

PROTOCOLE D'ÉCHANTILLONNAGE ET D'ANALYSE

dans le cadre du Règlement 267/03 de l'Ontario pris en application de la *Loi de 2002 sur la gestion des éléments nutritifs*

20 juillet 2007

**Ministère de l'Agriculture, de l'Alimentation et des Affaires
rurales de l'Ontario
Ministère de l'Environnement de l'Ontario**

TABLE DES MATIÈRES

1.0	INTRODUCTION	5
1.1	Contexte de la Loi et du Règlement.....	5
1.2	Santé et sécurité	5
1.3	Fréquences d'échantillonnage.....	5
1.3.1	Sols.....	5
1.3.2	Matières de source non agricole	8
1.4	Moyenne des résultats.....	11
1.5	Sites d'échantillonnage.....	11
2.0	MÉTHODES D'ÉCHANTILLONNAGE	13
2.1	Manipulation des échantillons	13
2.2	Matières mixtes liquides dans des réservoirs et des lagunes	13
2.2.1	Schémas d'échantillonnage à utiliser dans les lagunes.....	14
2.3	Échantillonnage de liquides contenus dans des réservoirs ou des lagunes et ne pouvant être agités	14
2.3.1	Matières surnageantes.....	15
2.3.1.1	Échantillonnage des matières surnageantes dans des réservoirs fermés.....	15
2.3.1.2	Échantillonnage des matières surnageantes dans des réservoirs à ciel ouvert.....	18
2.3.1.3	Échantillonnage des matières décantées dans les lagunes.....	18
2.3.2	Matières décantées.....	20
2.3.2.1	Échantillonnage des matières décantées dans les réservoirs fermés.....	20
2.3.2.2	Échantillonnage des matières décantées dans les réservoirs à ciel ouvert.....	21
2.3.2.3	Échantillonnage des matières décantées dans les lagunes.....	22
2.3.3	Échantillonnage des matières dans des réservoirs à parois verticales	22
2.4	Matières sèches en tas ou dans des conteneurs.....	23
2.5	Matières sèches et mixtes provenant de procédés continus et de déchargeuses.....	23
2.6	Contrôle de la qualité sur le terrain (CQ)	24
2.7	Nettoyage et prévention de la contamination croisée.....	25
2.7.1	Méthodes de nettoyage particulières pour l'échantillonnage destiné au dosage des composés organiques à l'état de trace	26
3.0	ANALYSE DE LABORATOIRE	27
3.1	Gestion de la qualité en laboratoire	27
3.2	Méthode de laboratoire	27
3.3	Limite de détection de la méthode (LDM)	29
3.4	Seuil de déclaration (SD).....	30
3.5	Précision.....	30
3.6	Exactitude et taux de récupération.....	30
3.7	Linéarité de la méthode.....	31
3.8	Procédures de contrôle ou d'assurance de la qualité recommandées aux laboratoires.....	31

3.9	Critères d'acceptation des données.....	33
3.10	Communication des données	33
4.0	EXIGENCES DE QUALITÉ DES DONNÉES	35
4.1	Conseils dans le choix des laboratoires d'analyse	35
4.2	Analyse de sol.....	36
4.2.1	PH du sol.....	36
4.2.2	PH tampon du sol.....	37
4.2.3	Éléments nutritifs assimilables – Phosphore.....	38
4.2.4	Éléments nutritifs assimilables – K, Mg et Ca.....	39
4.2.5	Éléments nutritifs assimilables – Zn, indice de Zn.....	41
4.2.6	Éléments nutritifs assimilables – Mn, indice de Mn.....	42
4.2.7	Éléments nutritifs assimilables – N des nitrates	43
4.2.8	Métaux totaux – Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mo, Ni et Zn	44
4.2.9	Mercuré.....	46
4.2.10	Arsenic et sélénium.....	48
4.2.11	Bore – Extraction à l'eau chaude.....	50
4.3	Analyse des matières épandues sur des biens-fonds	51
4.3.1	Ion hydrogène (pH).....	51
4.3.2	Conductivité électrique	52
4.3.3	Matières sèches totales.....	53
4.3.4	Matières sèches volatiles totales (matière organique)	54
4.3.5	Azote Kjeldahl total	55
4.3.6	Azote ammoniacal (ammoniac dissous et ions ammonium).....	56
4.3.7	Azote des nitrates et azote des nitrites	57
4.3.8	Azote organique.....	59
4.3.9	Métaux – Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mo, Ni et Zn	60
4.3.10	Mercuré.....	62
4.3.11	Arsenic et sélénium.....	64
4.3.12	Phosphore, potassium, sodium et bore totaux.....	66
4.3.13	<i>E. coli</i> (uniquement pour les matières sèches biologiques provenant d'égouts)	67
5.0	ACRONYMES	68
6.0	GLOSSAIRE.....	69

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1-1	Normes applicables aux métaux réglementés présents dans les matières sèches biologiques provenant d'égouts	7
Tableau 1-2	Normes applicables aux métaux réglementés présents dans les matières autres que des matières sèches biologiques provenant d'égouts épandues sur des biens-fonds	8
Tableau 1-3	Fréquences d'échantillonnage pour les métaux réglementés, <i>E. coli</i> , azote Kjeldahl total, azote ammoniacal, azote des nitrates, matières sèches totales, matières sèches volatiles et phosphore total	9
Tableau 2-1	Méthodes de contrôle de la qualité sur le terrain	25
Tableau 3-1	Caractéristiques de performance de la méthode	28
Tableau 3-2	Valeurs t de Student au niveau de confiance de 99 %	30
Tableau 3-3.	Données de CQ du laboratoire	33

1.0 INTRODUCTION

De bonnes techniques d'échantillonnage et d'analyse sont primordiales pour déterminer avec précision la teneur en éléments nutritifs et les autres propriétés des matières. Ces données, qui ont toujours été importantes, sont aujourd'hui obligatoires en vertu de la *Loi de 2002 sur la gestion des éléments nutritifs*. Les techniques décrites dans le présent document visent à répondre aux exigences du règlement pris en application de cette Loi. Elles peuvent aussi servir de guide pour d'autres exigences d'échantillonnage et d'analyse poursuivant des buts similaires.

1.1 Contexte de la Loi et du Règlement

L'exigence d'un plan de gestion des éléments nutritifs (PGEN) constitue un élément clé du Règlement. Pour élaborer un PGEN valable, il faut parfois connaître les concentrations d'éléments nutritifs et de contaminants à la fois dans le sol et dans les matières qui sont épandues sur des biens-fonds.

Le Règlement précise les matières qui doivent faire l'objet d'un échantillonnage et d'une analyse, la fréquence à laquelle doit se faire l'échantillonnage, et les paramètres qui doivent être mesurés. Ce sont là des exigences minimales. Il est parfois utile d'augmenter la fréquence d'échantillonnage ou d'analyser un plus grand nombre de paramètres, afin d'optimiser la gestion des matières épandues sur des biens-fonds.

1.2 Santé et sécurité

Il peut y avoir des risques associés à l'action proprement dite d'échantillonner ou de manipuler des matières pouvant renfermer des matières toxiques ou *E. coli*. Il appartient à la personne chargée de l'échantillonnage de prendre toutes les précautions nécessaires et de se conformer à toute disposition réglementaire applicable en matière de santé et de sécurité.

1.3 Fréquences d'échantillonnage

1.3.1 Sols

L'échantillonnage des sols peut viser deux objectifs : évaluer les concentrations initiales d'éléments nutritifs dans le sol, ce qui aide à préciser le taux d'application des matières renfermant des éléments nutritifs à des fins agronomiques et environnementales, et déterminer si un site se prête à l'épandage d'une matière en particulier.

Sols recevant des éléments nutritifs

Les personnes qui épandent des éléments nutritifs sur des champs compris dans des unités agricoles pour lesquelles un PGEN est exigé, doivent prélever un échantillon de sol représentatif de chaque champ lorsqu'ils établissent pour la première fois le PGEN, puis au moins une fois tous les cinq ans pour les plans subséquents. Les résultats d'analyse de ces échantillons figurent dans le PGEN.

Lorsque les concentrations d'éléments nutritifs varient considérablement dans l'intervalle de cinq ans, il peut être judicieux d'échantillonner un champ à une fréquence plus grande que celle qui est exigée. Cette situation peut survenir dans des sols sableux servant à la

culture de végétaux qui puisent dans le sol de grandes quantités d'éléments nutritifs. Le maïs d'ensilage, les fourrages et les tomates de transformation sont des cultures qui prélèvent dans le sol de grandes quantités de potassium; ces cultures peuvent abaisser rapidement les concentrations de potassium au point de nuire aux rendements.

Il faut analyser les sols pour en déterminer le pH et, si le pH est inférieur à 6,0, le pH tampon. Il faut analyser les sols pour en connaître la concentration en phosphore assimilable (à l'aide d'un agent d'extraction au bicarbonate de soude) et en potassium assimilable (au moyen d'un agent d'extraction à l'acétate d'ammonium). Il faut aussi analyser les sols pour connaître les concentrations de magnésium assimilable, d'azote des nitrates ou les indices de la biodisponibilité du manganèse et du zinc.

Il est nécessaire de connaître la concentration de phosphore assimilable dans le sol avant d'y épandre des éléments nutritifs, afin que les taux d'application et les distances de retrait puissent être déterminés correctement. La teneur du sol en phosphore doit avoir été analysée par extraction au bicarbonate de soude au cours des cinq années qui précèdent immédiatement l'épandage d'éléments nutritifs sur des biens-fonds.

Sols recevant des matières de source non agricole

Les personnes qui épandent des matières de source non agricole doivent, en plus d'obtenir des analyses de la teneur du sol en éléments nutritifs, faire analyser des échantillons de sol représentatifs pour en déterminer la teneur totale en chacun des neuf métaux réglementés (tableaux 1-1 et 1-2). Ces échantillons doivent avoir été prélevés au cours des cinq années qui précèdent l'épandage de matières de source non agricole, dans le cadre de la préparation du plan de gestion des éléments nutritifs initial et des plans subséquents.

Dans le Règlement, les concentrations maximales autorisées de métaux dans les sols recevant des matières sèches biologiques provenant d'égouts sont fondées sur la concentration moyenne de métaux dans les sols non contaminés de l'Ontario. Dans bien des sols, les concentrations de métaux sont supérieures à la moyenne. Dans certains sols, la concentration d'un seul ou de plusieurs métaux peut déjà dépasser la concentration maximale autorisée par le Règlement. Il est par conséquent nécessaire de faire analyser le sol avant le premier épandage de matières sèches biologiques provenant d'égouts ou d'autres déchets, afin de déterminer si le sol se prête à un tel épandage. Des échantillons prélevés conformément à la section 2.1 du présent document sont analysés pour les onze métaux énumérés dans le Règlement. Les analyses du pH, de la teneur du sol en phosphore extractible au bicarbonate de soude et des concentrations des onze métaux réglementés ainsi que l'échantillonnage préalable doivent avoir été faits au cours des cinq années précédant l'épandage d'une matière de source non agricole sur des terres.

On trouve à la section 4 du présent document, des résumés des méthodes analytiques acceptables.

Tableau 1-1. Normes applicables aux métaux réglementés présents dans les matières sèches biologiques provenant d'égouts

Métaux réglementés	Concentration maximale du métal dans une matière destinée à être épandue jusqu'à concurrence de 22 tonnes/ha sur 5 ans	Concentration maximale du métal dans une matière destinée à être épandue jusqu'à concurrence de 8 tonnes/ha sur 5 ans	Apport maximal autorisé du métal dans des sols recevant des matières de source non agricole	Concentration maximale du métal dans les sols recevant des matières de source non agricole
	(mg/kg de MST ¹ , p.s. ²)	(mg/kg de MST ¹ , p.s. ²)	(kg/ha/5 ans)	(mg/kg de sol, p.s)
Arsenic	75	170	1,40	14
Cadmium	20	34	0,27	1,6
Cobalt	150	340	2,70	20
Chrome	1060	2800	23,30	120
Cuivre	760	1700	13,60	100
Mercurure	5	11	0,09	0,5
Molybdène	20	94	0,80	4
Nickel	180	420	3,56	32
Plomb	500	1100	9,00	60
Sélénium	14	34	0,27	1,6
Zinc	1850	4200	33,00	220

¹ MST signifie matières sèches totales.

² p.s. signifie poids à sec.

Tableau 1-2. Normes applicables aux métaux réglementés présents dans les matières autres que des matières sèches biologiques provenant d'égouts épandues sur des biens-fonds

Métaux réglementés	Concentration maximale du métal dans des matières renfermant moins de 10 000 mg de matières sèches totales par litre	Concentration maximale du métal dans des matières renfermant 10 000 mg de matières sèches totales ou plus par litre	Apport maximal autorisé du métal dans des sols recevant des matières de source non agricole	Concentration maximale du métal dans les sols recevant des matières de source non agricole
	(mg de matières/L)	(mg/kg de MST ¹ , p.s. ²)	(kg/ha/5 ans)	(mg/kg de sol, p.s)
Arsenic	1,70	170	1,40	14
Cadmium	0,34	34	0,27	1,6
Cobalt	3,40	340	2,70	20
Chrome	28	2800	23,30	120
Cuivre	17	1700	13,60	100
Mercur	0,11	11	0,09	0,5
Molybdène	0,94	94	0,80	4
Nickel	4,20	420	3,56	32
Plomb	11	1100	9,00	60
Sélénium	0,34	34	0,27	1,6
Zinc	42	4200	33,00	220

¹ MST signifie matières sèches totales.
² p.s. signifie poids à sec.

1.3.2 Matières de source non agricole

Les matières de source non agricole doivent obligatoirement être échantillonnées et analysées à une fréquence correspondant à tout le moins à la fréquence indiquée dans les tableaux qui suivent. Les exigences d'échantillonnage indiquées dans le tableau 1-3 s'appliquent à toutes les matières de source non agricole. Les exigences d'échantillonnage relatives à *E. coli* ne s'appliquent qu'aux matières sèches biologiques provenant d'égouts.

Tableau 1-3 Fréquences d'échantillonnage pour les métaux réglementés¹, *E. coli*, azote Kjeldahl total, azote ammoniacal, azote des nitrates, matières sèches totales, matières sèches volatiles² et phosphore total.

Taille des exploitations productrices d'éléments nutritifs	Fréquences d'échantillonnage
Producteurs de matières sèches biologiques provenant d'égouts d'une capacité nominale approuvée ne dépassant pas 45 400 m ³ /jour ou producteurs d'autres matières de source non agricole produisant au plus 2 500 tonnes/an, poids à sec.	Deux échantillons dans les 30 jours qui précèdent l'épandage sur des biens-fonds, et deux échantillons supplémentaires dans les 90 jours qui précèdent l'épandage sur des biens-fonds, les échantillons devant être prélevés à au moins 2 jours d'intervalle.
Producteurs de matières sèches biologiques provenant d'égouts d'une capacité nominale approuvée supérieure à 45 400 m ³ /jour ou producteurs d'autres matières de source non agricole produisant plus de 2 500 tonnes/an, poids à sec.	Deux échantillons par mois, les échantillons devant être prélevés à au moins 2 jours d'intervalle.

¹Voir le tableau 1-1 pour la liste des métaux réglementés.

²Aux fins du Règlement, les matières sèches volatiles doivent être interprétées comme étant équivalentes à de la matière organique.

Quelle que soit la situation, des résultats doivent être disponibles pour au moins un échantillon prélevé par période de 30 jours avant (et y compris) le jour de l'épandage proprement dit sur des biens-fonds et deux échantillons supplémentaires doivent avoir été prélevés dans les 90 jours précédant l'épandage sur des biens-fonds.

