

Protocole d'échantillonnage de matières résiduelles fertilisantes et dispositions particulières liées à l'accréditation

(DR-12-MRF-02)

Mise à jour : 26 août 2024

Coordination et rédaction

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

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

Dépôt légal – 2024

Bibliothèque et Archives nationales du Québec

ISBN 978-2-550-98482-5 (PDF)

ISBN 978-2-550-90542-4 (Édition précédente, PDF)

ISBN 978-2-550-83145-7 (Édition 2019, PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec - 2024

Table des matières

Introduction	1
Définitions	2
1. Généralités	3
1.1 Dispositions particulières liées à l'accréditation	3
1.2 Aspects techniques particuliers	4
2. Échantillonnage pour l'analyse des corps étrangers	4
3. Échantillonnage pour l'analyse des paramètres chimiques	5
3.1 Échantillonnage des MRF pour l'analyse des paramètres inorganiques	6
3.2 Échantillonnage des MRF pour l'analyse des paramètres organiques	8
3.3 Méthode d'échantillonnage des MRF produites en discontinu (en amas) pour l'analyse des paramètres inorganiques et organiques	10
3.4 Transport des échantillons	12
4. Échantillonnage pour l'analyse des paramètres microbiologiques	12
4.1 Échantillonnage des MRF produites en continu pour l'analyse des paramètres microbiologiques	12
4.2 Échantillonnage des MRF produites en discontinu pour l'analyse des paramètres microbiologiques	14
4.3 Transport des échantillons pour l'analyse des paramètres microbiologiques	17
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 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, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs. Ce document définit les dispositions particulières applicables à l'échantillonnage des MRF pour l'analyse chimique, 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 (PAÉE) en respectant les éléments précisés dans le document intitulé *Processus et exigences d'accréditation - Matières résiduelles fertilisantes* (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 conforme à une norme du Bureau de normalisation du Québec (BNQ).

Limitations

Ce document ne couvre ni l'échantillonnage des matières liquides, ni l'échantillonnage des substances perfluoroalkyliques et polyfluoroalkyliques (SPFA).

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).

Amas : accumulation de matières résiduelles fertilisantes formant une masse dont les propriétés sont représentatives du procédé de production régulier.

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

Désignation de l'emplacement de prélèvement : (L > S > P)

Lieu de prélèvement (L) : 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.

Site de prélèvement (S) : emplacement où l'échantillonnage est réalisé sur le lieu. 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 l'emplacement de l'amas ou tout autre emplacement retenu pour l'échantillonnage.

Point de prélèvement (P) : appellation donnée à un point exact où l'échantillon, ou une partie de celui-ci, est prélevé sur le site de prélèvement. 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 des puits creusés dans un amas lors de l'échantillonnage d'une MRF produite de façon discontinue.

Lot : une quantité de matière homogène produite plus d'une fois et non en continu, dont l'ensemble des productions est de même type et de même qualité.

Matière résiduelle fertilisante (MRF) : au sens du Guide sur le recyclage des matières résiduelles fertilisantes, il s'agit de « matières résiduelles dont l'emploi est destiné à entretenir ou à améliorer, séparément ou simultanément, la nutrition des végétaux, ainsi que les propriétés physiques et chimiques et l'activité biologique des sols ».

Production des MRF

Production en continu : procédé automatisé par lequel la matière est générée de façon continue sans interruption ou par lot.

Production en discontinu : procédé dans lequel la MRF est produite par des opérations successives, automatisées ou non, pouvant être interrompues, ou selon différentes séquences.

1. Généralités

1.1 Dispositions particulières liées à l'accréditation

1.1.1 Exigences du système de management

Le document DR-12-MRF *Processus et exigences d'accréditation – Matières résiduelles fertilisantes* précise les exigences du système de management pour l'échantillonnage des MRF à la section 5.2 et les exigences techniques à la section 5.3.

