

Programme d'accréditation
d'échantillonnage environnemental

**PROTOCOLE D'ÉCHANTILLONNAGE DE
MATIÈRES RÉSIDUELLES FERTILISANTES**

**ET DISPOSITIONS PARTICULIÈRES
RELIÉES À L'ACCRÉDITATION**

DR-12-MRF-02
Édition : 17 juin 2015

Québec 

Pour toute information complémentaire sur les activités du **Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec** ou pour vous procurer nos documents, veuillez consulter notre site Web à l'adresse suivante : www.ceaeq.gouv.qc.ca

ou communiquer avec nous :

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec

Complexe scientifique

2700, rue Einstein, bureau E-2-220

Québec (Québec) G1P 3W8

Téléphone : 418 643-1301

Télécopieur : 418 528-1091

Courriel : ceaeq@mddelcc.gouv.qc.ca

Référence bibliographique :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole d'échantillonnage de matières résiduelles fertilisantes et dispositions particulières reliées à l'accréditation*, DR-12-MRF-02, Québec, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2015, 24 p.

Dépôt légal – Bibliothèque et Archives nationales du Québec, 2015

ISBN 978-2-550-73177-1 (PDF)

© Gouvernement du Québec, 2015

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
DÉFINITIONS	6
1 GÉNÉRALITÉS	9
1.1 Dispositions particulières reliées à l'accréditation	9
1.1.1 Registre d'échantillonnage	9
1.1.2 Correction d'erreurs.....	9
1.1.3 Audit interne.....	10
1.2 Aspects techniques particuliers	10
1.2.1 Équipement de protection.....	10
1.2.2 Types d'échantillons.....	10
2 ÉCHANTILLONNAGE POUR L'ANALYSE DES CORPS ÉTRANGERS	11
3 ÉCHANTILLONNAGE POUR L'ANALYSE DES PARAMÈTRES CHIMIQUES	11
3.1 Échantillonnage des MRF produites en continu pour l'analyse des paramètres inorganiques	12
3.1.1 Matériel requis.....	12
3.1.2 Méthode d'échantillonnage	12
3.2 Échantillonnage des MRF produites en continu pour l'analyse des paramètres organiques ...	13
3.2.1 Matériel requis.....	13
3.2.2 Méthode d'échantillonnage	13
3.3 Échantillonnage des MRF produites en discontinu	15
3.3.1 MRF en amas : méthode d'échantillonnage	15
3.4 Transport des échantillons	16
4 ÉCHANTILLONNAGE POUR L'ANALYSE DES PARAMÈTRES MICROBIOLOGIQUES	16
4.1 Échantillonnage des MRF produites en continu	16
4.1.1 Matériel requis.....	16
4.1.2 Méthode d'échantillonnage	17
4.2 Échantillonnage des MRF produites en discontinu	18
4.2.1 Matériel requis.....	18
4.2.2 Méthode d'échantillonnage	18
4.3 Transport des échantillons	20
5 DUPLICATA	21
BIBLIOGRAPHIE	22
ANNEXE I	23
ANNEXE II	24

INTRODUCTION

Ce document décrit la procédure d'échantillonnage des matières résiduelles fertilisantes (MRF) générées dans le secteur des pâtes et papiers et autres résidus solides provenant de procédés industriels. Il a pour objectif d'uniformiser les pratiques d'échantillonnage des MRF qui pourront être ultérieurement valorisées conformément aux lois, règlements et guides en vigueur au ministère du Développement durable, 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.

Ce protocole fait également partie des exigences d'accréditation pour les firmes (laboratoires, industries, consultants, etc.) intéressées à soumettre leur candidature dans le cadre du Programme d'accréditation d'échantillonnage environnemental (PAÉE) 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, il 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 qui doit être 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 principes et les lignes directrices édictés dans le présent document, même si la matière est attestée conforme ou partiellement conforme à une norme du Bureau de normalisation du Québec (BNQ).

Limitation

Ce document ne couvre pas l'échantillonnage des boues d'étang et de fosses septiques, puisque ces MRF ne requièrent pas l'accréditation de l'échantillonnage, selon le *Guide sur le recyclage des MRF*. Il ne couvre pas non plus l'échantillonnage de résidus liquides ou entreposés dans des réservoirs (camion, étang, citerne, etc.).