Réduction de la fréquence d'échantillonnage

1. Dans le cas de l'analyse des métaux, si la moyenne augmentée de deux fois l'écart-type (calculé à partir des 12 derniers échantillons ou à partir de l'équivalent des échantillons prélevés au cours de toute l'année précédente, selon le nombre d'échantillons le plus grand) est inférieure aux concentrations maximales autorisées pour tous les métaux, la fréquence d'échantillonnage qui précède peut être réduite de moitié.
2. Dans le cas d'*E. coli*, si la moyenne géométrique mobile de 4 échantillons sur les 12 derniers échantillons prélevés ou sur l'équivalent des échantillons prélevés au cours de l'année précédente, selon le nombre d'échantillons le plus grand, respecte toujours le critère correspondant à moins de 2×10^6 unités formatrices de colonies par gramme, la fréquence d'échantillonnage qui précède peut être réduite de moitié.
3. Dans le cas de l'analyse des éléments nutritifs, si le coefficient de variation calculé à partir des 12 derniers échantillons ou à partir de l'équivalent des échantillons prélevés au cours de l'année précédente, selon le nombre d'échantillons le plus grand, est inférieur à 20 %, la fréquence d'échantillonnage qui précède peut être réduite de moitié.

Dès que l'une ou l'autre des conditions mentionnées ci-dessus n'est plus respectée, la fréquence d'échantillonnage doit revenir à la fréquence initiale.

Dans les cas où les matières sont transférées d'une cellule d'entreposage située sur un site de production à une installation d'entreposage temporaire, aux fins de l'échantillonnage, l'installation d'entreposage temporaire peut être considérée comme faisant partie de l'usine seulement si la matière se trouve dans la cellule d'entreposage temporaire pendant moins de quatre semaines avant d'être épandue sur des terres. Si cette exigence est respectée, il est permis d'utiliser les résultats d'analyse les plus récents des échantillons provenant de l'installation productrice. Si la matière se trouve dans une cellule d'entreposage temporaire pendant une période plus longue, si la matière est mélangée avec des matières d'autres sources, ou si la matière est gérée de manière à ce que des changements dans les concentrations d'éléments nutritifs ou de contaminants sont prévisibles, il faut prélever des échantillons de la matière qui se trouve dans la cellule d'entreposage temporaire afin de les faire analyser, conformément au tableau 1-3.

1.4 Moyenne des résultats

Lorsqu'il faut faire analyser une matière pour connaître les concentrations de métaux réglementés ou les concentrations d' *E. coli*, la concentration de métaux ou la concentration d' *E. coli* dans la matière est considérée comme étant la moyenne des concentrations des quatre derniers échantillons. Cette façon de procéder permet de tenir compte de toute variation qui peut se produire dans l'échantillonnage ou l'analyse des matières, tout en veillant au maintien de la protection de l'environnement. Les concentrations de métaux correspondent à une moyenne arithmétique simple, c.-à-d. que les concentrations de chacun des métaux dans les quatre derniers échantillons sont additionnées, et la somme est ensuite divisée par quatre. Les concentrations d' *E. coli* correspondent à une moyenne géométrique, c.-à-d. qu'on multiplie entre elles les concentrations d' *E. coli* dans les quatre derniers échantillons et qu'on calcule la quatrième racine du produit obtenu.

Lorsque la concentration moyenne pour un paramètre quel qu'il soit dépasse la limite autorisée et que le producteur a quand même l'intention d'épandre la matière sur des terres, il a la possibilité d'échantillonner à nouveau la matière. Il lui suffit de continuer à prélever des échantillons représentatifs à intervalles d'au moins deux jours entre chaque échantillonnage. Les résultats d'analyse sont alors utilisés pour calculer la valeur moyenne. L'échantillonnage peut se poursuivre ainsi jusqu'à ce que la valeur moyenne des quatre échantillons les plus récents se situe en deçà des limites autorisées pour tous les paramètres. Cette méthode peut être utile lorsque la moyenne est faussée par une valeur représentant un écart important et pouvant être attribuable à un résultat d'analyse erroné.

1.5 Sites d'échantillonnage

Les échantillons destinés à l'analyse des éléments nutritifs doivent être prélevés à l'endroit ou aux endroits d'où la matière est transportée vers les sites d'épandage sur des biens-fonds. Cette mesure vise à fournir à l'agriculteur l'estimation la plus juste possible des concentrations de N total, de N assimilable et de P total.

Les échantillons qui sont prélevés pour servir à l'analyse des teneurs en matières sèches totales, en matières sèches volatiles et en métaux réglementés doivent être prélevés à la fois sur les lieux d'entreposage d'où la matière est transportée vers les sites d'épandage sur des biens-fonds, et sur les lieux d'où la matière est transportée vers un lieu d'entreposage centralisé (c.-à-d. les installations où la matière est produite) si des matières de différentes sources sont mélangées.

Les échantillons de matière qui doivent être analysés pour déterminer la teneur en *E. coli* doivent être prélevés sur le site de l'installation où la matière est produite ou sur les lieux d'entreposage, immédiatement après le procédé de traitement décrit plus bas.

Dans les cas où les matières sont transférées d'une cellule d'entreposage située sur un site de production à une installation d'entreposage temporaire, aux fins de l'échantillonnage, l'installation d'entreposage temporaire peut être considérée comme faisant partie de l'usine seulement si la matière se trouve dans la cellule d'entreposage temporaire pendant moins de quatre semaines avant d'être épandue sur des terres. Si cette exigence est respectée, il est permis d'utiliser les résultats d'analyse les plus récents des échantillons

provenant de l'installation productrice. Si la matière se trouve dans une cellule d'entreposage temporaire pendant une période plus longue, si la matière est mélangée avec des matières d'autres sources, ou si la matière est gérée de manière à ce que des changements dans les concentrations d'éléments nutritifs ou de contaminants sont prévisibles, il faut prélever des échantillons de la matière qui se trouve dans la cellule d'entreposage temporaire, afin de les faire analyser.

2.0 MÉTHODES D'ÉCHANTILLONNAGE

2.1 Manipulation des échantillons

Il existe différents contenants permettant d'expédier des sous-échantillons à un laboratoire d'analyse. Le laboratoire de destination peut avoir une préférence quant au type de contenant. On privilégie généralement les sacs de plastique ou le papier doublé de plastique, étant donné qu'ils gardent chaque échantillon séparé des autres et empêchent l'humidité d'atteindre les feuilles d'information jointes aux échantillons. L'analyse des échantillons destinés au dépistage des contaminants-trace s'assortit d'exigences propres à chaque contaminant en ce qui a trait à la manutention et aux contenants à utiliser. En ce qui concerne les analyses visant les contaminants-trace, le laboratoire fournit l'information sur les exigences de manutention.

Aucune exigence particulière n'est prévue relativement à la manutention des échantillons destinés à la détermination du pH, ni au dosage des métaux ou de la plupart des éléments nutritifs. Il est souhaitable de sécher les échantillons à l'air s'ils doivent être conservés pendant une longue période de temps. Les échantillons doivent être gardés dans un endroit frais et sec. Font exception à cette règle, les échantillons destinés à une analyse de l'azote des nitrates, qui doivent être réfrigérés sous les 10 °C (idéalement sous les 4 °C), et gardés au frais jusqu'au moment de l'analyse. Les échantillons destinés au dosage de l'azote des nitrates qui sont conservés à la température de la pièce risquent d'être soumis à la nitrification, ce qui peut fausser les résultats d'analyse.

2.2 **Matières mixtes liquides dans des réservoirs et des lagunes**

Les matières liquides et semi-solides posent des défis particuliers lorsqu'il s'agit de recueillir des échantillons représentatifs. La plupart des matières liquides dont on envisage l'épandage sur des biens-fonds sont des matières en suspension plutôt que de vrais liquides et ont tendance à se déposer par couches de densités et de teneurs en éléments nutritifs variables. Lorsque ces matières doivent être épandues sur des biens-fonds par applications distinctes (liquides surnageants et boues provenant d'une lagune, par exemple), chaque couche doit être échantillonnée séparément. Dans la plupart des cas, toutefois, la matière sera agitée avant l'épandage afin de produire un mélange relativement homogène. Il est plus facile d'obtenir un échantillon représentatif de la matière contenue dans le réservoir ou la lagune une fois qu'elle a été agitée à fond. Ces matières doivent être échantillonnées de manière à ce que l'échantillon représente le volume total de la matière. Lorsqu'il n'est pas possible d'agiter la matière avant l'échantillonnage, il faut recourir à la procédure décrite à la section 2.3.

Des échantillons ponctuels peuvent être prélevés soit directement de l'installation d'entreposage à la suite de l'agitation, soit au moment où la matière est chargée à bord du véhicule de transport ou d'épandage. Un échantillon ponctuel est un échantillon unique, un sous-échantillon ou une portion d'échantillon composite prélevé directement dans la matière qui fait l'objet de l'échantillonnage. Il faut prélever un minimum de cinq échantillons ponctuels de chaque installation d'entreposage. Si la lagune ou le réservoir renferme plus de 1 000 m³, il faut prélever des échantillons ponctuels supplémentaires à

raison d'au moins un échantillon ponctuel supplémentaire par tranche de 200 m³ de matière au delà de 1 000 m³. Prélever les échantillons dans un contenant propre et non métallique (un seau de plastique de 20 L fait l'affaire). Placer les échantillons ponctuels dans un grand contenant non métallique et garder le contenant couvert, sauf pour y déposer l'échantillon ponctuel suivant. Mélanger à fond l'échantillon composite final pour en assurer l'homogénéité. Prélever des échantillons composites de ce mélange, au besoin. S'abstenir de remplir les bouteilles d'échantillonnage plus qu'à la moitié ou aux deux tiers, de manière à ce que l'espace libre soit suffisant pour accueillir une éventuelle augmentation de pression sans risque d'éclatement de la bouteille. Normalement, quand il faut faire analyser l'échantillon pour en connaître la teneur en azote, en phosphore et en matières sèches totales, une bouteille d'échantillonnage de 500 mL suffit. Quand une analyse de la teneur en métaux est demandée, il faut ajouter une bouteille d'échantillonnage supplémentaire de 500 mL qui peut être remplie avec le mélange provenant de l'échantillon composite déjà prélevé.

Dans les gros établissements, il peut être utile de faire sur place des analyses de la teneur en azote afin de fournir une information précise aux agriculteurs. Le matériel d'analyse portatif comporte des avantages. Si ce type de matériel est utilisé, la matière d'origine provenant de chaque installation d'entreposage doit être échantillonnée au moment où la matière est retirée en vue de l'épandage. Les échantillons peuvent être prélevés soit directement de l'épandeur soit de la citerne qui transporte la matière jusqu'à l'épandeur.

2.2.1 Schémas d'échantillonnage à utiliser dans les lagunes

Méthode d'échantillonnage par transect

Lorsqu'on utilise la méthode d'échantillonnage par transect, deux transects doivent être tracés : un (1) transect longitudinalement à la lagune; et un (1) transect perpendiculaire au premier, c.-à-d. transversalement à la lagune. Le point d'intersection des deux transects doit se situer près du centre de la lagune. L'échantillonnage doit se faire le long de chaque transect en au moins cinq (5) points prédéterminés (tous les 15 m le long de chaque transect, par exemple).

Méthode d'échantillonnage par quadrillage

Lorsqu'on utilise la méthode d'échantillonnage par quadrillage, la lagune est divisée en blocs et l'échantillonnage se fait en au moins cinq (5) points prédéterminés situés à égale distance les uns des autres à l'intérieur de chaque bloc. Pour accroître la précision des résultats, il suffit de prélever des échantillons en un plus grand nombre de points situés à égale distance les uns des autres à l'intérieur d'un plus grand nombre de blocs.

2.3 **Échantillonnage de liquides contenus dans des réservoirs ou des lagunes et ne pouvant être agités**

Il y a deux situations où les réservoirs ou les lagunes peuvent être échantillonnés sans agitation : 1) lorsque la matière est agitée avant l'épandage et 2) lorsque la matière

stratifiée est appliquée sans être mélangée (c.-à-d. matière surnageante et boue). Les exigences d'échantillonnage sont les mêmes dans chaque cas. Toutefois, dans le cas particulier des réservoirs à parois verticales dont les matières seront agitées avant leur épandage sur des biens-fonds, une méthode d'échantillonnage simplifiée peut être utilisée (voir la section 2.3.3).

Les échantillons destinés à l'analyse doivent être représentatifs du contenu des réservoirs ou des lagunes.

Il faut prendre bien soin d'obtenir des échantillons représentatifs des matières qui se sont stratifiées. Chaque couche de matière devant être épandue séparément sur des biens-fonds doit être échantillonnée séparément. Il peut être utile à cette fin de subdiviser les couches. Du fait de la variabilité inhérente à ce type d'échantillon, au moins 10 échantillons ponctuels doivent être prélevés pour chaque échantillon composite et au moins 2 échantillons composites doivent être prélevés et analysés séparément pour chaque couche identifiée. Si la lagune ou le réservoir renferme plus de 1 000 m³ de matière, il faut prélever des échantillons ponctuels supplémentaires à raison d'au moins un échantillon ponctuel supplémentaire par tranche de 100 m³ de matière au delà de 1000 m³.

Les lagunes à parois en pente présentent un défi supplémentaire, car la stratification n'est pas égale sur la totalité de la superficie de la lagune. Un transect d'échantillonnage est nécessaire pour représenter avec précision le volume total de la matière qui se trouve dans la lagune et il faut prélever proportionnellement plus d'échantillons des parties plus profondes que des parties peu profondes de la lagune. Prendre toutes les précautions voulues pour protéger les travailleurs des préjudices qu'ils peuvent subir lors de ce type d'échantillonnage.

2.3.1 **Matières surnageantes**

Lorsqu'une matière liquide qui renferme des matières sèches en suspension est entreposée dans un réservoir ou une lagune, les matières sèches en suspension les plus lourdes se déposent au fond laissant en surface un liquide à faible teneur en matières sèches, communément désigné liquide surnageant. Pour les besoins de l'échantillonnage, le liquide surnageant est constitué de la matière liquide qui se trouve entre la boue faite des matières sèches déposées au fond et le chapeau de matières flottantes qui se forme en surface. Pour échantillonner les matières surnageantes avant de les épandre sur des biens-fonds, lorsqu'on n'enlève que les matières surnageantes, il est important de déterminer la profondeur et l'épaisseur des matières surnageantes qui se trouvent au-dessus de l'interface de boue sous-jacente, de même que le nombre de couches à l'intérieur même des matières surnageantes.

2.3.1.1 **Échantillonnage des matières surnageantes dans des réservoirs fermés**

L'échantillonnage des matières surnageantes qui se trouvent dans un réservoir fermé doit se faire depuis au moins un point de prélèvement (ou panneau d'accès) au sommet du réservoir. Si un deuxième point de prélèvement est accessible, on répète la procédure d'échantillonnage depuis ce point. Il peut être dangereux d'échantillonner depuis le dessus du réservoir une matière liquide contenue dans un réservoir fermé. Le danger varie selon la matière entreposée et les probabilités que des vapeurs toxiques ou explosives se

trouvent dans l'espace libre du réservoir. Avant de procéder à l'échantillonnage d'un réservoir fermé, le personnel chargé de l'échantillonnage doit se conformer à toutes les consignes de santé et de sécurité appropriées, y compris, mais sans y être limitées, aux pratiques suivantes :

- revoir toute l'information relative au réservoir, comme son type et sa capacité, la condition du réservoir et la matière que l'on sait ou que l'on soupçonne qu'il renferme;
- inspecter l'échelle, les marches, la passerelle ou toute autre structure qui doit être utilisée pour accéder au point d'échantillonnage, de manière à veiller à ce que la structure supporte la ou les personnes chargées de l'opération;
- vérifier si l'on a en mains tout le matériel nécessaire à l'échantillonnage et si ce matériel est bien propre;
- revoir toutes les mesures de sécurité et tous les plans d'urgence applicables dans l'éventualité où des vapeurs toxiques ou explosives se trouvent dans l'espace libre du réservoir;
- si le réservoir est en métal, s'assurer qu'il est convenablement mis à la terre; et
- retirer toute source d'inflammation de la proximité du réservoir.