1.1.2 Feuille ou formulaire des données d'échantillonnage (ou feuille de terrain)

Il est essentiel de tenir un **enregistrement** 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 I). **Cette feuille ou ce formulaire** 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 :

- la date et l'heure de prélèvement;
- le lieu **d'échantillonnage**;
- **le site de prélèvement**;
- **le nombre et le type du ou des** points de prélèvement;
- l'équipement de prélèvement;
- le type de **matière**;
- la température dans la glacière;
- les types d'analyses;
- **l'identification de l'échantillon**;
- l'identification du préleveur.

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

1.1.3 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.

1.2 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, de **nitrile ou de toute autre matière spécifiquement recommandée pour ne pas contaminer l'échantillon selon le type d'analyse visée. Les gants doivent être** changés 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 II 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 **ou production en continu**) 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 amas 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 **de la matière à caractériser**.

Il s'agit d'abord de prélever chacun des échantillons ponctuels ou instantanés selon la même méthode d'échantillonnage, de bien les mélanger pour n'en former qu'un seul et de le transférer dans un contenant approprié pour la conservation et le transport au laboratoire.

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 et les mesures préventives de sécurité appropriées pour cette MRF. 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 envers ce paramètre. **Il est possible d'échantillonner les corps étrangers avec la prise d'échantillons pour d'autres paramètres. Toutefois, le matériel utilisé devra respecter les précautions des paramètres les plus exigeants et l'échantillonnage devra demeurer représentatif de la matière dans son ensemble, que celui-ci soit réalisé pour le procédé, en continu ou en discontinu.**

Le volume requis pour chacun des prélèvements constituant l'échantillon composite varie en fonction du type de MRF. Ce volume doit être égal ou supérieur à celui de l'échantillon envoyé au laboratoire :

1. Biosolides de stations mécanisées : un litre
 - a. Papetières
 - b. Municipales
 - c. Agroalimentaires

2. Amendements calciques et magnésiens : un litre
3. Compost : deux litres
4. Feuilles mortes et résidus verts triés à la source (matières végétales) : cinq litres
5. Tout autre type de MRF : deux litres

L'équipement doit permettre la prise du volume prescrit par un seul prélèvement, car la fragmentation du volume pourrait biaiser les résultats

Le volume final constituant l'échantillon composite devra être réduit, à l'aide de la technique du quartage, lorsque le volume de l'échantillon composite est supérieur à 10 litres. Le quartage devra réduire l'échantillon composite à un volume inférieur ou égal à 10 litres, ou légèrement supérieur à la somme des volumes d'échantillon requis pour l'envoi au laboratoire.

Note : Pour l'envoi des échantillons de 2 litres pour l'analyse des corps étrangers, nous recommandons l'utilisation de sacs de plastique refermables d'une épaisseur d'un minimum de 0,1 millimètre (100 microns). Le meilleur exemple de sac de cette catégorie est le sac de type « légal » et non un sac avec une fermeture à glissière.

L'envoi d'échantillons de 5 litres au laboratoire pour l'analyse des corps étrangers peut aussi se faire dans un sac de plastique d'une épaisseur d'un minimum de 0,1 millimètre (100 microns) sans fermeture, qui peut être fermé avec une attache autobloquante (aussi appelée « collier de serrage » ou « tie wrap »).

Les sacs de plastique ne sont pas adéquats pour des MRF contenant des corps étrangers tranchants, des branches d'arbres ou des matières avec des arêtes, qui peuvent perforer le plastique. Dans tous les cas, la firme a la responsabilité de trouver le contenant adéquat pour la MRF échantillonnée.

3. Échantillonnage pour l'analyse des paramètres chimiques

Précisions générales

Les analyses requises en fonction des types de MRF 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.

L'échantillonnage d'une production de MRF en discontinu doit être réalisé dans les cas où la production en continu est irrégulière, lorsque le point de prélèvement en continu n'est pas accessible ou qu'il n'est pas sécuritaire. L'échantillonnage en amas est requis pour les MRF importées, même si le procédé de production est en continu. En tout autre temps, l'échantillonnage des MRF durant la production en continu doit être priorisé.

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 même la chaîne de production, 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 si cette fréquence permet la représentativité de l'échantillon composite.