DÉFINITIONS

Les matières résiduelles fertilisantes solides les plus valorisées actuellement au Québec sont définies ci-après.

Amendements calciques et magnésiens (ACM)

Substances qui proviennent de procédés industriels, qui contiennent principalement du calcium ou du magnésium, ou les deux, sous une ou plusieurs formes, mais généralement sous forme d'oxydes, d'hydroxydes ou de carbonates, et qui sont destinées principalement à maintenir ou à améliorer la qualité des sols comme milieu de croissance des plantes, principalement en rehaussant le pH. Les ACM regroupent les cendres, les poussières de cimenteries, les boues de chaux de papetières, les coquilles d'oeufs et tous les autres résidus minéraux ou produits alcalins utilisés surtout pour élever le pH des sols ou amender le sol en calcium ou en magnésium.

Biosolides

Matières organiques putrescibles résiduelles, traditionnellement appelées « boues ». Ces matières solides ou semi-solides proviennent du traitement des eaux usées municipales, agroalimentaires ou industrielles.

Il y a plusieurs types de biosolides :

- **Biosolides de désencrage**
Amendement organique et/ou chaulant issus de l'industrie de pâtes et papiers. Boues produites par les cellules de désencrage, les cellules de flottation du procédé et les rejets d'épurateurs de l'atelier de désencrage.
- **Biosolides mixtes**
Boues généralement constituées d'une combinaison de biosolides primaires et secondaires, et parfois de biosolides de désencrage.
- **Biosolides municipaux**
Biosolides provenant du traitement des eaux usées débarrassées du gravier et des substances solides grossières.
- **Biosolides municipaux granulés**
Biosolides municipaux qui ont subi un traitement de séchage et de granulation.

- Biosolides primaires
Boues produites lors du traitement primaire qui est effectué par un équipement de clarification tel qu'un décanteur, une cellule de flottation ou une lagune de sédimentation.
- Biosolides secondaires
Boues produites lors du traitement biologique des effluents de la fabrique.

Cendres provenant des installations de combustion

Cendres volantes et cendres de grilles produites par la combustion d'écorces, de résidus de bois ou de biosolides.

Compost

Produit solide mature issu du compostage, qui est un procédé dirigé de bio-oxydation d'un substrat organique hétérogène solide incluant une phase thermophile.

Digestat

Résidu brut liquide, pâteux ou solide, issu de la biométhanisation de matières organiques.

Écorces et résidus de bois

Résidus comprenant les écorces, les sciures et les refus du classement de copeaux et de brindilles.

Production des MRF

La matière résiduelle fertilisante (MRF) est un sous-produit d'une activité industrielle ou autre activité. Il est recommandé de les échantillonner pendant la production régulière du produit principal, lors du processus en continu, à moins que cela ne soit pas possible.

- Production en continu
Procédé dans lequel la MRF est élaborée d'une façon continue ou ininterrompue, par un flux continu de matières pour une certaine période de temps durant la production. Cette période d'échantillonnage doit permettre de recueillir un échantillon représentatif de l'ensemble de la production d'une journée.
- Production en discontinu
Procédé dans lequel la MRF est obtenue en une ou plusieurs quantités déterminées, qui s'accumule ou s'entrepose en amas ou par lot. La production en discontinu, est fractionnée dans le temps ou l'espace, peut aussi concerner la fabrication de quantités relativement réduites de produits.

Résidus alcalins

Résidus comprenant les boues de chaux, les lies de liqueur verte et les rejets d'éteignoir. Ces résidus sont générés par les fabriques de pâtes et papiers qui utilisent le procédé kraft.

Terreau

Sol synthétique fabriqué par l'homme, à partir de divers matériaux, qui sert de milieu de croissance pour les plantes.

1 GÉNÉRALITÉS

1.1 Dispositions particulières reliées à l'accréditation

1.1.1 Registre d'échantillonnage

Il est essentiel de tenir un registre d'échantillonnage ordonné qui reflète les activités et qui relate tous les faits pertinents concernant les opérations d'échantillonnage. Ce registre doit décrire ou référer à la méthode d'échantillonnage utilisée et doit spécifier l'équipement de prélèvement utilisé. Le préleveur doit y inscrire les éléments suivants :

- l'identification de l'échantillon;
- le lieu, la date et l'heure du prélèvement;
- le type de résidu et d'analyse;
- la température dans la glacière;
- ses initiales.