Lorsque la présence de vapeurs toxiques ou explosives dans l'espace libre du réservoir est probable, effectuer des mesures de la qualité de l'air et ne procéder à l'échantillonnage que si les lectures respectent les normes de qualité d'air acceptable. De plus, avant de commencer l'échantillonnage, s'assurer que l'espace libre du réservoir est purgé de toute vapeur toxique ou explosive, à l'aide d'un ventilateur antidéflagrant à haut volume.

Méthode d'échantillonnage

Déterminer d'abord la profondeur des matières surnageantes au point d'échantillonnage, depuis l'interface du chapeau de matières flottantes jusqu'à l'interface de boues déposées au fond, en utilisant un ruban à mesurer lesté, une sonde ou tout autre dispositif de mesure approprié. Prélever ensuite un (1) échantillon des matières surnageantes à 30 cm sous le chapeau de matières flottantes, un (1) échantillon à mi-profondeur et un (1) échantillon à 30 cm au-dessus de la couche de boue située au fond du réservoir. Ces échantillons peuvent être prélevés à l'aide de matériel d'échantillonnage divers, notamment à l'aide d'un échantillonneur à ouverture et fermeture commandées permettant de prélever des échantillons ponctuels en profondeur (Bacon Bomb). Dans le cas des matières surnageantes qui ont moins de 1,5 m de profondeur, utiliser un échantillonneur de verre ou un échantillonneur de déchets liquides (COLIWASA) pour prélever l'échantillon.

En général, il est suffisant de prélever de trois (3) à cinq (5) échantillons à un point d'échantillonnage dans le cas des matières surnageantes entreposées dans un réservoir ou une lagune lorsque la matière liquide d'origine a été soumise à une période prolongée de décantation. Des échantillons supplémentaires au point médian peuvent être nécessaires dans le cas des matières qui sont entreposées depuis peu dans un réservoir ou une lagune

ou qui contiennent des matières sèches ayant tendance à rester en suspension pendant de longues périodes.

Inscrire le numéro d'identification de l'échantillon, le lieu et la profondeur de prélèvement sur l'extérieur de contenant d'échantillonnage. Le contenant d'échantillonnage ne doit pas réagir avec la matière échantillonnée (voir tableau 2-1).

Comparer les trois échantillons pour repérer visuellement d'éventuelles phases ou couches différentes. Devant une différence facilement observable de couleur ou de viscosité entre les échantillons prélevés dans le haut et à mi-profondeur du réservoir, ou entre les échantillons prélevés à mi-profondeur et dans le bas du réservoir, prélever un échantillon supplémentaire à mi-chemin entre les deux échantillons. En prélevant de nouveaux échantillons à mi-chemin entre les deux points d'échantillonnage précédents, on peut déterminer la profondeur de chaque changement de phase et, plus important encore évaluer l'épaisseur de chaque couche distincte.

Il faut prélever au moins un échantillon de chaque phase ou couche à l'intérieur des matières surnageantes et placer cet échantillon dans une bouteille ou un contenant d'échantillonnage en verre ou en plastique. S'abstenir de remplir les bouteilles d'échantillonnage plus qu'à la moitié ou aux deux tiers, de manière à ce que l'espace libre soit suffisant pour accueillir une éventuelle augmentation de pression sans risque d'éclatement de la bouteille. Normalement, quand il faut faire analyser l'échantillon pour en connaître la teneur en azote, en phosphore et en matières sèches totales, une bouteille d'échantillonnage de 500 mL suffit. Quand une analyse de la teneur en métaux est demandée, il faut ajouter une bouteille d'échantillonnage supplémentaire de 500 mL qui peut être remplie avec le mélange provenant de l'échantillon composite déjà prélevé.

Transporter au laboratoire, le plus tôt possible après l'échantillonnage, tous les échantillons prélevés en vue de les faire analyser, afin de minimiser les éventuelles transformations que pourrait subir la matière à l'intérieur du contenant.

Détermination des concentrations moyennes pondérées des paramètres évalués

L'échantillonnage par couches multiples des matières surnageantes a pour but de déterminer les concentrations des paramètres évalués dans les différentes couches sur une base volumétrique. Cette information peut ensuite servir à déterminer les concentrations moyennes pondérées des paramètres évalués dans le volume total des matières surnageantes.

Lorsque l'échantillonnage est terminé à tous les points d'échantillonnage, déterminer les dimensions de la structure d'entreposage (c.-à-d. le diamètre intérieur du réservoir), puis utiliser l'information sur la profondeur et l'épaisseur des couches pour calculer le volume de chaque couche de matières surnageantes. À partir des volumes déterminés pour chacune des couches et à partir des résultats d'analyse pour les paramètres évalués, calculer les concentrations moyennes pondérées des paramètres évalués dans le volume total des matières surnageantes. Lorsque des échantillons répétés sont prélevés en deux ou plusieurs points d'échantillonnage, déterminer d'abord la profondeur et l'épaisseur moyenne de chaque couche, et les concentrations moyennes de chacun des paramètres

évalués dans chacune des couches avant de calculer les concentrations moyennes pondérées.

2.3.1.2 **Échantillonnage des matières surnageantes dans des réservoirs à ciel ouvert**

La méthode d'échantillonnage des matières surnageantes dans un réservoir à ciel ouvert est la même que celle qui est décrite à la section 2.3.1.1 sous « Méthode d'échantillonnage », sauf pour le nombre de points d'échantillonnage. Il faut en effet que les échantillons soient prélevés en au moins deux points d'échantillonnage pour donner un portrait précis des matières surnageantes. Lorsque le réservoir est surmonté d'une passerelle, les points d'échantillonnage peuvent être choisis au hasard sous la passerelle. En l'absence de passerelle, il faut prélever les échantillons au hasard sur le périmètre du réservoir. Les points d'échantillonnage ne doivent pas être situés à proximité des conduites d'amenée ou d'autres orifices d'entrée.

Même si les risques de vapeurs toxiques ou explosives sont moins grands que dans le cas des réservoirs fermés, ces risques existent quand même dans le cas des réservoirs à ciel ouvert. Le personnel chargé de l'échantillonnage doit par conséquent se conformer aux mêmes consignes de sécurité et prendre les mêmes précautions que celles qui sont décrites à la section 2.3.1.1. Sous aucune considération, l'échantillonnage ne doit se faire à partir du dessus d'un réservoir à ciel ouvert renfermant des matières dangereuses. Dès qu'une matière à échantillonner est considérée comme dangereuse, le personnel doit prélever les échantillons depuis l'extérieur du périmètre du réservoir en se munissant de l'équipement de protection individuelle approprié.

La méthode de détermination des concentrations moyennes pondérées des paramètres évalués dans le volume total des matières surnageantes est la même que celle qui est décrite à la section 2.3.1.1 sous « Détermination des concentrations moyennes pondérées des paramètres évalués ».

2.3.1.3 **Échantillonnage des matières surnageantes dans les lagunes**

L'échantillonnage des matières surnageantes qui se trouvent dans les lagunes pose un défi particulier du fait que les parois sont en pente plutôt que verticales comme dans le cas des réservoirs. Pour être à même de mesurer le volume de chaque couche de matières surnageantes, il faut connaître la longueur et la largeur de la lagune de même que l'inclinaison et la longueur des pentes latérales.

Lorsque les matières surnageantes ne sont pompées qu'à partir de la partie supérieure d'une lagune (à partir des 60 premiers cm, par exemple), les échantillons ne doivent être prélevés que dans cette couche. Les échantillons prélevés de cette couche supérieure doivent représenter le contenu de la couche pendant plusieurs semaines. Toutefois, le contenu de la surface d'une lagune se modifie de mois en mois sous l'effet des précipitations, de l'évaporation et des fluctuations de températures. Par conséquent, le moment de l'échantillonnage doit être le plus rapproché possible du moment où les matières surnageantes doivent être retirées de la lagune. Voici deux méthodes d'échantillonnage simple :

Méthode du lancer du seau

Attacher une corde à un petit seau en plastique, puis lancer le seau dans la lagune et le laisser couler. Tirer soigneusement le seau vers la rive en veillant à ne pas récolter de matières flottantes ni de matières sèches. Faire tourbillonner le contenu du seau puis en verser 1 litre dans un deuxième seau de plastique propre. Répéter l'opération au moins quatre (4) fois en prélevant les échantillons en différents points sur le périmètre de la lagune. Faire ensuite tourbillonner le contenu de l'échantillon composite et en verser un sous-échantillon dans un contenant de verre ou de plastique propre, comme un bocal de 500 mL de verre de couleur ambre à large ouverture pourvu d'un couvercle vissable enduit de Téflon. Le nombre et la taille des échantillons nécessaires aux différentes analyses sont indiqués sous « Méthode d'échantillonnage » à la section 2.3.1.1. Il se peut que plus de un sous-échantillon soit nécessaire.

Méthode de la louche

À l'aide de ruban adhésif, fixer solidement une bouteille de plastique propre à une perche suffisamment longue pour se rendre au delà de toute matière flottante accumulée sur le pourtour de la lagune. Prélever au moins cinq (5) échantillons individuels à différentes profondeurs et en différents points et les verser dans un seau en plastique propre. Faire tourbillonner le liquide dans le seau et en prélever un sous-échantillon en versant du liquide dans un contenant de verre ou de plastique propre. Le nombre et la taille des échantillons nécessaires aux différentes analyses sont indiqués sous « Méthode d'échantillonnage » à la section 2.3.1.1. Il se peut que plus de un sous-échantillon soit nécessaire.

L'échantillonnage de matières surnageantes profondes (à 3 ou 4 m, par exemple) dans des lagunes, surtout des lagunes de grandes dimensions, doit être fait de la surface, depuis une embarcation, par la méthode d'échantillonnage par transect ou par quadrillage (voir la section 2.2.1). Les lagunes de grandes dimensions qui renferment du fumier liquide ou des matières sèches biologiques provenant d'égouts doivent être échantillonnées à l'aide de l'une ou l'autre de ces méthodes. Par contre, il ne faut jamais procéder à l'échantillonnage de lagunes renfermant des matières potentiellement dangereuses, depuis une embarcation. Il faut plutôt dans ce cas prélever les échantillons depuis les berges de la lagune ou depuis des quais en se protégeant convenablement par de l'équipement de protection individuelle.

Lorsque l'échantillonnage se fait depuis une embarcation à un point d'échantillonnage précis, suivre les procédures d'échantillonnage décrites sous « Méthode d'échantillonnage » à la section 2.3.1.1.

Une fois l'échantillonnage terminé à tous les points d'échantillonnage, déterminer la superficie de la lagune (c.-à-d. sa longueur et sa largeur) ainsi que l'inclinaison des pentes latérales sous la matière entreposée en se reportant aux dessins techniques de la lagune ou en consultant le propriétaire. Cette information, de même que la profondeur et l'épaisseur moyenne de chaque couche (déterminée en faisant la moyenne des mesures de profondeur et d'épaisseur obtenues à chaque point d'échantillonnage) sont ensuite utilisées pour calculer le volume de chaque couche de matières surnageantes. On combine ensuite le volume ainsi déterminé pour chaque couche avec les résultats d'analyse relatifs aux paramètres évalués pour chacune des couches, et on calcule les

concentrations moyennes pondérées des paramètres évalués dans le volume total des matières surnageantes.

2.3.2 **Matières décantées**

Lorsqu'une matière liquide renfermant des matières sèches en suspension est entreposée dans un réservoir ou une lagune, les matières sèches en suspension les plus lourdes se déposent au fond, ce qui donne une matière à forte teneur en matières sèches, appelée boue ou matières décantées. Pour les besoins de l'échantillonnage, les matières décantées correspondent aux matières qui se déposent au fond du réservoir ou de la lagune et qui se sont séparées du liquide, soit durant le processus ou à la suite d'un séjour prolongé dans le réservoir ou la lagune.

2.3.2.1 **Échantillonnage des matières décantées dans les réservoirs fermés**

L'échantillonnage des boues ou matières décantées au fond d'un réservoir fermé doit être effectué depuis au moins un point de prélèvement (ou panneau d'accès) au sommet du réservoir. Si un deuxième point de prélèvement est accessible, on répète la procédure d'échantillonnage depuis ce point. Il peut être dangereux d'échantillonner, depuis le dessus du réservoir, une matière liquide ou à forte teneur en matières sèches contenue dans un réservoir fermé. Le danger varie selon la matière entreposée et les probabilités que des vapeurs toxiques ou explosives se trouvent dans l'espace libre du réservoir. Avant de procéder à l'échantillonnage des boues d'un réservoir fermé, le personnel chargé de l'échantillonnage doit faire les mêmes vérifications et prendre les mêmes précautions que celles qui sont décrites à la section 2.3.1.1.

Méthode d'échantillonnage

Les concentrations de matières qui se déposent dans les boues au fond d'un réservoir ou d'une lagune varient à la fois horizontalement et verticalement. Même si les boues au fond d'un réservoir ou d'une lagune se séparent en couches, il est souvent difficile de distinguer les couches à l'oeil. Il faut donc prélever des échantillons ponctuels des boues à différentes profondeurs.

Les échantillons de boues doivent être prélevés au moyen d'un échantillonneur à ouverture et fermeture commandées (Bacon Bomb), d'un échantillonneur de solides décantés de marque Sludge Judge ou d'un autre type d'échantillonneur approprié.

Déterminer d'abord la profondeur de la boue au point d'échantillonnage en utilisant un ruban à mesurer lesté, une sonde ou tout autre dispositif de mesure approprié. Prélever ensuite un (1) échantillon de la boue à intervalles de 50 cm de profondeur (soit à 50 cm, 100 cm, 150 cm etc.). Verser chaque échantillon dans un seau ou un autre contenant convenable en plastique propre. Puis, mélanger l'échantillon composite dans le contenant et prélever un sous-échantillon dans un contenant plus petit destiné à être acheminé au laboratoire. Mélanger à fond l'échantillon composite final pour en assurer l'homogénéité. Prélever des échantillons composites de ce mélange, au besoin. S'abstenir de remplir les bouteilles d'échantillonnage plus qu'à la moitié ou aux deux tiers, de manière à ce que l'espace libre soit suffisant pour accueillir une éventuelle augmentation de pression sans risque d'éclatement de la bouteille. Normalement, quand il faut faire analyser l'échantillon pour en connaître la teneur en azote, en phosphore et en matières sèches totales, une bouteille d'échantillonnage de 500 mL suffit. Quand une analyse de la teneur en métaux est demandée, il faut ajouter une bouteille d'échantillonnage supplémentaire

de 500 mL qui peut être remplie avec le mélange provenant de l'échantillon composite déjà prélevé.

Transporter au laboratoire, le plus tôt possible après l'échantillonnage, tous les sous-échantillons prélevés pour analyse afin de minimiser les éventuelles transformations que pourrait subir la matière à l'intérieur du contenant.

Détermination des concentrations moyennes des paramètres évalués

Lorsque l'échantillonnage est terminé à tous les points d'échantillonnage, déterminer les dimensions de la structure d'entreposage (c.-à-d. le diamètre intérieur du réservoir). Déterminer la profondeur et l'épaisseur moyennes de la boue à partir de l'information recueillie à chaque point d'échantillonnage. Le volume de boue peut ensuite être déterminé à partir de cette information. Ensuite, déterminer les concentrations moyennes des paramètres évalués dans la boue en établissant la moyenne des résultats d'analyse obtenus pour tous les sous-échantillons.