Lors de l'échantillonnage, lorsque possible, vous devez utiliser des outils décontaminés pour effectuer l'homogénéisation des MRF. La procédure de décontamination est décrite à la section 3.2.2. Au besoin, il est possible d'utiliser des gants à usage unique faits de latex ou de nitrile ou encore des gants type vétérinaire. À titre de rappel, les prélèvements ne doivent jamais être effectués à mains nues.

Les gants de type vétérinaire sont très fragiles et se brisent facilement. Pour éviter le rejet d'un échantillon causé par le bris d'un gant, il est notamment possible d'utiliser un gant jetable par-dessus ou en dessous du gant de type vétérinaire. Enfin, 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.

Si l'analyse des phtalates est requise, pour éviter la contamination de l'échantillon, l'utilisation de gants lors de l'échantillonnage ou de l'homogénéisation de l'échantillon composite est proscrite. Dans ce cas, pour tous les types de MRF, des outils ou des instruments en métal propres et décontaminés doivent être utilisés pour toutes les étapes de l'échantillonnage.

La directive pour la conservation des échantillons (après chaque prélèvement et après la préparation des échantillons destinés au laboratoire d'analyse), peu importe le procédé, 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 pour l'analyse des paramètres inorganiques¹

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 **minimale** d'un litre à grande ouverture avec couvercles, lorsque cela est nécessaire;
- Pots à échantillon en plastique ou en verre, d'une capacité **minimale** d'un litre à grande ouverture avec couvercles pour l'envoi au laboratoire;
- Sacs en plastique refermables (ou à fermeture à glissière) d'un volume d'un litre **ou plus**, 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;
- Toile de plastique, au besoin;
- Pelle en plastique, au besoin;
- Thermomètre (**pour le procédé en discontinu, il est exigé seulement s'il y a plus d'un échantillon dans la campagne d'échantillonnage**);
- Gants jetables de latex ou de nitrile (gants de vétérinaire jetables, si utilisés);
- Eau savonneuse, eau de rinçage (facultatif), eau distillée et chiffon propre.

¹ Ces paramètres peuvent comprendre le pouvoir neutralisant et le phosphore total (P₂O₅) lorsque cela est nécessaire.

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. **Pour le procédé en continu**, il est possible d'identifier la glacière au lieu du seau, si cette glacière ne contient qu'un échantillon composite pour toute la campagne d'échantillonnage.

Lorsqu'il n'y a qu'un seul **site de prélèvement** 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 du procédé en continu pour l'analyse des paramètres inorganiques

Pour les MRF produites en continu, un échantillon instantané est prélevé à même la chaîne de production (voir les précisions générales à la section 3). 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 d'un litre est pris à la sortie du ou des points de prélèvement **préférentiellement** avec l'instrument approprié. Si cela n'est pas possible, 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 d'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 les précisions générales à 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.

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 pour l'analyse des paramètres organiques

Pour la caractérisation de certaines MRF en vertu du tableau 6.1 du *Guide sur le recyclage des matières résiduelles fertilisantes* ou selon la norme BNQ correspondante, l'analyse de paramètres chimiques organiques est exigée.

Les paramètres organiques les plus fréquemment suivis dans les MRF sont : dioxines et furanes, HAP, composés organiques volatils (COV) et semi-volatils (COSV), composés phénoliques, formaldéhyde et hydrocarbures pétroliers (C₁₀-C₅₀). *Tel qu'indiqué dans les précautions générales à la section 3, lorsque possible, vous devez employer des outils décontaminés et, si nécessaire, employer des gants de nitrile, de latex ou de type vétérinaire à usage unique pour les paramètres organiques. Pour l'échantillonnage des phtalates, la manipulation directe avec les gants est proscrite pour éviter la contamination de l'échantillon. L'utilisation d'outils ou d'instruments en métal propres et décontaminés devient alors 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 *en utilisant des contenants ambrés par exemple.*

3.2.1 Matériel requis

- Seau propre en métal d'environ 20 litres avec couvercle en métal;
- Contenant d'échantillonnage en verre ambré ou en métal, 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 d'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 (gants de vétérinaire jetables, si utilisés);*
- 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 **site de prélèvement** 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 du procédé en continu pour l'analyse des paramètres organiques