De plus, toute particularité (conditions climatiques, etc.) ou modification à la méthode d'échantillonnage doit être notée. Un modèle de registre d'échantillonnage est proposé dans l'annexe II.

1.1.2 Correction d'erreurs

1.1.2.1 Correction des 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'erreur dans les rapports

Les corrections ou les ajouts à un rapport d'expertise après son émission doivent exclusivement faire l'objet d'un nouveau document, ou d'un transfert de données, portant la mention « Supplément au rapport d'essai, numéro de série ... [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, sur les lieux d'un échantillonnage, qu'administratif. La firme doit effectuer des audits internes de ses activités conformément à une procédure et à un calendrier prédéfinis, afin de vérifier que les échantillonnages continuent de se conformer aux exigences du présent document.

Le responsable scientifique doit préparer une planification annuelle des audits internes couvrant l'ensemble des activités d'échantillonnage ou de la portée d'accréditation, sur une période de deux ans. Les registres des audits doivent être conservés et un suivi doit être assuré dans le but de prendre les mesures pour corriger les non-conformités relevées lors de ces audits.

Il est suggéré que tous les préleveurs d'une firme fassent régulièrement l'objet des vérifications techniques effectuées lors des audits internes.

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 des gants de nitrile.

À chaque point de prélèvement, le préleveur doit changer de gants afin de minimiser la contamination croisée.

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. L'annexe I de ce document présente les mesures préventives relativement aux pathogènes pour les travailleurs manipulant des MRF de catégorie P2. Cette annexe est une adaptation du tableau 10.4 du *Guide sur le recyclage des matières résiduelles fertilisantes*.

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.

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 en matière inerte, propre et suffisamment grand.

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, l'échantillon composite doit être préparé en divisant par la technique du quartage.

2 ÉCHANTILLONNAGE POUR L'ANALYSE DES CORPS ÉTRANGERS

Lorsque l'analyse des corps étrangers est requise, il n'y a pas de problématique quant à la contamination chimique ou microbiologique de l'échantillon. Le matériel choisi par la firme pour l'échantillonnage peut être adapté selon le type de MRF et les mesures préventives de sécurité appropriées. Les échantillons composites devront avoir un volume minimum d'un litre. Le matériel utilisé doit permettre un échantillonnage représentatif de la matière dans son ensemble, tant en continu qu'en discontinu. Il est suggéré d'échantillonner en parallèle et suivre les mêmes étapes que lors de la prise d'échantillon pour les paramètres de chimie inorganique en continu et en discontinu.

3 ÉCHANTILLONNAGE POUR L'ANALYSE DES PARAMÈTRES CHIMIQUES

Les analyses requises sont présentées au tableau 6.1 du *Guide sur le recyclage des matières résiduelles fertilisantes*. 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 être réalisée sur une période représentative de la production de l'établissement industriel et des MRF. Les échantillons instantanés sont prélevés à intervalle régulier et à des volumes identiques. Un minimum de 8 échantillons instantanés doit être prélevé à des intervalles de 60 minutes.

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.

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

Les échantillons doivent être prélevés selon la méthode décrite à la section 3.1.2.

3.1.1 Matériel requis

- seau propre en plastique d'environ 20 litres avec couvercle;
- pots en plastique ou en verre d'environ un litre à grande ouverture avec couvercles;
- cuillère ou louche propre en plastique;
- sacs en plastique refermables (ou à fermeture à glissière);
- blocs réfrigérants préalablement congelés;
- glacière suffisamment grande pour contenir l'échantillon et plusieurs blocs réfrigérants;
- toile de plastique, au besoin;
- pelle en plastique, au besoin;
- thermomètre.

3.1.2 Méthode d'échantillonnage

Tout le matériel réutilisable doit être préalablement nettoyé avec de l'eau savonneuse, rincé avec de l'eau distillée et asséché 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.

Les seaux, les pots et les sacs doivent être étiquetés avant chaque période de prélèvement et porter des numéros associés au point de prélèvement. 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.