2.3.2.2 Échantillonnage des matières décantées dans des réservoirs à ciel ouvert

La méthode d'échantillonnage des boues ou matières décantées dans un réservoir à ciel ouvert est la même que celle qui est décrite à la section 2.3.2.1, sous « Méthode d'échantillonnage », sauf en ce qui concerne le nombre de points d'échantillonnage. Il faut en effet que les échantillons soient prélevés en au moins deux points d'échantillonnage pour donner un portrait précis des matières décantées. Lorsque le réservoir est surmonté d'une passerelle, les points d'échantillonnage peuvent être choisis au hasard sous la passerelle. En l'absence de passerelle, il faut prélever les échantillons au hasard sur le périmètre du réservoir. Les points d'échantillonnage ne doivent pas être situés à proximité des conduites d'amenée ou d'autres orifices d'entrée.

Même si les risques de vapeurs toxiques ou explosives sont moins grands que dans le cas des réservoirs fermés, ces risques existent quand même dans le cas des réservoirs à ciel ouvert. Le personnel chargé de l'échantillonnage doit par conséquent se conformer aux mêmes consignes de sécurité et prendre les mêmes précautions que celles qui sont décrites à la section 2.3.1.1. Sous aucune considération, l'échantillonnage ne doit se faire à partir du dessus d'un réservoir à ciel ouvert renfermant des matières dangereuses. Dès qu'une matière à échantillonner est considérée comme dangereuse, le personnel doit prélever les échantillons depuis l'extérieur du périmètre du réservoir en se munissant de l'équipement de protection individuelle approprié.

La méthode de détermination des concentrations moyennes des paramètres évalués dans le volume total des matières décantées est la même que celle qui est décrite à la section 2.3.2.1 sous « Détermination des concentrations moyennes des paramètres évalués ».

2.3.2.3 Échantillonnage des matières décantées dans les lagunes

L'échantillonnage des matières décantées qui se trouvent dans les lagunes pose un défi particulier du fait que les parois sont en pente et non verticales comme dans le cas des réservoirs. Pour être à même de mesurer la profondeur et le volume des matières décantées dans une lagune, il faut connaître l'inclinaison et la longueur des pentes latérales ainsi que la profondeur totale de la lagune.

L'échantillonnage des matières décantées dans des lagunes, surtout des lagunes de grandes dimensions, doit être fait de la surface, depuis une embarcation, par la méthode d'échantillonnage par transect ou par quadrillage (voir la section 2.2.1). Par contre, il ne faut jamais procéder à l'échantillonnage de lagunes renfermant des matières potentiellement dangereuses, depuis une embarcation. Il faut plutôt dans ce cas prélever les échantillons depuis les berges de la lagune ou depuis des quais en se protégeant convenablement par de l'équipement de protection individuelle.

Lorsque l'échantillonnage se fait depuis une embarcation à un point d'échantillonnage précis, suivre les procédures d'échantillonnage décrites sous « Méthode d'échantillonnage » à la section 2.3.2.1.

Une fois l'échantillonnage terminé à tous les points d'échantillonnage, déterminer la superficie de la lagune ainsi que l'inclinaison des pentes latérales sous la matière entreposée en se reportant aux dessins techniques de la lagune ou en consultant l'exploitant. Cette information, de même que la profondeur et l'épaisseur moyennes des matières décantées (déterminées en faisant la moyenne des mesures de profondeur et d'épaisseur obtenues à chaque point d'échantillonnage) sont ensuite utilisées pour calculer le volume total des matières décantées dans la lagune.

On combine ensuite les concentrations moyennes des paramètres évalués dans le volume total des matières décantées en faisant la moyenne des résultats d'analyse obtenus à tous les points d'échantillonnage.

2.3.3 Échantillonnage des matières dans des réservoirs à parois verticales

Dans le cas particulier où la matière n'est pas mélangée avant l'échantillonnage, mais qu'elle le sera avant l'épandage sur des biens-fonds et qu'elle se trouve dans un réservoir à parois verticales, une méthode d'échantillonnage simplifiée peut être utilisée. Les couches n'ont pas besoin d'être échantillonnées ni analysées séparément, mais les échantillons peuvent être prélevés de manière à inclure la profondeur totale du réservoir. Cette opération peut être réalisée en insérant un tuyau ou un tube à la verticale sur toute la profondeur du réservoir, puis en scellant l'orifice du fond de manière à obtenir un échantillon complet.

2.4 Matières sèches en tas ou dans des conteneurs

Quand il s'agit d'échantillonner des matières empilées en gros tas, comme du fumier solide ou des matières sèches biologiques provenant de la pulpe et du papier, il peut être difficile d'obtenir des échantillons qui sont représentatifs du tas. Il est difficile de prélever des échantillons ailleurs qu'en surface. Comme dans certaines matières mises en tas, les particules fines ont tendance à se séparer des particules grossières, les échantillons prélevés en surface risquent fort de ne pas être représentatifs. Vu la grande variabilité inhérente à de nombreuses matières mises en tas, la cueillette d'un échantillon représentatif relève toujours du défi.

La méthode d'échantillonnage à privilégier consiste à se procurer les échantillons à des profondeurs différentes et à les combiner de manière à ce que l'échantillon composite final soit représentatif du tas. Le meilleur moyen d'y parvenir est de procéder à l'échantillonnage au moment de la vidange de la structure d'entreposage en prélevant des échantillons ponctuels au fur et à mesure du chargement de la matière. Si les tas doivent être échantillonnés sur place, il faut se munir de matériel permettant l'extraction de carottes sur toute la profondeur du tas.

Les matières solides peuvent renfermer des concentrations très variables de produits chimiques et de bactéries. Il est par conséquent nécessaire de prélever au moins 10 échantillons ponctuels pour les tas de 100 m³ ou moins et de les combiner pour former l'échantillon. Pour les tas plus gros, prélever proportionnellement plus d'échantillons ponctuels. Placer les échantillons ponctuels dans un contenant propre (voir tableau 2-1) qui peut être recouvert ou scellé entre les ajouts d'échantillons afin de prévenir les pertes d'humidité. Une fois que tous les échantillons ponctuels ont été recueillis, les vider sur une grande surface (d'un matériau approprié) pour les mélanger. Le meilleur moyen d'obtenir un échantillon représentatif consiste à mélanger et à hacher la matière avec une pelle propre, puis à diviser le tas en quatre. Jeter deux quarts opposés, combiner les deux quarts restants et répéter le procédé jusqu'à l'obtention d'un échantillon composite de la taille voulue. L'échantillon composite doit peser au total environ 1 kg. On peut obtenir le même résultat en prélevant de petits sous-échantillons de toutes les sections de l'échantillon jusqu'à l'obtention d'un échantillon composite d'environ 1 kg. On peut aussi adopter des méthodes différentes approuvées par un organisme de normalisation reconnu. Placer l'échantillon composite dans un contenant ou un sac (voir tableau 2-1), lui-même inséré dans un contenant approprié pour l'expédition au laboratoire d'analyse.

2.5 Matières sèches et mixtes provenant de procédés continus et de déchargeuses

Dans certaines situations, il peut être nécessaire ou souhaitable d'échantillonner une matière qui est produite par un procédé continu ou qui provient d'une déchargeuse. Il est probable qu'un échantillonnage convenable du flux de déchets débouchera sur des données d'échantillonnage plus précises et plus représentatives à moindre coût que l'échantillonnage du gros tas final ou de la trémie. Le grand principe à respecter lors de l'échantillonnage d'un flux de déchets est de veiller à ce que l'échantillon soit représentatif de l'ensemble du flux de déchets.

La matière qui circule sur une courroie doit être échantillonnée à l'aide d'une pelle qui a été choisie ou fabriquée de manière à se conformer le plus possible à la largeur et au contour général de la courroie. On peut prélever les échantillons ponctuels à tout endroit où il est pratique de le faire, le long de la courroie, pourvu que la largeur totale de la

courroie soit échantillonnée. Les particules fines ou liquides présentes sur la courroie doivent être incluses dans l'échantillon.

Quelle que soit la stratégie d'échantillonnage des flux de déchets, la fréquence d'échantillonnage et le nombre d'échantillons ponctuels combinés pour former des échantillons composites dépendent de la variabilité des déchets avec le temps. On a le choix entre prélever des échantillons représentatifs toutes les heures sur une période de 8 à 24 heures (selon l'horaire de production) et combiner ces échantillons pour former des échantillons composites quotidiens, ou prélever des échantillons quotidiens pendant une semaine et les combiner pour former des échantillons composites hebdomadaires. Comme la période d'échantillonnage et le nombre d'échantillons varient selon le procédé, il est important que le personnel chargé de l'échantillonnage connaisse bien la variabilité du flux de déchets en fonction du temps et en fonction de l'étape du procédé. Le programme d'échantillonnage doit permettre de caractériser cette variabilité et de classer convenablement les déchets.

Souvent, les effluents solides entrent dans une trémie ou une structure d'entreposage directement après le procédé. On peut obtenir des échantillons composites à long terme en échantillonnant la matière une fois qu'elle s'est accumulée. On prélève alors des échantillons ponctuels aléatoires de la trémie ou de la structure d'entreposage, pourvu que la stratégie d'échantillonnage fournisse des échantillons représentatifs de la matière. Il est parfois nécessaire de mélanger la matière avant l'échantillonnage s'il y a eu séparation de la matière dans le conteneur.

2.6 Contrôle de la qualité sur le terrain (CQ)

Le tableau 2-1 fournit un résumé des méthodes de contrôle de la qualité qui doivent être utilisées relativement à l'échantillonnage effectué dans le cadre des activités de gestion des éléments nutritifs. Les laboratoires accrédités par l'Association canadienne des laboratoires d'analyse environnementale (ACLAE) peuvent être assujettis à des normes plus rigoureuses que celles qui sont décrites dans le présent protocole; ces normes doivent être respectées.

Tableau 2-1 Méthodes de contrôle de la qualité sur le terrain

	Éléments nutritifs	Métaux	Matières organiques	<i>E. coli</i>
Type d'échantillon	Composite	Composite	Composite	Composite
Contenants	En plastique ou en verre	En plastique ou en verre avec couvercles enduits de plastique ou de Téflon	Rincés avec un solvant, en verre ambre avec couvercles enduits d'aluminium ou de Téflon	Sacs ou contenants convenables de plastique stérilisés
Échantillons de CQ sur le terrain	Il est recommandé que le programme de CQ utilise des échantillons en duplicata.	Il est recommandé que le programme de CQ utilise des échantillons en duplicata.	Il est recommandé que le programme de CQ utilise des échantillons en duplicata.	Il est recommandé que le programme de CQ utilise des échantillons en duplicata.
Entreposage	Pour le dosage de l'azote, garder l'échantillon au frais sur le terrain en le protégeant des rayons du soleil, puis le réfrigérer à moins de 10 °C pour l'entreposage		Garder l'échantillon au frais sur le terrain en le protégeant des rayons du soleil, puis le réfrigérer à moins de 10 °C pour l'entreposage	Garder l'échantillon au frais sur le terrain en le protégeant des rayons du soleil, puis le réfrigérer entre 0 et 10 °C pour l'entreposage.
Exigences supplémentaires			L'échantillon ne doit pas entrer en contact avec du plastique ni en cours d'échantillonnage ni en cours d'entreposage	s.o.

2.7 Nettoyage et prévention de la contamination croisée

Quelle que soit la forme d'échantillonnage, il faut que le matériel et les contenants soient nettoyés et rincés entre les prélèvements d'échantillons distincts destinés à l'analyse (c.-à-d. entre les sites, les emplacements ou les moments d'échantillonnage), afin de minimiser la contamination croisée des échantillons. Un bon lavage du matériel avec du

savon ou du détergent, suivi d'un rinçage abondant à l'eau propre (idéalement de l'eau distillée ou désionisée) devrait suffire pour l'analyse des paramètres habituels.

2.7.1 **Méthodes de nettoyage particulières pour l'échantillonnage destiné au dosage des composés organiques à l'état de trace**

Le dosage des composés organiques à l'état de trace n'est normalement pas nécessaire; toutefois, il peut y avoir des situations où les matières que l'on se propose d'épandre sur des biens-fonds sont soupçonnées de renfermer des composés organiques à l'état de trace en raison d'un procédé particulier utilisé en cours de production. Il faut alors prendre des précautions particulières concernant la prévention de la contamination croisée s'il est nécessaire de prélever des échantillons destinés au dosage des composés organiques à l'état de trace. La méthode d'échantillonnage de base pour le dosage des composés organiques à l'état de trace est la même que celle qui s'applique à l'échantillonnage des composés inorganiques et qui est décrite dans les sections précédentes. Toutefois, les personnes chargées de l'échantillonnage doivent se conformer aux procédures supplémentaires suivantes :

a) Lutte contre la contamination croisée

L'échantillonnage du sol pour en connaître la teneur en contaminants organiques à l'état de trace oblige à recourir à des techniques particulières afin d'éviter la contamination provenant à la fois des autres échantillons ainsi que du matériel et des contenants servant à l'échantillonnage. Lorsqu'elle soupçonne la présence de niveaux potentiellement dangereux de contaminants, la personne chargée de l'échantillonnage doit porter des gants de protection faits d'un matériau résistant aux solvants (des gants de latex, par exemple). Ni les gants, ni les mains nues ne doivent entrer en contact direct avec l'échantillon.

b) Méthodes de nettoyage du matériel

La personne chargée de l'échantillonnage doit nettoyer avec soin tout le matériel d'échantillonnage qui entre en contact direct avec la matière (c.-à-d. échantillonneurs, carottiers, couteaux) entre deux sites de prélèvement. Voici la méthode de nettoyage recommandée :

1. Déloger les particules de matière adhérant au matériel en frottant celui-ci avec une solution renfermant du savon de laboratoire dilué.
2. Rincer à fond à l'eau distillée.
3. Rincer à l'acétone. *
4. Rincer avec de l'hexane. *

*Utiliser du méthanol comme solvant pour le rinçage lorsque l'acétone ou l'hexane sont des contaminants potentiels préoccupants.

5. Laisser le matériel sécher à l'air avant de l'utiliser. Ne pas utiliser d'essuie-tout ni de linge pour l'assécher.

Placer tous les échantillons ponctuels dans un bol en acier inoxydable et mélanger le sol avant de le placer dans des bocal d'échantillonnage. Le bol et la cuiller ou la tige utilisés pour mélanger la matière doivent avoir été préalablement nettoyés conformément à la méthode de nettoyage et de rinçage habituelle décrite ci-dessus. Pour le dosage des composés organiques volatils (COV), on ne doit pas mélanger les échantillons ponctuels,

sous peine de provoquer la perte de composés d'intérêt. On doit plutôt placer les échantillons immédiatement dans les contenants appropriés.

c) **Contenants servant aux échantillons et conservation des échantillons**

Des bocaux de verre de couleur ambre à large ouverture rincés avec un solvant (hexane et/ou acétone) et pourvus de couvercles enduits d'aluminium ou de Téflon conviennent à toutes les catégories de composés organiques (y compris les hydrocarbures aromatiques polycycliques {HAP}, les biphényles polychlorés {BPC} utilisés comme pesticides et les COV).

Visser serrés les couvercles des bocaux et garder les échantillons au frais (idéalement au réfrigérateur ou, à défaut, dans des glacières protégées des rayons du soleil) jusqu'à leur livraison au laboratoire d'analyse.

3.0 ANALYSE DE LABORATOIRE

3.1 Gestion de la qualité en laboratoire

Les laboratoires qui effectuent des analyses des sols et des matières épandues sur des biens-fonds dans le cadre de la LGEN sont tenus de se doter d'un bon programme de gestion de la qualité.

