sacs ou les pots doivent être remplis en alternance à partir de l'échantillon composite, jusqu'à atteindre les volumes requis. En d'autres mots, un volume de l'échantillon composite est transféré dans le contenant de l'échantillon. Par la suite, un volume équivalent est transféré dans le contenant du duplicata et ainsi de suite en alternance, jusqu'à ce que les deux contenants soient remplis. Si l'échantillon composite a nécessité une étape de quartage, les deux derniers quarts opposés doivent être utilisés pour la préparation du duplicata, soit un quart dans le contenant de l'échantillon et le quart opposé dans le contenant du duplicata.

Lors d'un échantillonnage des MRF produites en continu, le duplicata pour l'analyse de *E. coli*, sera un échantillon instantané indépendant, prélevé de la même façon et dans la même période de temps que l'échantillon. Dans le cas des salmonelles, cette étape est répétée à trois reprises pour récolter trois échantillons distincts dans les mêmes conditions.

Un duplicata doit être réalisé sur un minimum de 10 % des échantillons pour les paramètres chimiques inorganiques, microbiologiques (*E. coli*) et pour les corps étrangers. Il faut donc retrouver, sur le registre d'échantillonnage, un duplicata à tous les 10 échantillons pour chacune des analyses déterminées dans le présent document.

Les duplicatas pour les paramètres chimiques doivent minimalement être analysés pour les métaux suivants : cuivre, cadmium, chrome, zinc, plomb. **Comme il est mentionné dans le document DR-12-MRF, l'écart maximal acceptable entre les résultats des duplicatas ne doit pas dépasser 50 %. Lorsque c'est le cas, une explication doit être fournie dans le rapport d'échantillonnage si la valeur est justifiable et acceptée, et une situation de non-conformité doit être notée dans le système de management.**

Les duplicatas microbiologiques ne sont applicables qu'à l'analyse d'*E. coli*. **On doit toujours analyser les salmonelles en triplicata afin de confirmer la présence ou l'absence de salmonelles pour deux échantillons sur trois.**

Références bibliographiques

AGENCE CANADIENNE D'INSPECTION DES ALIMENTS. *Méthodes d'échantillonnage pour les engrais* (T-4-114). Gouvernement du Canada, 1997, 8 p.

BUREAU DE NORMALISATION DU QUÉBEC. *Amendements organiques – Composts* (CAN/BNQ 0413-200). Norme nationale du Canada, 2016, 58 p.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse : normes et exigences* (DR-12-PALA). Québec, ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, 2012, 77 p.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Processus et exigences d'accréditation pour l'échantillonnage des matières résiduelles fertilisantes du secteur agricole* (DR-12-MRF). Ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2019, 22 p.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Programme d'accréditation d'échantillonnage environnemental* (DR-12-PAÉE). Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2015, 15 p.

HÉBERT, Marc. *Guide sur le recyclage des matières résiduelles fertilisantes : Critères de référence et normes réglementaires* – Édition 2015. Québec, ISBN-978-2-550-72954-9, 2015, 216 p.

MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE ET DE L'ALIMENTATION DE L'ONTARIO ET MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT DE L'ONTARIO. *Protocole d'échantillonnage et d'analyse dans le cadre du Règlement de l'Ontario 267/03 pris en application de la Loi de 2002 sur la gestion des éléments nutritifs*. 2012, 16 p.

MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DES PARCS. *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales, Cahier 5 – Échantillonnage des sols*. Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, 2010, 57 p. et annexes.

MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DES PARCS. *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales, Cahier 1 – Généralités*. Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, 2008, 58 p.

Annexe I

Mesures préventives relativement aux pathogènes pour les travailleurs manipulant des MRF de catégorie P2

Mesures préventives	
Vaccination	<ul style="list-style-type: none">• Programme habituel d'immunisation s'appliquant à toute la population
Équipement de protection	<ul style="list-style-type: none">• Gants jetables de type latex ou nitrile• Salopette ou combinaison jetable• Bottes ou couvre-chaussures• Visière de protection (lorsque la nature des travaux l'exige)• Savon antiseptique sans eau (volatil) ou serviettes nettoyantes jetables• Présence, à proximité des lieux de prélèvement, d'une trousse de premiers soins conforme aux exigences du Règlement sur les normes minimales de premiers secours et de premiers soins (RLRQ chapitre A-3.001, r. 10)
Mesures d'hygiène	<ul style="list-style-type: none">• Porter un équipement de travail propre.• Éviter de se frotter les yeux et la bouche ou de porter les mains au visage.• Se laver fréquemment les mains au cours d'une journée (conformément aux indications du CLSC), principalement avant de manger, de boire ou de fumer.• Garder ses ongles courts.• Ne jamais garder d'aliments, de boissons ou de tabac dans les poches de ses vêtements de travail.• Éviter d'échantillonner lors de grands vents qui provoquent une dérive de bioaérosols.• À la suite d'une coupure ou d'une lésion cutanée, désinfecter la blessure et la protéger afin d'éviter tout contact entre la partie blessée et les résidus.• Laver les vêtements et les équipements qui ont été en contact avec la MRF de catégorie P2 (bottes, roues du véhicule, marchepieds et plancher du véhicule, etc.).• Ne jamais apporter ses vêtements de travail sales à la maison. Les déposer plutôt dans un sac de plastique et en aviser la personne préposée au lavage.• Prendre une douche à l'établissement de travail à la fin de la journée et se laver les cheveux.

Annexe II

Exemple de registre des données d'échantillonnage

Mois : _____ Année : _____ Lieu d'échantillonnage : _____

Méthode d'échantillonnage¹ : _____ Volume de l'amas : _____

Identification de l'échantillon	Équipements de prélèvement	Date	Glacière (Temp. °C)	Heure	Types de résidus ²					Types d'analyses ³				Remarques ⁴	Préleveur
					D	P	P/S	M	C	CO	CI	M	CE		

¹ Méthode d'échantillonnage utilisée (adaptation conforme au *Protocole d'échantillonnage de matières résiduelles fertilisantes et dispositions particulières liées à l'accréditation*, DR-12-MRF-02).

² Types de résidus : D = désencrés; P = primaires; P/S = primaires-secondaires; M = mixtes (P/S + D ou autre, décrire le mélange); C = cendres.

³ Types d'analyses : CO = analyses chimiques organiques; CI = analyses chimiques inorganiques; M = analyses microbiologiques; CE = corps étrangers.

⁴ Décrire les anomalies ou particularités pouvant avoir une incidence sur la qualité de l'échantillon et indiquer toute modification de la méthode d'échantillonnage



**Environnement
et Lutte contre
les changements
climatiques**

Québec 