Un échantillon instantané est pris à la sortie du point de prélèvement avec l'instrument approprié. Si cela est jugé sécuritaire, le prélèvement de matières solides peut se faire également de façon manuelle avec des gants jetables neufs à chaque point de prélèvement. Cet échantillon instantané est ensuite placé dans un pot de plastique de un litre avec couvercle ou dans un sac de plastique refermable. 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 sont transférés dans un seau en plastique d'environ 20 litres et sont conservés dans un environnement avoisinant 4°C, et ce, pendant toute la durée de la campagne d'échantillonnage. La température dans la glacière doit être vérifiée et notée aux 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 une section représentative de la température à l'intérieur de la glacière.

Lorsque tous les échantillons ont été prélevés et accumulés dans le seau, l'échantillon composite est alors homogénéisé au moyen d'une cuillère ou d'une louche en plastique. Une fraction de 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.

Si le volume de l'échantillon dans le seau est supérieur à 10 litres, le fractionnement doit être réalisé par la technique de quartage. Pour diviser l'échantillon, vider le contenu sur une toile de plastique ou sur une surface adéquate. 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 et mélanger le matériel sans débordement. À l'aide d'une pelle en plastique, faire un tas de forme régulière et diviser le tas en quatre. 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 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 la matière organique, sur une base sèche, est fréquemment requise. Le seul paramètre chimique organique exigé pour la caractérisation de certains résidus de MRF, est celui des « dioxines et furannes ». Il est à noter que d'autres paramètres peuvent être requis dans des cas particuliers de risque élevé de contamination (les hydrocarbures aromatiques polycycliques, HAP, par exemple). Les échantillons doivent être prélevés selon la méthode décrite à la section 3.2.2.

3.2.1 Matériel requis

- seau propre en métal d'environ 20 litres avec couvercle en métal;
- pots en verre ambré d'environ un litre à grande ouverture avec couvercles;
- pellicule d'aluminium ou de téflon, au besoin;
- cuillère ou louche propre en métal;
- blocs réfrigérants préalablement congelés;
- glacière suffisamment grande pour contenir l'échantillon et plusieurs blocs réfrigérants;
- pelle en métal, au besoin;
- surface en métal ou en verre, au besoin;
- thermomètre.

3.2.2 Méthode d'échantillonnage

Tout le matériel utilisé pour l'échantillonnage doit être préalablement décontaminé selon la procédure suivante :

- lavage à l'eau savonneuse;
- rinçage à l'eau distillée;
- rinçage à l'acétone;

- deux rinçages à l'hexane;
- rinçage à l'acétone;
- séchage à l'air libre.

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 prise afin qu'il 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 propre ou dans un contenant protégé des contaminations.

Les seaux et les pots doivent être étiquetés avant chaque période de prélèvement et porter des numéros associés au point de prélèvement. Le seau utilisé à un point de prélèvement doit avoir le même numéro que le contenant expédié pour analyse.

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, changés à chaque point de prélèvement. L'échantillon est ensuite placé dans un pot de verre ambré avec couvercle. 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 sont transférés dans un seau en métal d'environ 20 litres. Ces échantillons sont conservés dans un environnement avoisinant 4 °C, et ce, pendant toute la durée de la campagne d'échantillonnage. La température dans la glacière doit être vérifiée et notée aux 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 une section représentative de la température à l'intérieur de la glacière.

Lorsque tous les échantillons ont été prélevés et placés dans un contenant approprié, l'échantillon composite est alors homogénéisé au moyen de la louche en métal. Une fraction d'un litre de cet échantillon composite est transférée dans un contenant de verre ambré préalablement étiqueté. Un papier d'aluminium ou une membrane de téflon doit être posé sur l'ouverture du pot (si le couvercle n'en contient pas) et le couvercle doit être vissé fermement. Le contenant est 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 de quartage. Pour diviser l'échantillon, vider le contenu sur une surface métallique ou sur une surface en verre. La superficie de la surface doit être suffisante pour recevoir et mélanger le matériel sans débordement. À l'aide d'une pelle en métal, faire un tas de forme régulière et diviser le tas en quatre. 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 également transféré dans un contenant de verre ambré qui se referme et qui a préalablement été étiqueté.

3.3 Échantillonnage des MRF produites en discontinu

L'échantillonnage en discontinu doit être réalisé dans les cas de production irrégulière, de procédé inhabituel, ou lorsque le point d'échantillonnage n'est pas accessible ou qu'il n'est pas sécuritaire.