La gestion de la qualité est le volet des activités de gestion qui établit et met en œuvre la politique de qualité. La norme internationale ISO/IEC 17025 décrit les exigences de gestion et exigences techniques visant la mise en œuvre d'un système de gestion de la qualité en laboratoire.

Exigence d'accréditation du laboratoire

Les laboratoires qui font des analyses de sol pour en déterminer la teneur en éléments nutritifs, conformément aux exigences de la LGEN, sont tenus d'être accrédités par le ministère de l'Agriculture et de l'Alimentation et des Affaires rurales de l'Ontario (MAAARO) aux termes du programme d'accréditation des analyses agronomiques de ce ministère comme pratiquant les analyses d'éléments nutritifs applicables.

Les laboratoires qui font des analyses de la teneur en éléments nutritifs des sols et des matières destinées à être épandues sur des biens-fonds, telles qu'elles sont exigées par la LGEN, doivent être accrédités par le MAAARO dans le cadre du programme d'accréditation des analyses agronomiques du MAAARO ou par un organisme qui fait l'accréditation des laboratoires d'analyse en fonction des normes ISO/IEC 17025 applicables aux laboratoires d'analyse (comme le Conseil canadien des normes par l'intermédiaire de l'ACLAE).

Les laboratoires qui font des analyses de la teneur en métaux et en *E. Coli* des sols et des matières destinées à être épandues sur des biens-fonds, telles qu'elles sont exigées par la LGEN doivent être accrédités par un organisme qui fait l'accréditation des laboratoires d'analyse en fonction des normes ISO/IEC 17025 applicables aux laboratoires d'analyse (comme le Conseil canadien des normes par l'intermédiaire de l'ACLAE).

3.2 Méthode de laboratoire

Tous les laboratoires qui effectuent des analyses des sols et des matières épandues sur des biens-fonds en conformité avec la LGEN doivent posséder une méthode d'analyse écrite

officielle. Les méthodes applicables aux tables de travail doivent être documentées suffisamment en détail pour assurer une application uniforme et doivent être facilement accessibles au personnel technique.

Résumé de la méthode

Un résumé de la méthode utilisée pour ces analyses peut être exigé par le MAAARO aux fins de révision. Ce résumé aidera le MAAARO à évaluer si les données fournies par le laboratoire sur les méthodes et la performance des méthodes sont conformes aux exigences de qualité des données du présent protocole (section 4.0).

Un résumé de la méthode doit comprendre à tout le moins l'information suivante :

- Méthode utilisée, p. ex. EPA 5030, DSL/MEO E3394 ou la méthode de référence du laboratoire.
- Principe de la méthode – Description brève de la préparation de l'échantillon et de l'emploi des instruments.
- Mode de conservation des échantillons, le cas échéant.
- Température d'entreposage des échantillons.
- Accréditation (du laboratoire ou de la méthode) - Type d'accréditation et nom de l'organisme chargé de l'accréditation.
- Caractéristiques de performance de la méthode – Fournir cette information sous forme de tableau selon l'exemple fourni au tableau 3-1.

Tableau 3-1 Caractéristiques de performance de la méthode

Analyte	Limite de détection de la méthode	Exactitude	Précision		Linéarité de la méthode / Étendue de mesure
			À l'intérieur d'une même série d'analyses	Entre les séries d'analyses	
	Unité	% de récupération	% ÉTR*	% ÉTR	Unité

*ÉTR – Écart-type relatif

Fournit l'information suivante :

Exactitude : Matériau utilisé pour la détermination de l'exactitude, p. ex. blanc de matrice enrichi interne, matériau de référence certifié (CRM) ou autre et nombre de déterminations utilisées pour cette étude.

Précision : Matériau utilisé pour la détermination de la précision, p. ex. blanc de matrice enrichi interne, matériau de référence certifié (CRM) ou autre et nombre de déterminations utilisées pour cette étude.

3.3 Limite de détection de la méthode (LDM)

La limite de détection de la méthode est un paramètre de la méthode défini par des méthodes statistiques. Les résultats mesurés qui sont égaux ou supérieurs à la limite de détection de la méthode sont interprétés comme indiquant la présence d'un analyte dans l'échantillon selon une probabilité donnée qui est habituellement supérieure à 99 %, dans l'hypothèse où les sources d'erreur dans l'identification ou les biais dans les mesures sont connus et maîtrisés.

Méthode de détermination de la LDM

Prélever au moins huit parties aliquotes de l'échantillon devant servir à calculer la LDM et soumettre chacune à la méthode analytique au complet.

Si un essai à blanc est nécessaire pour calculer le niveau mesuré d'un analyte, faire un essai à blanc distinct pour chaque partie aliquote analysée.

Calculer un résultat (x) pour chaque paire échantillon-essai à blanc.

Calculer l'écart-type (ÉT) des mesures résultant des analyses répétées comme suit :

$$\text{ÉT} = \sqrt{\left[\frac{3 (x_i - x_m)^2}{(n-1)} \right]}$$

où : x_i = les résultats d'analyse pour les huit parties aliquotes répétées ($i = 1$ à 8), exprimés dans les dernières unités servant à la déclaration des résultats, telles qu'elles sont prévues par la méthode.

x_m = la moyenne des mesures des huit parties répétées.

Une autre méthode consiste à utiliser les données historiques des analyses répétées effectuées dans une même série d'analyses et à calculer l'écart-type (ÉT) des mesures résultant des analyses répétées comme suit (cette méthode est suggérée pour les échantillons de sol :

$$\text{ÉT} = \sqrt{\left[\frac{\sum (x_1 - x_2)_i^2}{(2 n)} \right]}$$

où :

x_1, x_2 = les résultats d'analyse des deux essais répétés pour chacune des n paires répétées (n minimal = 40).

Calculer la LDM comme suit :

$$\text{LDM} = t_{(n-1, \alpha=0,01)} \text{ÉT}$$

où : $t_{(n-1, \alpha=0,01)}$ est la valeur appropriée de Student au niveau de confiance de 99 % compte tenu de degrés de liberté de $n-1$.

ÉT = l'écart-type tel qu'il est déterminé ci-dessus.

Tableau 3-2. Valeurs t de Student au niveau de confiance de 99 %

Nombre d'échantillons répétés	Degrés de liberté (n-1)	t (n-1)
7	6	3,143
8	7	2,998
9	8	2,897
10	9	2,821
11	10	2,764
16	15	2,603
21	20	2,528
26	25	2,485
31	30	2,457
∞	∞	2,369

3.4 Seuil de déclaration (SD)

Le seuil de déclaration a été fixé à 1/10 du critère de concentration maximale autorisée d'un contaminant ou à la limite de détection de la méthode (LDM), selon la plus élevée des deux valeurs.

Le seuil de déclaration oblige les laboratoires à avoir une LDM inférieure ou égale au seuil de déclaration (SD).

Les laboratoires ayant une LDM inférieure au SD doivent donc déclarer les résultats inférieurs aux valeurs du SD.

3.5 Précision

On entend par précision le degré de concordance entre des résultats d'essais indépendants obtenus avec la même quantité sous des conditions prescrites.

Il faut établir la précision à la fois à l'intérieur d'une même série d'analyses et d'une série d'analyses à l'autre. Pour ce faire, on analyse des échantillons répétés (à l'intérieur d'une même série d'analyses) et on analyse des échantillons blancs enrichis, des échantillons-témoins internes ou un matériau de référence certifié, lorsqu'il y en a (d'une série d'analyses à l'autre). Des limites de contrôle doivent être établies et maintenues comme faisant partie des critères de performance analytique.

Il est souhaitable de déterminer la précision à ≈ 10 LDM.

Exigence – L'exigence de précision pour chaque test est indiquée à la section 4.

3.6 Exactitude et taux de récupération

Les matériaux de référence certifiés (CRM), lorsqu'il y en a, doivent être utilisés pour évaluer l'exactitude du laboratoire. L'exactitude représente le degré de concordance entre

les résultats d'essais individuels et une valeur de référence acceptée. À défaut d'un CRM d'un type exactement identique à celui de l'échantillon, il est possible d'utiliser un CRM semblable. Par exemple, un CRM de tissus végétaux ou de boue peut être utilisé pour l'analyse du fumier.

Dans le cas des métaux, l'exactitude repose sur les résultats d'analyse comparés aux valeurs indiquées du matériau de référence certifié. Il s'agit d'une valeur certifiée compte tenu d'une erreur admissible de $\pm 20\%$. Dans le cadre du présent programme, les matériaux de référence certifiés sont identifiés pour chacun des tests (section 4). D'autres CRM peuvent être utilisés, pourvu qu'ils produisent des données se situant à l'intérieur de la fourchette admissible qui précède, lorsqu'ils sont soumis au même principe de la méthode.

Le taux de récupération correspond à une valeur mesurée de la partie d'un analyte ou d'un substitut ajouté à un échantillon que l'on récupère au moyen du test.

L'exactitude ou le taux de récupération exigé pour chacun des tests est indiqué à la section 4.

La participation à un ou plusieurs programmes d'essais d'aptitude des laboratoires est un autre moyen de démontrer la performance acceptable de la méthode.

3.7 Linéarité de la méthode

La linéarité (étendue de mesure) de la méthode applicable à chaque analyte doit être établie et documentée dans la méthode. La linéarité représente la plage à l'intérieur de laquelle le système analytique présente un rapport linéaire ou autre rapport bien établi entre la quantité de matière introduite dans le système analytique et la réponse instrumentale.

Aucun résultat d'échantillonnage ne doit être déclaré s'il est à l'extérieur de la plage d'étalonnage de la méthode. Si un résultat est trop élevé, l'échantillon doit être dilué. Si le résultat est trop faible, une partie aliquote plus grande de l'échantillon doit être analysée afin de répondre aux exigences de limite de détection de la méthode.

3.8 Procédures de CQ ou d'AQ recommandées aux laboratoires

Voici les procédures de contrôle ou d'assurance de la qualité recommandées aux laboratoires.

Activités de CQ au stade de l'élaboration des procédures :

- essais à blanc sur le matériel de laboratoire et les réactifs;
- étalons de réglage des instruments;
- étalons de référence servant à valider les étalons internes;
- matériau de référence certifié servant à valider le taux de récupération de la méthode;
- limites de détection des instruments et courbes de linéarité des détecteurs (étalonnage en au moins trois points)

Activités de CQ effectuées en cours d'analyse pour vérifier la maîtrise des instruments:

- blancs visant à contrôler la dérive de la ligne de base;
- étalons;
- vérifications d'instruments

Activités de CQ et d'AQ destinées à vérifier la maîtrise du système ou de la procédure :

- blancs de la méthode enrichis;
- blancs de la méthode;
- matériau servant aux vérifications internes de la matrice;
- échantillons répétés (minimum de un jeu par série de 30 échantillons);
- échantillons enrichis, s'il y a lieu.

Les laboratoires doivent tenir des registres leur permettant de démontrer que les systèmes analytiques étaient maîtrisés au moment où les analyses ont été faites. Les résultats de ces contrôles de la qualité et de ces vérifications de surveillance de la performance doivent être compilés et résumés pour en faciliter la consultation, l'évaluation et la vérification. Le tableau 3-3 présente un modèle de tableau de compilation.

Tableau 3-3. Données de CQ du laboratoire

Identifier les étalons de validation, les blancs de matrice enrichis internes, les matériaux de référence certifiés (CRM) ou autre.

Analyte	Contrôle de l'instrument		Contrôle sur la série d'analyses		
	Quantité injectée (Unité)	Quantité récupérée (Unité)	Blanc (Unité)	Exactitude / récupération (%)	Analyse répétée (n° échant.) (Unité)

a) Nommer ou identifier le ou les étalons validés à l'externe qui servent à vérifier l'étalonnage ou à valider les étalons internes.

b) Nommer/identifier les matières utilisées pour déterminer l'exactitude ou la récupération, p. ex., blancs de matrice enrichis internes, matériaux de référence certifiés (CRM) ou autres.

3.9 Critères d'acceptation des données

Voici un aperçu des critères de détermination de l'acceptabilité des données de laboratoire :

- La méthode doit être compatible avec le principe décrit pour le test en particulier (section 4).
- Les caractéristiques de performance (SD, exactitude et précision) d'une méthode servant aux analyses effectuées en application de la LGEN doivent respecter les critères de performance indiqués pour chaque test (section 4).
- Les résultats de tous les échantillons de contrôle de la qualité applicables doivent se situer à l'intérieur de la fourchette acceptable. Voir les fourchettes indiquées pour chacun des tests (section 4).
- Le système analytique doit être maîtrisé au moment de l'analyse.

3.10 Communication des données

Tout système de gestion des données de laboratoire doit établir et maintenir des liens directs entre les données relatives aux échantillons (p. ex. provenance, numéro ou code attribué sur le terrain à l'échantillon, date et moment de l'échantillonnage, tests nécessaires) et les données du laboratoire (p. ex. numéro ou code attribué à l'échantillon par le laboratoire, date et heure de l'analyse, tests effectués et identification de l'analyste ayant fait le travail).

Un résultat convenablement consigné doit inclure le nom ou le code du test ou de l'analyte, les unités de mesure, la méthode employée pour l'analyse et toute remarque pertinente.

Le nombre de chiffres après la décimale ne doit pas dépasser le nombre de chiffres après la décimale dans la limite de détection de la méthode.

Les résultats d'analyse peuvent être corrigés afin de prendre en considération tout résultat positif d'un essai à blanc connexe de la méthode pour des analyses en particulier. Un résultat d'un essai à blanc de la méthode qui est supérieur à la limite de détection de la méthode est normalement considéré comme un résultat positif. Les critères ou les limites de contrôle pour les corrections d'essais à blanc doivent être déterminés par les laboratoires sur la foi de données historiques et doivent être documentés. Autrement, les données doivent être déclarées non corrigées. Si une correction est faite, elle doit être clairement identifiée et décrite.

Toutes les données doivent être déclarées. Les données inférieures au SD doivent être identifiées par la mention < SD. Les données inférieures à la LDM doivent être identifiées par la mention < LDM.

Toutes les données relatives aux sols et aux matières épanchées sur des biens-fonds (≥ 1 % de matières sèches) doivent être déclarées en poids à sec. La teneur en matières sèches doit aussi être déclarée.

Toutes les données relatives aux matières liquides diluées épanchées sur des biens-fonds (< 1 % de matières sèches) doivent être déclarées en volume.

4.0 EXIGENCES DE QUALITÉ DES DONNÉES

La présente section précise les exigences de qualité des données relatives à l'analyse des sols et des matières épandues sur des biens-fonds aux fins de l'application de la *Loi sur la gestion des éléments nutritifs*.

Les laboratoires peuvent utiliser les méthodes qui sont mentionnées relativement à chacun des tests, ou des méthodes validées qui respectent les exigences de qualité des données précisées relativement à chacun des tests.

4.1 Conseils dans le choix des laboratoires d'analyse

On peut se procurer une liste des laboratoires accrédités en vertu du programme d'accréditation des analyses agronomiques du MAAARO en s'adressant à un bureau du MAAARO, en consultant les publications consacrées aux recommandations sur les cultures (notamment les publications 360F, 363F et 811F), ou encore en consultant le site Web du ministère au www.omafra.gov.on.ca.

Les laboratoires peuvent être accrédités au Canada en fonction de la norme ISO/IEC par le Conseil canadien des normes (CCN) ou par l'ACLAE.