La matière est prélevée à l'aide d'une cuillère ou d'une louche en métal à la sortie du point de prélèvement pour former un échantillon d'un litre dans un contenant adéquat. Un couvercle doit être utilisé sur ce contenant s'il y a des risques de contamination aéroportée ou si le transfert dans le seau n'est pas immédiat. Tous les échantillons instantanés d'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 possible, vous devez effectuer l'homogénéisation de l'échantillon composite avec la louche en métal. Cependant, il est possible d'utiliser des gants jetables de nitrile (ou de latex) ou des gants de type vétérinaire jetables lors de l'échantillonnage (incluant l'homogénéisation de l'échantillon composite), sauf si l'analyse des phtalates est requise (voir la section 3.2).

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 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 Méthode d'échantillonnage des MRF produites en discontinu (en amas) pour l'analyse des paramètres inorganiques et organiques

Selon les paramètres à analyser, le préleveur choisira le matériel, son identification et les méthodes de nettoyage et de décontamination décrits aux sections précédentes.

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, si l'amas a 5 000 m³, il 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.

Les puits de prélèvement peuvent servir pour le prélèvement des échantillons pour l'ensemble des analyses, dans la mesure où on respecte les particularités précisées dans les sections correspondantes de ce document pour chacune de ces analyses. Le puits doit être aménagé de manière à éviter que la matière en surface ne retombe dans le fond du puits où l'échantillon sera prélevé. Si de la matière en surface tombe, il faut rejeter les premiers volumes de matière avant de prélever l'échantillon. Pour prévenir la contamination de l'échantillon par de la matière en surface lorsque la matière est instable, il est recommandé de prélever l'échantillon sur les parois du puits.

On doit 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 vers le sommet², au centre et près de la base de l'amas. Les prélèvements doivent être réalisés à l'aide d'outils adaptés au(x) paramètre(s) chimique(s) à analyser. **Les précisions générales sont décrites à la section 3 et les spécifications pour les paramètres inorganiques et organiques se retrouvent dans les sections 3.1 et 3.2 respectivement.** Les échantillons ponctuels sont déposés dans le seau approprié (voir les spécifications pour les paramètres inorganiques, organiques, ou les corps étrangers). 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 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, sauf si l'analyse des phtalates est requise.

Si le volume de l'échantillon est égal ou inférieur à 10 litres, une fraction d'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). L'échantillon est ensuite acheminé au laboratoire selon la méthode décrite à la section 3.4.

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.

² L'échantillonnage en hauteur pour certains amas de résidus fins ou instables, comme les cendres, ou les amas dont les pentes sont très abruptes, peut présenter des enjeux de sécurité. En effet, une problématique peut survenir au moment de monter sur les amas, notamment sur les amas de cendres. La firme devra respecter les règles de sécurité en place ou adaptées à la situation, tout en suivant un plan d'échantillonnage adéquat et représentatif de l'amas échantillonné.

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. Échantillonnage pour l'analyse des paramètres microbiologiques

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 ou à un endroit à l'abri de toute contamination aéroportée, et préalablement désinfecté. **Cette période d'une minute est requise pour assurer un temps de contact suffisant entre l'alcool à 70 % et les surfaces à désinfecter.** À la fin de la période d'une minute d'attente, il est possible d'essuyer le matériel avec du papier absorbant propre **pour accélérer le séchage.** Il est important que le matériel **désinfecté** qui entre en contact avec **la matière** 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 une surface non désinfectée, autre que la matière 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 site de prélèvement. Le sac peut également être étiqueté avant sa désinfection, si de l'encre **résistante à l'alcool** est utilisée.

4.1.4 Méthode d'échantillonnage des MRF produites en continu

La prise d'échantillons de paramètres microbiologique devrait se faire dans la dernière heure de la période de 8 heures d'échantillonnage (**voir les précisions générales à la section 3**), 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, et de l'expédier au laboratoire plus rapidement que les autres échantillons.

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

Un échantillon instantané d'un litre pour *Escherichia coli* et trois échantillons instantanés pour les salmonelles sont pris à la sortie du ou des points de prélèvement. Dans les cas où les MRF sont rejetées vers plusieurs canaux de sortie, tous les canaux doivent être échantillonnés de façon équivalente et placés dans un sac d'échantillon.