Dans tous les autres cas, la méthode d'échantillonnage en continu doit être retenue.

Le protocole qui suit s'applique aux résidus solides produits en discontinu. Selon les paramètres qu'il faut analyser, le préleveur choisira le matériel et les méthodes d'échantillonnage des MRF produites en continu décrits à section 3.1 ou 3.2. Cependant, le prélèvement des échantillons ponctuels doit se réaliser selon la méthode décrite à la section 3.3.1.

3.3.1 MRF en amas : méthode d'échantillonnage

Un minimum de 10 échantillons ponctuels est prélevé 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 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 3600 m³. Lorsque l'amas a un volume supérieur à 3600 m³, le fractionnement en section (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 5000 m³, l'amas est séparé en deux sections de 2500 (< 3600 m³). 25 échantillons ponctuels doivent être prélevés pour constituer un échantillon composite pour chacune des sections. Un total de deux échantillons composites est à analyser.

L'échantillonnage doit être représentatif de l'amas; il faut donc s'assurer de couvrir toute la circonférence de l'amas en le quadrillant, par exemple, en un nombre de sections correspondant au nombre d'échantillons ponctuels déterminé précédemment. Des échantillons ponctuels de volume identique sélectionnés, entre 500 et 1000 ml, doivent être prélevés à une profondeur variant entre 30 cm et un mètre en alternant en haut, au centre et en bas de l'amas. Les échantillons ponctuels peuvent être prélevés avec un tube d'échantillonnage adéquat. Les échantillons ponctuels sont déposés dans le seau approprié. Le seau doit être tenu fermé entre les prélèvements d'échantillons ponctuels.

Lorsque tous les échantillons ponctuels ont été prélevés et accumulés dans le contenant, le contenu est alors homogénéisé adéquatement. Une fraction d'un litre de ce contenu est prélevée et transférée dans un contenant approprié aux paramètres

chimiques à être analysés, qui est refermable et préalablement étiqueté, afin d'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 est réalisé selon la technique de quartage. Pour diviser l'échantillon, vider le contenu sur une surface appropriée. À l'aide d'une pelle, faire un tas de forme régulière et diviser le tas en quatre. 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 également transféré dans un contenant approprié aux paramètres chimiques à être analysés, qui est refermable et préalablement étiqueté, afin d'être 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 adéquatement, pour assurer leur intégrité. Utiliser une glacière adéquatement 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 ÉCHANTILLONNAGE POUR L'ANALYSE DES PARAMÈTRES MICROBIOLOGIQUES

Selon le *Guide sur le recyclage des matières résiduelles fertilisantes*, les paramètres microbiologiques en continu et en discontinu peuvent être analysés. Pour les MRF produites en continu, un échantillon instantané est prélevé à même la chaîne de production et pour les MRF produites en discontinu, des échantillons ponctuels sont prélevés dans l'amas pour former un échantillon composite.

4.1 Échantillonnage des MRF produites en continu

4.1.1 Matériel requis

- sacs d'échantillons stériles de style « Stomacher Blender », modèle 400, en polyéthylène de 65 ou 75 microns d'épaisseur, munis d'un système de fermeture intégré, d'environ 20 cm de largeur par 30 cm de longueur;
- gants jetables de latex ou de nitrile;
- 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 dédié au matériel désinfecté;

- blocs réfrigérants préalablement congelés;
- glacière suffisamment grande pour contenir l'échantillon et plusieurs blocs réfrigérants;
- thermomètre.

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

4.1.2 Méthode d'échantillonnage

Sur le site de prélèvement, juste avant de manipuler le matériel, le préleveur doit se laver les mains à l'eau savonneuse et les sécher. Il peut aussi les vaporiser avec de l'éthanol à 70 % ou utiliser des tampons de préparation à l'alcool ou une solution désinfectante.

Ensuite, il nettoie à l'eau savonneuse, rince à l'eau distillée, puis désinfecte avec de l'éthanol à 70 % l'intérieur et l'extérieur du contenant dédié, de même que tout outil utilisé pour faire le prélèvement (ex. : cuillère). 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 protégé des contaminations. Par contre, la désinfection à l'alcool doit obligatoirement se faire sur le site. Le préleveur désinfecte également l'extérieur des sacs d'échantillons en vaporisant de l'éthanol à 70 % à l'aide d'une bouteille avec pistolet vaporisateur ou en utilisant des tampons de préparation à l'alcool. Le matériel désinfecté est déposé pendant au moins une minute dans le contenant dédié et laissé à sécher. Par la suite, 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, car les résultats d'analyse peuvent être faussés.