On peut se procurer une liste des laboratoires accrédités par le CCN en communiquant à l'adresse suivante :

Conseil canadien des normes

270, rue Albert , bureau 200

Ottawa (Ont.) K1P 6N7

Téléphone : 613 238-3222

Télécopieur : 613 569-7808 ou au www.scc.ca

On peut aussi se procurer une liste des laboratoires accrédités par l'ACLAE en communiquant à l'adresse suivante :

Association canadienne des laboratoires d'analyse environnementale

310-1565 avenue Carling

Ottawa (Ont.) K1Z 8R1

Téléphone : 613 233-5300

Télécopieur : 613 233-5501, ou au www.caeal.ca

4.2 Analyse de sol

4.2.1 PH du sol

Matrice Sol

Analyse

Cette analyse est exigée au moins une fois au cours des cinq années précédant l'épandage des éléments nutritifs. Le pH du sol est mesuré dans une pâte saturée.

Principe de la méthode

Le pH du sol est déterminé à l'aide d'un pH-mètre à électrode de verre ordinaire dans une pâte sol-eau saturée.

Préparation de l'échantillon

Sécher les échantillons à l'air et les broyer de manière à ce que les particules passent à travers un tamis de 2 mm.

Ajouter assez d'eau distillée au sol séché à l'air et broyé pour obtenir une pâte saturée. Il ne doit pas y avoir d'eau libre sur le dessus de l'échantillon de sol. Agiter l'échantillon manuellement à l'aide d'une tige de verre et le laisser reposer 15–20 minutes.

Emploi des instruments

Étalonner le pH-mètre à l'aide de solutions tampons ayant des pH de 7,00 et de 4,00. Insérer les électrodes du pH-mètre dans la pâte et lire le pH tout en déplaçant doucement les électrodes dans la pâte.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Étalonner le pH-mètre en suivant les consignes du fabricant, avant chaque série d'analyses.

Critères de performance de la méthode

La précision interlaboratoire et intralaboratoire doit se situer à moins de $\pm 0,3$ unité de pH de la moyenne des échantillons provenant de l'ensemble des laboratoires accrédités.

Méthode de référence

PH MAAARO

4.2.2 PH tampon du sol

Matrice Sol

Analyse

Cette analyse est exigée pour déterminer les besoins en chaux des échantillons de sol ayant un pH inférieur à 6,0. Le pH tampon est mesuré dans un échantillon d'un mélange de sol préalablement séché et broyé, mélangé à une solution tampon Shoemaker-McLean-Pratt (SMP).

Principe de la méthode

On mesure la réduction du pH d'une solution tampon étalon afin de déterminer la quantité de chaux nécessaire pour amener le pH d'un sol acide à l'intérieur d'une plage acceptable pour les cultures agricoles.

Préparation de l'échantillon

Sécher les échantillons à l'air et les broyer de manière à ce que les particules passent à travers un tamis de 2 mm.

Combiner une partie de sol broyé et séché à l'air et deux parties de la solution tampon SMP dans un bécher jetable. Agiter pendant 10–15 minutes, laisser reposer pendant 15 minutes, puis déterminer le pH.

Emploi des instruments

Étalonner le pH-mètre à l'aide de solutions tampons ayant des pH de 7,00 et de 4,00. Lire le pH tout en déplaçant doucement les électrodes dans la suspension.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne apparié à la matrice ou CRM, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

La précision interlaboratoire et intralaboratoire doit se situer à moins de $\pm 0,3$ unité de pH de la moyenne des échantillons provenant de l'ensemble des laboratoires accrédités.

Méthode de référence

PH tampon MAAARO

4.2.3 Éléments nutritifs assimilables – Phosphore

Matrice Sol

Analyse

Cette analyse est exigée au moins une fois au cours des cinq années précédant l'épandage des éléments nutritifs. Le phosphore biodisponible est mesuré par la méthode au bicarbonate de soude 0,5 M.

Principe de la méthode

On réalise l'extraction en mettant en contact une partie d'un échantillon préalablement asséché, broyé et passé au tamis (< 2 mm) avec une solution alcaline diluée, puis on dose le P dans l'extrait.

Préparation de l'échantillon

Sécher les échantillons à l'air et les broyer de manière à ce que les particules passent à travers un tamis de 2 mm.

Mélanger en agitant pendant 30 minutes une partie de sol broyé et séché à l'air avec 20 parties de solution d'extraction au bicarbonate de soude 0,5 M, puis laisser déposer et filtrer. Doser le P dans l'extrait dans un auto-analyseur et calculer la quantité de P en mg par litre de sol.

Emploi des instruments

Régler l'auto-analyseur afin qu'il produise la réaction de couleur par la méthode molybdate-acide ascorbique. Lire l'absorbance à la longueur d'ondes de 820 nm.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne apparié à la matrice ou CRM, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

La précision interlaboratoire et intralaboratoire doit se situer à moins de $\pm 15\%$ de la moyenne des échantillons provenant de l'ensemble des laboratoires accrédités.

Méthode de référence

P MAAARO

4.2.4 Éléments nutritifs assimilables – K, Mg et Ca

Matrice Sol

Analyse

L'analyse du potassium assimilable est exigée au moins une fois au cours des cinq années précédant l'épandage des éléments nutritifs. L'analyse du magnésium assimilable n'est pas exigée dans le cadre d'un PGEN, mais est très utile pour déterminer l'apport en magnésium nécessaire aux cultures. Certains laboratoires peuvent aussi déterminer la teneur du sol en calcium à partir du même extrait. Les cations biodisponibles sont mesurés suivant la méthode à l'acétate d'ammonium 1 M.

Principe de la méthode

L'extraction est réalisée par la mise en contact d'une partie d'un échantillon préalablement asséché, broyé et passé au tamis (< 2 mm) avec une solution d'acétate d'ammonium diluée, puis l'analyse est effectuée par une technique spectrométrique.

Préparation de l'échantillon

Sécher les échantillons à l'air et les broyer de manière à ce que les particules passent à travers un tamis de 2 mm.

Mélanger en agitant pendant 15 minutes 1 partie de sol broyé séché à l'air et 10 parties d'une solution d'acétate d'ammonium neutre 1 M. Laisser déposer, puis filtrer. Doser les éléments dans l'extrait à l'aide d'un spectrophotomètre d'absorption atomique.

Emploi des instruments

Le potassium (K) est dosé par spectrophotométrie d'absorption atomique (AAS) en mode d'émission à une longueur d'ondes de 766 nm.

Le magnésium (Mg) est dosé sur le même extrait par AAS à une longueur d'ondes de 285,2 nm. Si l'échantillon donne une lecture supérieure à 400 unités d'absorption, le diluer selon une proportion de 1:9 avec de l'acétate d'ammonium et multiplier les résultats par un facteur de 10.

Le calcium (Ca) est dosé sur le même extrait que le Mg et le K, mais tous les échantillons sont au départ dilués selon une proportion de 1:9 avec de l'acétate d'ammonium. Le Ca est dosé par AAS à une longueur d'ondes de 422,7 nm.

La spectroscopie avec plasma couplé par induction (ICP) peut aussi être utilisée pour doser les cations dans l'extrait.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne apparié à la matrice ou CRM, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

La précision interlaboratoire et intralaboratoire de l'analyse doit se situer à moins de $\pm 15 \%$, dans le cas du K, et à $\pm 20 \%$, dans le cas du Mg, de la moyenne des échantillons provenant de l'ensemble des laboratoires accrédités.

Méthode de référence

Cations MAAARO

4.2.5 Éléments nutritifs assimilables – Zn, indice de Zn

Matrice Sol

Analyse

Cette analyse n'est pas exigée dans le cadre d'un PGEN, mais peut être utile dans la prévision d'une éventuelle carence en zinc dans les cultures. La concentration de zinc dans le sol est mesurée par la méthode DTPA. Les résultats de cette analyse sont combinés au pH du sol pour produire un indice de la biodisponibilité du zinc dans les sols agricoles.

Principe de la méthode

L'extraction est réalisée par la mise en contact d'une partie d'un échantillon préalablement asséché, broyé et passé au tamis (< 2 mm) avec une solution DTPA, puis le dosage du zinc dans l'extrait est effectué au moyen d'un spectrophotomètre d'absorption atomique. La teneur en zinc ainsi que le pH du sol sont utilisés dans une formule servant à fournir un indice de la biodisponibilité du zinc.

Préparation de l'échantillon

Sécher les échantillons à l'air et les broyer de manière à ce que les particules passent à travers un tamis de 2 mm. Mélanger en les agitant pendant 1 heure, 1 partie de sol broyé séché à l'air et 2 parties d'une solution d'extraction DTPA. Laisser déposer, puis filtrer.

Emploi des instruments

Le zinc est dosé par AAS en mode émission à une longueur d'ondes de 213,9 nm. La méthode ICP peut aussi être utilisée pour mesurer la concentration d'ions dans l'extrait.

Le zinc est déclaré à l'aide d'une formule reposant sur un indice :
 $203 + 4,5 \text{ ext. DPTA en mg/L} - 50,7 \text{ pH du sol} + 3,33 (\text{pH du sol})^2$.

Nota : Une erreur, même légère, dans le calcul du pH se traduit par une modification importante de l'indice de zinc. Par exemple, si les valeurs de pH relatives au sol A sont de 4,8 pour la pâte et de 5,2 (25 mL d'eau), les valeurs obtenues si la lecture pour le Zn est 2 mg/L, seront de 50,3 et de 43,44 respectivement, ce qui représente un écart plutôt important.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne apparié à la matrice ou CRM, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

La précision interlaboratoire et intralaboratoire de l'indice calculé doit se situer à moins de $\pm 15 \%$ de la moyenne des échantillons provenant de l'ensemble des laboratoires accrédités.

Méthode de référence

Zn MAAARO

4.2.6 Éléments nutritifs assimilables – Mn, indice de Mn

Matric Sol

Analyse

Cette analyse n'est pas exigée dans le cadre d'un PGEN, mais est utile dans la prévision d'une éventuelle carence en manganèse dans les cultures. Le dosage du manganèse se fait par la méthode à l'acide phosphorique 0,5 M. Les résultats de cette analyse sont combinés au pH du sol pour fournir un indice de la biodisponibilité du manganèse.

Principe de la méthode

L'extraction est réalisée par la mise en contact d'une partie d'un échantillon préalablement asséché, broyé et passé au tamis (< 2 mm) avec une solution d'acide phosphorique diluée, puis l'analyse est effectuée au moyen d'un spectrophotomètre d'absorption atomique.

Préparation de l'échantillon

Sécher les échantillons à l'air et les broyer de manière à ce que les particules passent à travers un tamis de 2 mm.

Mélanger en agitant pendant 10 minutes, 1 partie de sol broyé et séché à l'air et 8 parties d'une solution d'extraction à l'acide phosphorique 0,5 M. Laisser déposer, puis filtrer.

Emploi des instruments

Le dosage du manganèse se fait à l'aide d'un spectrophotomètre d'absorption atomique en mode absorption atomique à une longueur d'ondes de 279,5 nm. La méthode ICP peut aussi être utilisée pour mesurer la concentration d'ions dans l'extrait.

L'indice de manganèse est déclaré au moyen de la formule :

$$498 - 137 \text{ pH du sol} + 0,248 \text{ Mn extrait} + 9,64 (\text{pH du sol})^2$$

Une légère variation de pH a un effet considérable sur l'indice.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne apparié à la matrice ou CRM, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

La précision interlaboratoire et intralaboratoire de l'indice calculé doit se situer à moins de $\pm 15 \%$ de la moyenne des échantillons provenant de l'ensemble des laboratoires accrédités.

Méthode de référence

Mn MAAARO

4.2.7 Éléments nutritifs assimilables – N des nitrates

Matrice Sol

Analyse

Cette analyse n'est pas exigée dans le cadre d'un PGEN, mais peut être utilisée pour préciser les taux d'application de l'engrais azoté sur le maïs ou l'orge. L'azote des nitrates est mesuré par extraction au chlorure de potassium 2 M.

Principe de la méthode

L'extraction est réalisée par la mise en contact d'une partie d'un échantillon préalablement asséché, broyé et passé au tamis (< 2 mm) avec une solution de chlorure de potassium diluée, puis le dosage des nitrates dans l'extrait est effectué au moyen d'un colorimètre.

Préparation de l'échantillon

Prélever du sol gelé ou séché à l'air (si le sol est gelé, le laisser dégeler environ 2 heures à la température de la pièce) et le passer à travers un tamis à mailles 2 ou 4. Garder les particules plus petites pour le dosage des nitrates. Il est difficile de tamiser les échantillons d'argile ou les échantillons extrêmement mouillés; il faut parfois couper l'échantillon en morceaux plus petits à l'aide d'un couteau ou d'une spatule. Mélanger en agitant pendant 30 minutes, 1 partie de sol frais ou séché à l'air et 5 parties d'une solution d'extraction de KCl 2 M. Laisser déposer, puis filtrer. Prélever un échantillon du restant du sol (5–15 g) pour en analyser la teneur en eau. Mettre à sécher toute la nuit à 105 °C et calculer la teneur en eau.

Emploi des instruments

Les nitrates sont dosés sur un auto-analyseur en utilisant la technique de réduction du cadmium pour réduire les nitrates en nitrites. Cette lecture est suivie d'une réaction avec un colorant et de la mesure de l'absorbance à 520 nm.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne apparié à la matrice ou CRM, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

La précision interlaboratoire et intralaboratoire doit se situer à moins de $\pm 15\%$ de la moyenne des échantillons provenant de l'ensemble des laboratoires accrédités.

Méthode de référence

NO₃ MAAARO

4.2.8 Métaux totaux – Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mo, Ni et Zn

Matrice

Sol

Analyse

Une analyse de la teneur du sol en chacun des métaux énumérés ci-dessus est exigée pour les champs qui recevront des matières de source non agricole. Les fréquences d'échantillonnage et d'analyse sont indiquées à la section 1.3.1. Aucune matière de source non agricole ne saurait être épandue sur des sols renfermant des concentrations de métaux égales ou supérieures à celles qui sont indiquées dans les tableaux 1-1 et 1-2.

Principe de la méthode

On réalise l'extraction en mettant en contact une partie d'un échantillon préalablement asséché, broyé et passé au tamis (< 0,355 mm) avec une solution d'acide mixte puissante et chauffée, puis on complète avec de l'eau désionisée et on fait l'analyse au spectromètre.

Préparation de l'échantillon

1. Sécher l'échantillon à l'air, le désagréger et le passer à travers un tamis de 2,0 mm.
2. Broyer une partie aliquote de l'échantillon qui précède jusqu'à ce que tout l'échantillon passe à travers un tamis de 0,355 mm.
3. Soumettre une partie de l'échantillon (< 0,355 mm) à une digestion avec un mélange acide nitrique:acide chlorhydrique (1:3) en chauffant le tout à 125 °C pendant un minimum de 2 heures.

Emploi des instruments

Peuvent être utilisés avec des modificateurs de matrice appropriés : ICP/OES, DCP, ICP/MS, spectrophotométrie d'absorption atomique de flamme et spectrophotométrie d'absorption atomique avec four graphite.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne apparié à la matrice ou CRM, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

Analyte	Seuils de déclaration	Exactitude* (récupération)	Précision (entre les séries d'analyses)
	µg/g	Plage acceptable (%)	Écart acceptable (%)
Cadmium	1	80-120	± 20
Chrome	12	80-120	± 20
Cobalt	2,5	80-120	± 20
Cuivre	10	80-120	± 20
Plomb	10	80-120	± 20
Molybdène	2,5	s.o.	s.o.
Nickel	3,2	80-120	± 20
Zinc	25	80-120	± 20

* L'exactitude est fondée sur le matériau de référence certifié (EPA 287, par exemple).