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. **Le préleveur frotte ses mains gantées ensemble pour répartir l'alcool sur toute la surface, 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 site 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

Pour les MRF produites en discontinu, des échantillons ponctuels sont prélevés dans l'amas pour former un échantillon composite, **comme pour les autres analyses de la campagne d'échantillonnage en cours. Un seul sac d'échantillon est rempli à partir de l'échantillon composite pour l'analyse des *Escherichia coli*.**

Trois sacs d'échantillons sont remplis à partir de l'échantillon composite pour l'analyse des salmonelles. Pour vérifier le critère d'absence dans l'échantillon, l'analyse doit être faite sur trois sacs d'échantillons différents. L'exigence sera respectée s'il y a absence de salmonelles dans au moins deux des trois échantillons analysés.

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 désinfecté³;
- 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.

³ 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.

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 enfle des gants, les désinfecte en les vaporisant à l'éthanol à 70 %, puis désinfecte l'intérieur et l'extérieur du contenant 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. Cette période d'une minute est requise pour assurer un temps de contact suffisant entre l'alcool à 70 % et les surfaces à désinfecter. 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 désinfecté qui entre en contact avec la matière 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 des MRF produites en discontinu

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 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. Le préleveur frotte ses mains gantées ensemble pour répartir l'alcool sur toute la surface, 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 haut⁴, 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 les précisions générales à 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 la feuille ou le formulaire de données d'échantillonnage.

⁴ L'échantillonnage en hauteur pour certains amas de résidus fins ou instables, comme les cendres, ou les amas dont les pentes sont très abruptes, peut présenter des enjeux de sécurité. En effet, une problématique peut survenir au moment de monter sur les amas, notamment sur les amas de cendres. La firme devra respecter les règles de sécurité en place ou adaptées à la situation, tout en suivant un plan d'échantillonnage adéquat et représentatif de l'amas échantillonné.

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

Les duplicatas sont prélevés dans un but de contrôle et d'assurance de la qualité de l'échantillonnage. Les résultats d'analyse des duplicatas ne doivent pas servir aux fins de la caractérisation des paramètres d'une MRF, puisqu'ils ne sont pas des résultats d'échantillons indépendants. 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. **Pour préparer le duplicata**, 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.

Un duplicata doit être réalisé sur un minimum de 10 % des échantillons pour les paramètres chimiques inorganiques, microbiologiques (*Escherichia coli* **seulement**). Il faut donc retrouver, **dans un enregistrement**, un duplicata à tous les 10 échantillons pour les analyses déterminées **précédemment**.

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.

Références bibliographiques

AGENCE CANADIENNE D'INSPECTION DES ALIMENTS. (1997). *Méthodes d'échantillonnage pour les engrais (T-4-114)*. [Document d'archive]. Bibliothèque et Archives Canada. Repéré le 22 janvier 2023 à <https://epe.lac-bac.gc.ca/100/206/301/cfia-acia/2011-09-21/inspection.gc.ca/francais/plaveg/fereng/tmemo/t-4-114f.shtml>.

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 - Matières résiduelles fertilisantes - 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. et ses addenda n° 6, no 7 et n° 8.

MINISTÈRE 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*. 2021, 83 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 DE L'ENVIRONNEMENT, DE LA LUTTE CONTRE LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES, DE LA FAUNE ET DES PARCS. *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales, Cahier 1 – Généralités.*, 2023, 56 p.

Annexe I

Exemple de feuille ou formulaire des données d'échantillonnage

Date : _____ Lieu d'échantillonnage : _____ Site de prélèvement : _____

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

Nombre et type du (ou des) point(s) de prélèvement : _____

[illegible]

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

² Types de matières (exemples) : BM = boues municipales; P = primaires; S = secondaires, M = mixtes (décrire le mélange); C = cendres, etc..

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.

Annexe II

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 la matière. • 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.



**Environnement,
Lutte contre
les changements
climatiques,
Faune et Parcs**

Québec 