Lorsqu'il s'apprête à prendre l'échantillon, le préleveur met les gants et les désinfecte en les vaporisant d'alcool ou les enduisant d'alcool en utilisant des tampons de préparation à l'alcool. Pour optimiser la désinfection, le frottement des mains gantées ensemble est une étape importante, afin de bien répartir l'alcool sur toute la surface du gant. Il 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 pour le placer dans le sac qu'il referme aussitôt.

Immédiatement après que le sac ait été rempli et fermé, il doit être clairement identifié et l'identification choisie doit correspondre à un lieu de prélèvement précis. Le sac peut également avoir été identifié avant sa désinfection, si l'encre utilisée n'est pas effacée par l'alcool.

Les MRF sont étalées 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, l'heure

et la température sont notées 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 à toutes les heures ou à 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

4.2.1 Matériel requis

- sacs d'échantillons stériles de style « Stomacher Blender », modèle 400, en polyéthylène de 65 ou 75 microns d'épaisseur, munis d'un système de fermeture intégré, d'environ 20 cm de largeur par 30 cm de longueur;
- gants jetables de latex ou de nitrile;
- 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 dédié au matériel désinfecté;
- seau propre en plastique d'environ 20 litres avec couvercle;
- cuillère ou louche propre en plastique;
- toile de plastique;
- pelle en plastique;
- blocs réfrigérants préalablement congelés;
- glacière suffisamment grande pour contenir l'échantillon et plusieurs blocs réfrigérants;
- thermomètre.

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

4.2.2 Méthode d'échantillonnage

Tout le matériel réutilisable (cuillère, pelle, etc.) doit être nettoyé à l'eau savonneuse puis rincé avec de l'eau distillée juste 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.

Sur le site de prélèvement, 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.

Ensuite, il désinfecte l'intérieur et l'extérieur du contenant dédié et du seau (incluant la poignée), l'extérieur des sacs et la cuillère en vaporisant de l'éthanol à 70 % à l'aide

d'une bouteille avec pistolet vaporisateur ou en utilisant des tampons de préparation à l'alcool. 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 déposé pendant au moins une minute dans le contenant dédié et laissé à sécher. 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, car les résultats d'analyse peuvent être faussés.

Si le matériel entre en contact avec une surface contaminée après sa désinfection, il doit être désinfecté à nouveau.

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

Un minimum de 10 échantillons ponctuels est prélevé 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 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 3600 m³. Lorsque l'amas a un volume supérieur à 3600 m³, le fractionnement en section (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 5000 m³, l'amas est séparé en deux sections de 2500 (< 3600 m³). 25 échantillons ponctuels doivent être prélevés pour constituer un échantillon composite pour chacune des sections. Un total de deux échantillons composites est 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, le frottement des mains gantées ensemble est une étape importante, afin de bien répartir l'alcool sur toute la surface du gant. Il 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 toute la circonférence de l'amas en le quadrillant, par exemple, en un nombre de sections correspondant au nombre d'échantillons ponctuels déterminé précédemment. Des échantillons ponctuels de volume identique doivent être prélevés à une profondeur variant entre 30 cm 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. Les échantillons ponctuels sont déposés dans le seau

désinfecté. S'il y a un risque de contamination aéroportée, le préleveur remet le couvercle sur le seau entre chaque prise d'échantillon.

Lorsque tous les échantillons ponctuels ont été prélevés et accumulés dans le seau, le contenu est alors homogénéisé adéquatement. Une fraction d'environ un litre de ce contenu est prélevée et transférée dans un sac stérile approprié qu'il referme aussitôt.

Immédiatement après que le sac ait été rempli et fermé, il doit être clairement identifié et l'identification choisie doit correspondre à un lieu de prélèvement précis. Le sac peut également avoir été étiqueté avant sa désinfection, si l'encre utilisée n'est pas effacée par l'alcool. Le seau utilisé à un point de prélèvement doit avoir le même numéro que le sac qui sera expédié pour analyse.