Méthode de référence
DSL/MEO - E3073

4.2.9 Mercure

Matrice Sol

Analyse

Une analyse de la teneur du sol en mercure est exigée pour les champs qui recevront des matières de source non agricole. Les fréquences d'échantillonnage et d'analyse sont indiquées à la section 1.3.1. Aucune matière de source non agricole ne saurait être épandue sur des sols renfermant des concentrations de mercure égales ou supérieures à celles qui sont indiquées dans les tableaux 1-1 et 1-2.

Principe de la méthode

Le mercure contenu dans l'échantillon est converti en une forme inorganique par un processus de digestion acide. Le mercure inorganique contenu dans la solution aqueuse est ensuite réduit à l'aide de chlorure stanneux, puis analysé par absorption atomique sans flamme (technique de la vapeur froide) (CV AAS).

Préparation de l'échantillon

1. Sécher l'échantillon à l'air, le désagréger et le passer à travers un tamis de 2,0 mm.
2. Broyer une partie aliquote de l'échantillon qui précède jusqu'à ce que tout l'échantillon passe à travers un tamis de 0,355 mm.
3. Soumettre une partie de l'échantillon (< 0,355 mm) à une digestion avec un mélange concentré acide sulfurique:acide nitrique (4:1) en chauffant le tout à une température de 215–235 °C pendant un minimum de 12 heures.

Emploi des instruments

CV-AAS

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne apparié à la matrice ou CRM, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

Analyte	Seuils de déclaration	Exactitude* (récupération)	Précision (entre les séries d'analyses)
	µg/g	Plage acceptable (%)	Écart acceptable (%)
Mercure	0,05	80 - 120	±20

* L'exactitude est fondée sur le matériau de référence certifié (Sédiment PACS-1 ou NIST 1646 Sédiment du National Research Council, par exemple).

Méthode de référence

DSL/MEO - E3059

4.2.10 Arsenic et sélénium

Matrice Sol

Analyse

Une analyse de la teneur du sol en arsenic et en sélénium est exigée pour les champs qui recevront des matières de source non agricole. Les fréquences d'échantillonnage et d'analyse sont indiquées à la section 1.3.1. Aucune matière de source non agricole ne saurait être épandue sur des sols renfermant des concentrations d'arsenic et de sélénium égales ou supérieures à celles qui sont indiquées dans les tableaux 1-1 et 1-2.

Principe de la méthode

Une partie d'échantillon est soumise à une digestion dans un mélange d'acide oxydant de manière à convertir toutes les formes d'arsenic et de sélénium en arséniate (AsO_4)³⁻ et en séléniate (SeO_4)²⁻ respectivement. L'arséniate et le séléniate sont ensuite réduits à l'aide de borohydrure de sodium en séléniure d'arsane et d'hydrogène qu'on analyse ensuite par spectrophotométrie d'absorption atomique sans flamme.

Préparation de l'échantillon

1. Sécher l'échantillon à l'air, le désagréger et le passer à travers un tamis de 2,0 mm.
2. Broyer une partie aliquote de l'échantillon qui précède jusqu'à ce que tout l'échantillon passe à travers un tamis de 0,355 mm.
3. Soumettre une partie de l'échantillon (< 0,355 mm) à une digestion avec un mélange concentré acide nitrique:acide sulfurique:acide perchlorique (6:3:1) à 200 °C pendant 16 heures.

Emploi des instruments

Spectrophotométrie d'absorption atomique sans flamme, système hydrure (HYD-FAAS).

Peuvent être utilisées avec des modificateurs de matrice appropriés, la spectroscopie de masse avec plasma couplé par induction (ICP/MS) et la spectrophotométrie d'absorption atomique avec four graphite.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne apparié à la matrice ou CRM, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

Analyte	Seuils de déclaration	Exactitude* (récupération)	Précision (entre les séries d'analyses)
	µg/g	Plage acceptable (%)	Écart acceptable (%)
Arsenic	1,4	80 - 120	± 20
Sélénium	1	80 - 120	± 20

* L'exactitude est fondée sur le matériau de référence certifié (NIST 2709, sol San Joaquin, par exemple).

Méthode de référence

DSL/MEO - E3245

4.2.11 Bore - Extraction à l'eau chaude

Matrice Sol

Analyse

Le MAAARO peut exiger une analyse des sols avant des épandages de matières riches en bore, cette décision étant prise au cas par cas

Principe de la méthode

L'extraction est réalisée par la mise en contact d'une partie correspondant à 25 g d'un échantillon préalablement asséché et broyé (< 2 mm) avec une solution faible de chlorure de calcium, puis l'analyse est faite par spectrométrie.

Préparation de l'échantillon

1. Sécher l'échantillon à l'air, le désagréger et le passer à travers un tamis de 2,0 mm.
2. Combiner une partie correspondant à 25 g de l'échantillon séché à l'air avec 50 mL d'une solution de CaCl₂ 0,01 M. Faire bouillir 5 minutes, puis refroidir et filtrer.

Emploi des instruments

ICP (AAS ou DCP peuvent être utilisés)

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne apparié à la matrice, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

Les données sur l'exactitude et la précision sont actuellement à l'étude.

Méthode de référence

DSL/MEO - E3073

Remarque

Cette méthode peut identifier des sites contaminés, mais n'est pas suffisamment sensible pour identifier des sites éventuellement carencés aux fins des cultures agricoles. 4.3.

4.3 Analyse des matières épandues sur des biens-fonds

4.3.1 Ion hydrogène (pH)

Matrice

Matières épandues sur des biens-fonds (matières de source non agricole)

Analyse

Aucune matière de source non agricole ayant un pH inférieur à 6,0 ou un pH supérieur à 8,5 ne doit être épandue sur des cultures pendant leur croissance.

Principe de la méthode

Le pH est déterminé à l'aide d'un pH-mètre à électrode de verre ordinaire.

Préparation de l'échantillon

Solide

Préparer une boue aqueuse avec 1 g d'échantillon pour 9 mL d'eau. Mélanger ou agiter pendant une vingtaine de minutes, laisser la suspension déposer, puis déterminer le pH de la fraction liquide.

Liquide/Boue liquide

Décanter, filtrer ou centrifuger une partie d'échantillon, puis déterminer le pH de la fraction liquide.

Emploi des instruments

Une électrode de pH et un pH-mètre à compensation de température à 25 °C. Exactitude et reproductibilité à 0,2 unité de pH près, moyennant une plage de 0 à 14. Compensation de température.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Trois vérifications à l'aide de solutions tampon, échantillons répétés, et vérification interne de la matrice.

Critères de performance de la méthode

Exactitude : $\pm 0,2$ unité de pH

Précision : $\pm 0,2$ unité de pH

Méthode de référence

DSL/MEO - E3137 (solide)

DSL/MEO - E 3218 (liquide/boue liquide)

Remarques

1. Conservation des échantillons : Conserver les échantillons au réfrigérateur (4–10 °C).
2. Durée maximale de conservation des échantillons : 14 jours.

4.3.2 Conductivité électrique

Matrice

Matières épandues sur des biens-fonds (matières de source non agricole)

Analyse

Principe de la méthode

La conductivité, une mesure de la capacité d'un liquide à transmettre un courant électrique à une température précise, est définie comme étant la réciproque de la résistance électrique de l'eau, mesurée entre deux électrodes occupant 1 cm² et éloignées l'une de l'autre de 1 cm. Le test de conductivité consiste à introduire l'échantillon dans la cellule de conductivité et à enregistrer la conductivité.

Préparation de l'échantillon

Solide (pauvre en matière organique)

Préparer une boue liquide avec 10 g d'échantillon pour 20 mL d'eau.
Mélanger ou agiter pendant une trentaine de minutes, laisser la suspension déposer, puis déterminer la conductivité électrique de la matière.

Liquide/Boue liquide

Décanter, filtrer ou centrifuger une partie d'échantillon, puis déterminer la conductivité électrique de la fraction liquide.

Emploi des instruments

Conductivimètre avec compensation de température à 25 °C.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Deux étalons de conductivité, blancs et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

Exactitude : 100 ± 10 %

Précision : ± 10 %

Méthode de référence

DSL/MEO - E3218 (liquide/boue liquide); DSL/MEO - E3138 (solide).

Remarques

1. Conservation des échantillons : Conserver les échantillons au réfrigérateur (4–10 °C).
2. Durée maximale de conservation des échantillons : 14 jours.

4.3.3 Matières sèches totales

Matrice Matières épandues sur des biens-fonds

Analyse

Une détermination précise de la teneur en matières sèches des matières épandues sur des biens-fonds est nécessaire pour calculer les taux d'application des matières à l'état humide.

Principe de la méthode

Une partie d'échantillon est pesée dans l'état où il est reçu, puis cette partie est mise à sécher pendant 16 heures à $105\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$, refroidie et pesée à nouveau. Le pourcentage de matières sèches totales est déterminé.

Préparation de l'échantillon

Désagréger l'échantillon et le passer à travers un tamis de 2,0 mm. Prélever des sous-échantillons (10–25 g) de ce mélange et les sécher au four à $105\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ pendant 16 heures jusqu'à l'obtention d'un poids constant. Refroidir l'échantillon et le peser à nouveau pour déterminer la teneur en matières sèches totales en pourcentage du poids de l'échantillon frais.

Emploi des instruments

Balance précise à $\pm 0,01$ g près.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

Exactitude : $100 \pm 10\%$

Précision : $\pm 10\%$

Méthode de référence

DSL/MEO-3139

4.3.4 Matières sèches volatiles totales (matière organique)

Matrice Matières solides ou liquides épanchées sur des biens-fonds

Analyse

Principe de la méthode

Une partie d'un échantillon broyé est mise à sécher pendant 16 heures à $105\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$, puis mise dans un four à moufle à $475\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ pendant 4 heures. On détermine ensuite la perte de poids et le pourcentage de cendres.

Préparation de l'échantillon

1. Désagréger l'échantillon et le passer à travers un tamis de 2,0 mm. Prélever et broyer un sous-échantillon et le passer à travers un tamis de 0,355 mm.
2. Chauffer le sous-échantillon dans un four à moufle à $475\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ pendant 4 heures.
3. Déterminer la perte de poids et le pourcentage de cendres.

Emploi des instruments

Four à moufle

Balance précise à $\pm 0,01\text{ g}$ près.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

Exactitude : $100 \pm 10\%$

Précision : $\pm 10\%$

Méthode de référence

DSL/MEO-3139

4.3.5 Azote Kjeldahl total

Matrice Matières épandues sur des biens-fonds

Analyse

Le dosage de l'azote total dans les matières épandues sur des biens-fonds vise à fournir une base de calcul de la fraction d'azote organique contenue dans la matière (azote total diminué de l'azote ammoniacal). La fréquence d'échantillonnage exigée est précisée aux sections 1.3.2 et 1.3.3.

Principe de la méthode

L'ammonification (transformation en azote ammoniacal) de l'azote aminé contenu dans les matières organiques se fait par digestion en présence d'un acide puissant, de sel et d'un catalyseur. L'azote ammoniacal, qui comprend l'ammoniac dissous et les ions ammonium contenus dans l'échantillon avant la digestion, est dosé par colorimétrie, au moyen d'une électrode sensible à l'ammoniac ou par titrage.

Préparation de l'échantillon

Soumettre les échantillons à un test au fur et à mesure de leur réception. Déterminer séparément la teneur en matières sèches des matières.

Mélanger l'échantillon avec du H₂SO₄, du K₂SO₄ et du sulfate de cuivre (catalyseur), et chauffer le mélange à 400 °C de manière à convertir l'azote lié à la matière organique en NH₄.

Emploi des instruments

Auto-analyseur, colorimètre

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne apparié à la matrice ou CRM, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

La précision interlaboratoire et intralaboratoire doit se situer à moins de ± 10 % de la moyenne des échantillons provenant de l'ensemble des laboratoires accrédités.

Méthode de référence

AOAC 978.02

Remarques

1. Conservation des échantillons : Conserver les échantillons au réfrigérateur (4–10 °C). Pour un entreposage prolongé des échantillons (plus de 10 jours), les congeler.
2. La méthode ne tient pas entièrement compte des formes oxydées de l'azote comme les nitrates, les nitrites ou l'azote dans les composés de l'anneau hétérocyclique. Le dosage de l'azote par combustion (méthode Dumas) peut donner de meilleurs résultats si les matières renferment de fortes concentrations de ces formes d'azote.

4.3.6 Azote ammoniacal (ammoniac dissous et ions ammonium)

Matrice Matières épandues sur des biens-fonds

Analyse

Le dosage de l'azote ammoniacal (azote sous forme à la fois d'ammoniac dissous et d'ions ammonium) dans les matières épandues sur des biens-fonds vise à fournir une estimation de l'azote biodisponible de même qu'une base de calcul de la fraction d'azote organique dans la matière (azote total diminué de l'azote ammoniacal). La fréquence d'échantillonnage exigée est précisée aux sections 1.3.2 et 1.3.3.

Principe de la méthode

L'azote ammoniacal est extrait de l'échantillon à l'aide d'une solution de KCl, puis la teneur en ions ammonium de l'extrait est déterminée par colorimétrie, par une réaction de Berthelot modifiée.

Préparation de l'échantillon

Soumettre les échantillons à un test au fur et à mesure de leur réception. Déterminer séparément la teneur en matières sèches des matières.
Mélanger l'échantillon avec une solution de KCl 2 M, agiter, puis centrifuger ou filtrer.

Emploi des instruments

Auto-analyseur, colorimètre

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne apparié à la matrice ou CRM, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

La précision interlaboratoire et intralaboratoire doit se situer à moins de $\pm 10\%$ de la moyenne des échantillons provenant de l'ensemble des laboratoires accrédités.

Méthode de référence

USEPA 352.2

Remarques

Il est également possible d'utiliser une électrode sensible à l'ammoniac, ce qui réduit l'interférence provoquée par la décoloration de l'extrait.

4.3.7 Azote des nitrates et azote des nitrites

Matrice Matières épandues sur des biens-fonds

Analyse

Le dosage de l'azote des nitrates et de l'azote des nitrites permet de connaître la teneur en azote immédiatement assimilable par les végétaux. Certaines matières de source non agricole peuvent renfermer des quantités significatives d'azote des nitrates et d'azote de nitrites.

Principe de la méthode

On analyse les échantillons en utilisant une méthode colorimétrique automatique qui donne lieu à une conversion des nitrates en nitrites, puis on analyse la concentration des nitrites dans l'échantillon.

Les nitrates sont réduits en nitrites par chauffage d'une partie aliquote d'un échantillon avec de l'hydrazine dans un milieu alcalin; cette réaction est catalysée par l'ajout d'ions cupriques. Par la suite, un colorant azoïque est formé dans le milieu acide par diazotation du sulfanilamide avec les nitrites et la mise en présence du produit avec le N-(naphtyl-1)-éthylènediamine dihydrochlorure. Le pouvoir absorbant du colorant azoïque rouge clair est mesuré à 520 nm. La concentration d'azote des nitrates et d'azote des nitrites est déterminée par comparaison avec des séries d'étalons mélangés traités de la même façon.

Préparation de l'échantillon

Liquide/Boue liquide

Un surnageant de l'échantillon déposé est utilisé pour cette analyse. Si les échantillons sont congelés, les dégeler à la température de la pièce avant l'analyse. Filtrer les échantillons très turbides afin d'éviter l'encrassage des raccords de l'analyseur. Centrifuger les échantillons de boues d'épuration avant l'analyse.

Solide

En cours d'élaboration.

Emploi des instruments

Colorimètre.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

Exactitude : $100 \pm 10 \%$

Précision : 10 %

Méthode de référence

DSL/MEO - E3366

Notes

1. Conserver les échantillons au réfrigérateur (4–10 °C).
2. Durée maximale de conservation : 7 jours.

4.3.8 Azote organique

Matrice Matières épandues sur des biens-fonds

Analyse

Le dosage de la fraction d'azote organique contenu dans la matière se fait en retranchant la concentration d'azote ammoniacal de la concentration d'azote total dans l'échantillon. La fréquence d'échantillonnage exigée est précisée aux sections 1.3.2 et 1.3.3.