Si le volume de l'échantillon est supérieur à 10 litres, la technique de quartage doit être utilisée pour le fractionnement de l'échantillon. Pour diviser l'échantillon, vider le contenu sur une surface désinfectée. À l'aide d'une pelle désinfectée, faire un tas de forme régulière et diviser le tas en quatre. Jeter deux quarts opposés, combiner les deux restants et répéter le procédé jusqu'à l'obtention d'un échantillon composite de la taille voulue. L'échantillon composite est transféré dans un sac d'échantillonnage stérile.

Les MRF sont étalées 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, l'heure et la température sont notées 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 à toutes les heures ou à chaque fois qu'un échantillon est ajouté dans la glacière, jusqu'au moment de l'envoi pour l'analyse.

4.3 Transport des échantillons

Il est fortement recommandé d'aviser à l'avance le laboratoire de l'arrivée d'échantillons qui doivent faire l'objet d'analyses microbiologiques. Les échantillons doivent être emballés adéquatement, pour assurer leur intégrité et, dans la mesure du possible, les protéger contre la lumière. Utiliser une glacière adéquatement 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. Il faut utiliser le moyen de transport le plus rapide possible vers le laboratoire d'analyse (ex. : par courrier, dans un délai d'une heure, lorsque cela est possible).

5 DUPLICATA

Un duplicata est un échantillon prélevé en double sur le terrain dans un but de contrôle et d'assurance de la qualité. Un duplicata réalisé dans le cadre d'un échantillonnage par une firme accréditée vise à montrer la répliquabilité de l'échantillon et des méthodes d'échantillonnage. Le duplicata doit être représentatif de l'échantillon original et il doit être identifié de façon distincte.

Lorsqu'un duplicata doit être prélevé, les sacs ou les pots doivent être remplis en alternance, jusqu'à atteindre les volumes requis. Si l'échantillon composite a nécessité une étape de quartage, les deux derniers quarts opposés doivent être utilisés pour la préparation du duplicata.

Un duplicata doit être réalisé sur un minimum de 10 % des échantillons pour les paramètres chimiques inorganiques, microbiologiques et pour les corps étrangers.

Les duplicatas pour les paramètres chimiques doivent minimalement être analysés pour les métaux suivants : cuivre, cadmium, chrome, zinc, plomb.

Pour les duplicatas microbiologiques, faire le duplicata sur le paramètre analysé seulement. Si les deux paramètres sont analysés, il est possible de seulement analyser les salmonelles, si le résidu est présumé de classe P1; ou le *E. coli*, s'il est présumé P2.

BIBLIOGRAPHIE

- AGENCE CANADIENNE D'INSPECTION DES ALIMENTS. *Méthodes d'échantillonnage pour les engrais* (T-4-114). Gouvernement du Canada, septembre 1997, 8 p.
- BUREAU DE NORMALISATION DU QUÉBEC. *Amendements organiques – Composts* (CAN/BNQ 0413-200). Norme nationale du Canada, janvier 2005, 44 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 du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, juin 2015.
- 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, mars 2015.
- MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE ET DE L'ALIMENTATION DE L'ONTARIO ET MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT DE L'ONTARIO. 2012 *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*. février 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, février 2010.
- MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DES PARCS. *Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse* (DR-12-PALA). Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, mars 2012.
- MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DES PARCS. *Guide sur le recyclage des matières résiduelles fertilisantes*, janvier 2012, 170 p. et Addenda 5, juillet 2013, 20 p.
- ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION. *Qualité de l'eau – Échantillonnage – Partie 13 : Lignes directrices pour l'échantillonnage de boues*- ISO 5667-13 :2011(F), 34 p.

ANNEXE I

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

(Adapté du Tableau 10.4 du *Guide sur le recyclage des matières résiduelles fertilisantes*)

MESURES PRÉVENTIVES	
Vaccination	<ul style="list-style-type: none">➤ Programme régulier d'immunisation s'appliquant à toute la population.
Équipement de protection	<ul style="list-style-type: none">➤ 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 (de type Wet-Ones®).➤ Présence, à proximité des points d'échantillonnage, 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 et 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 bio-aérosols.➤ 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 P2 (bottes, roues de véhicule, marchepieds et plancher de véhicule, etc.).➤ Ne jamais apporter ses vêtements de travail sales à la maison. Les déposer plutôt dans un sac de plastique et 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.