Principe de la méthode

La concentration d'azote ammoniacal (azote sous forme à la fois d'ammoniac dissous et d'ions ammonium), déterminée à partir d'un extrait de l'échantillon de fumier dans la solution de KCl, est retranchée de la concentration d'azote Kjeldahl total dans l'échantillon. La différence représente l'azote organique.

Préparation de l'échantillon

Réaliser l'extraction suivant les consignes fournies pour l'azote ammoniacal et l'azote total.

Emploi des instruments

Suivre les consignes fournies pour l'azote ammoniacal et l'azote total.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Suivre les consignes fournies pour l'azote ammoniacal et l'azote total.

Critères de performance de la méthode

Suivre les consignes fournies pour l'azote ammoniacal et l'azote total.

Référence de la méthode

Sans objet.

Remarques

Si le dosage de l'azote total se fait par combustion (méthode Dumas) plutôt que par digestion humide, il faut aussi doser l'azote des nitrates et retrancher ensuite les teneurs en azote des nitrates et en azote ammoniacal de la concentration d'azote total pour déterminer la concentration d'azote organique.

4.3.9 Métaux – Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mo, Ni et Zn

Matrice Matières épandues sur des biens-fonds (matières de source non agricole)

Analyse

Cette analyse est exigée uniquement pour les matières de source non agricole. Les fréquences d'échantillonnage et d'analyse exigées sont précisées dans le tableau 1-3. Il est interdit d'épandre sur des sols des matières de source non agricole renfermant des concentrations de l'un ou l'autre des métaux égales ou supérieures aux concentrations indiquées pour ce métal dans les tableaux 1-1 et 1-2.

Principe de la méthode

On réalise l'extraction en mettant en contact une partie d'échantillon avec une solution d'acide mixte puissante et chauffée, puis on complète avec de l'eau désionisée et on fait l'analyse au spectromètre.

Préparation de l'échantillon

Solide (c.-à-d. boue déshydratée, gâteau de boue – Méthode E3071)

Soumettre une partie de l'échantillon préalablement séché à l'air, broyé et tamisé à une digestion avec un mélange concentré acide nitrique:acide chlorhydrique (1:3) en chauffant le tout à 50 °C pendant 1 heure, puis à 95 °C pendant 3 autres heures. Compléter avec de l'eau désionisée pure, décantier ou filtrer, puis analyser.

Liquide/boue liquide (c.-à-d. boue liquide ayant une teneur en matières sèches probable de 1 à 10 % - Méthode E3071)

Peser une partie aliquote d'un échantillon homogène. Soumettre à une digestion avec un mélange concentré acide nitrique:acide chlorhydrique (1:3) en chauffant le tout à 50 °C pendant 1 heure, puis à 95 °C pendant 3 autres heures. Compléter avec de l'eau désionisée pure, décantier ou filtrer, puis analyser. Déclarer les résultats en poids à sec.

Liquide clair (c.-à-d. liquide surnageant renfermant moins de 1 % de matières sèches, méthode E3094)

Soumettre à la digestion une partie aliquote d'un échantillon avec un mélange concentré acide nitrique:acide chlorhydrique (1:3) en chauffant le tout à 50 °C pendant 1 heure, puis à 95 °C pendant 3 autres heures. Compléter avec de l'eau désionisée pure, décantier ou filtrer, puis analyser.

Emploi des instruments

Peuvent être utilisés avec des modificateurs de matrice appropriés : ICP/AES, DCP, ICP/MS, spectrophotométrie d'absorption atomique de flamme et spectrophotométrie d'absorption atomique avec four graphite.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne apparié à la matrice ou CRM, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

Analyte	Seuils de déclaration	Exactitude* (récupération)	Précision (entre les séries d'analyses)
	µg/g	Plage acceptable (%)	Écart acceptable (%)
Cadmium	2,0	80 - 120	± 20
Chrome	106	80 - 120	± 20
Cobalt	15	s.o.	s.o.
Cuivre	76	80 - 120	± 20
Plomb	50	80 - 120	± 20
Molybdène	2,5	s.o.	s.o.
Nickel	18	80 - 120	± 20
Zinc	185	80 - 120	± 20

* L'exactitude est fondée sur le matériau de référence certifié (WWS-26 de Environmental Resource Associate ou échantillon de contrôle de la qualité de l'EPA, boue municipale digérée {SPL no 2900}, par exemple).

Méthode de référence

DSL/MEO - E3071 dans le cas des liquides/boues liquides et des solides; DSL/MEO - 3094 dans le cas des liquides clairs.

Remarques

1. Conservation des échantillons :

Échantillons de liquides clairs : Conserver avec de l'acide nitrique à un pH inférieur à 2.

Échantillons de solides, de boues liquides ou de liquides : Conserver au réfrigérateur (4–10 °C).

2. Durée maximale de conservation des échantillons : 60 jours.

4.3.10 Mercure

Matrice Matières épandues sur des biens-fonds (matières de source non agricole)

Analyse

Cette analyse est exigée uniquement pour les matières de source non agricole. Les fréquences d'échantillonnage et d'analyse exigées sont précisées dans le tableau 1-3. Il est interdit d'épandre sur des sols des matières de source non agricole renfermant des concentrations de mercure égales ou supérieures aux concentrations indiquées dans les tableaux 1-1 et 1-2.

Principe de la méthode

Le mercure contenu dans l'échantillon est converti en une forme inorganique par un processus de digestion acide. Le mercure inorganique contenu dans la solution aqueuse est ensuite réduit à l'aide de chlorure stanneux, puis analysé par spectrophotométrie d'absorption atomique à vapeur froide.

Préparation de l'échantillon

Solide (c.-à-d. boue déshydratée, gâteau de boue – Méthode E3058)

Soumettre une partie d'échantillon préalablement séché à l'air, broyé et tamisé à une digestion avec Aqua Regia 50 % v/v (acide chlorhydrique:acide nitrique – v/v 3:1) en présence de permanganate de potassium en chauffant le tout à 90–110 °C pendant 1 heure 15 minutes. Traiter le permanganate excédentaire au sulfate d'hydroxylamine. Réduire le mercure inorganique à l'aide de chlorure stanneux avant l'analyse. Compléter avec de l'eau désionisée pure, décantier ou filtrer, puis analyser. Déclarer les résultats en poids à sec.

Liquide/Boue liquide (c.-à-d. boue liquide ayant une teneur en matières sèches probable de 1 à 10 % - Méthode E3058)

Soumettre une partie aliquote pesée d'un échantillon homogénéisé (bien mélangé) à une digestion avec Aqua Regia 50 % v/v (acide chlorhydrique:acide nitrique – v/v 3:1) en présence de permanganate de potassium en chauffant le tout à 90–110 °C pendant 1 heure 15 minutes. Traiter le permanganate excédentaire au sulfate d'hydroxylamine. Réduire le mercure inorganique à l'aide de chlorure stanneux avant l'analyse. Compléter avec de l'eau désionisée pure, décantier ou filtrer, puis analyser. Déclarer les résultats en poids à sec.

Liquide clair (c.-à-d. liquide surnageant renfermant moins de 1 % de matières sèches, méthode E3301)

Soumettre à la digestion une partie aliquote d'un échantillon homogénéisé (bien mélangé) avec un mélange concentré acide sulfurique:acide nitrique (1,2:0,5) en présence de persulfate de potassium et de bichromate de potassium pendant 2 heures à 87 °C ± 3 °C. Compléter avec de l'eau désionisée pure, décantier ou filtrer, puis analyser.

Emploi des instruments

Spectrophotométrie d'absorption atomique sans flamme à vapeur froide (CV-FAAS)

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne apparié à la matrice ou CRM, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

Analyte	Seuils de déclaration	Exactitude* (récupération)	Précision (entre les séries d'analyses)
	µg/g	Plage acceptable (%)	Écart acceptable (%)
Mercure	0,5	80 - 120	±20

* L'exactitude est fondée sur le matériau de référence certifié (CRM 145R {boue d'épuration d'origine mixte} ou BE - 1 {boue d'épuration}, par exemple).

Méthode de référence DSL/MEO - E3301 (liquide clair), DSL/MEO E3058 (boue liquide et solide).

Remarques

Conservation des échantillons :

1. Échantillon de liquide clair : Conserver un échantillon de 250 mL avec 0,5–1,0 mL d'acide nitrique concentré et 5–10 gouttes d'une solution de dichromate de potassium 5 %. Ce mode de conservation devrait abaisser le pH sous les 2,0 et devrait donner à l'échantillon une coloration jaune permanente.

Échantillons de liquide, de boue liquide ou de solide : Conserver les échantillons au réfrigérateur (4–10 °C).

2. Durée maximale de conservation des échantillons : 15 jours.

4.3.11 Arsenic et sélénium

Matrice Matières épandues sur des biens-fonds (matières de source non agricole)

Analyse

Cette analyse est exigée uniquement pour les matières de source non agricole. Les fréquences d'échantillonnage et d'analyse exigées sont précisées dans le tableau 1-3. Il est interdit d'épandre sur des sols des matières de source non agricole renfermant des concentrations d'arsenic ou de sélénium égales ou supérieures aux concentrations indiquées pour chacun de ces éléments dans les tableaux 1-1 et 1-2.

Principe de la méthode

Une partie d'un échantillon est soumise à une digestion dans un mélange d'acide oxydant de manière à convertir toutes les formes d'arsenic et de sélénium en arséniate (AsO_4)³⁻ et en séléniate (SeO_4)²⁻ respectivement. L'arséniate et le séléniate sont ensuite réduits à l'aide de borohydrure de sodium en séléniure d'arsane et d'hydrogène qu'on analyse ensuite par spectrophotométrie d'absorption atomique sans flamme.

Préparation de l'échantillon

Solide – (c.-à-d. boue déshydratée, gâteau de boue – Méthode E3091)

Soumettre une partie d'un échantillon préalablement séché à l'air, broyé et tamisé à une digestion avec un mélange concentré acide nitrique:acide sulfurique:acide perchlorique (6:3:1) en chauffant le tout à 200 °C pendant au moins 16 heures. Compléter avec de l'eau désionisée pure, décanté ou filtrer, puis analyser.

Liquide/boue liquide (c.-à-d. boue liquide ayant une teneur en matières sèches probable de 1 à 10 % - Méthode E3091)

Soumettre une partie aliquote pesée de l'échantillon à une digestion avec un mélange concentré acide nitrique:acide sulfurique:acide perchlorique (6:3:1) en chauffant le tout à 200 °C pendant au moins 16 heures. Compléter avec de l'eau désionisée pure, décanté ou filtrer, puis analyser. Déclarer les résultats en poids à sec.

Liquide clair (c.-à-d. liquide surnageant renfermant moins de 1 % de matières sèches, méthode E3302)

Soumettre à la digestion une partie aliquote du liquide avec un mélange acide nitrique:acide sulfurique:acide perchlorique (6:3:1) en chauffant le tout à 140 °C pendant environ 16 heures. Compléter avec de l'eau désionisée pure, décanté ou filtrer, puis analyser

Emploi des instruments

Spectrophotométrie d'absorption atomique sans flamme, système hydruure (HYD-FAAS)

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne apparié à la matrice ou CRM, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

Analyte	Seuils de déclaration	Exactitude* (récupération)	Précision (entre les séries d'analyses)
	µg/g	Plage acceptable (%)	Écart acceptable (%)
Arsenic	7,5	80 - 120	± 20
Sélénium	1,4	80 - 120	± 20

* L'exactitude est fondée sur le matériau de référence certifié (CRM 145R {boue d'épuration d'origine mixte} ou BE - 1 {boue d'épuration}, par exemple).

Méthode de référence

DSL/MEO - E3302 (liquide clair), DSL/MEO E3091 (liquide, boue liquide et solide)

Notes

- 1) Conservation des échantillons :
 Échantillons de liquide clair : Conserver avec de l'acide nitrique.
 Échantillons de boue liquide ou de solide : Conserver les échantillons au réfrigérateur (4–10 °C).
- 2) Durée maximale de conservation des échantillons : 30 jours.

4.3.12 Phosphore, potassium, sodium et bore totaux

Matrice Matières épandues sur des biens-fonds

Analyse

Le dosage du phosphore total et du potassium total dans les matières épandues sur des biens-fonds vise à évaluer la quantité d'éléments nutritifs biodisponibles épandus sur des biens-fonds. La fréquence d'échantillonnage exigée est précisée aux sections 1.3.2 et 1.3.3. Il peut arriver que les concentrations de sodium et de bore soient exigées pour les matières soupçonnées de renfermer de fortes concentrations de ces éléments, cette décision étant prise au cas par cas.

Principe de la méthode

On réalise l'extraction en mettant en contact une partie d'échantillon avec une solution d'acide mixte puissante et chauffée, puis on complète avec de l'eau désionisée et on fait l'analyse au spectromètre.

Préparation de l'échantillon

Solide

Soumettre une partie d'un échantillon préalablement séché et homogénéisé à une digestion avec un mélange concentré acide nitrique:acide chlorhydrique (1:3) en chauffant le tout à 50 °C pendant 1 heure, puis à 95 °C pendant 3 autres heures. Compléter avec de l'eau désionisée pure, décantier ou filtrer, puis analyser.

Liquide/boue liquide

Peser une partie aliquote d'un échantillon homogénéisé (bien mélangé), puis soumettre cette partie d'échantillon à une digestion avec un mélange concentré acide nitrique:acide chlorhydrique (1:3) en chauffant le tout à 50 °C pendant 1 heure, puis à 95 °C pendant 3 autres heures. Compléter avec de l'eau désionisée pure, décantier ou filtrer, puis analyser.

Emploi des instruments

ICP/AES

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Blanc de la méthode, témoin interne apparié à la matrice ou CRM, vérification de l'étalonnage et échantillons répétés.

Critères de performance de la méthode

La précision interlaboratoire et intralaboratoire doit se situer à moins de $\pm 10\%$ de la moyenne des échantillons provenant de l'ensemble des laboratoires accrédités.

Méthode de référence

En cours d'élaboration.

4.3.13 *E. coli* (uniquement pour les matières sèches biologiques provenant d'égouts)

Matrice Matières sèches biologiques provenant d'égouts

Analyse

L'échantillonnage et l'analyse des boues d'épuration municipales sont exigées à une fréquence à tout le moins égale à celle qui est indiquée dans le tableau 1-2. Il est interdit d'épandre ces matières sur des sols si elles renferment des concentrations de *E. coli* supérieures à 2×10^6 unités formatrices de colonies/g de matières sèches totales (poids à sec).

Principe de la méthode

Un volume d'eau de dilution tamponnée est ajouté à une quantité pesée de matières sèches biologiques et traité au Stomacher^{md} ou à l'aide d'un produit équivalent. Des dilutions en séries sont ensuite préparées à l'aide du surnageant. Les dilutions en séries font ensuite l'objet d'une numération sur plaques sur une gélose avec BCIG (méthode mFC) (ou une autre gélose sélective), puis sont incubées.

Préparation de l'échantillon

Ajouter une quantité d'eau de dilution tamponnée à un poids connu de matières sèches biologiques. Traiter au Stomacher^{md} pendant 2 minutes. Décanter le liquide surnageant.

Emploi des instruments

Techniques microbiologiques traditionnelles : gélose sélective, produits biochimiques pour tests de confirmation.

Échantillons de CQ du laboratoire par série d'analyses

Témoins positifs et négatifs passés avec chaque jeu d'échantillons plus échantillons enrichis pour la récupération.

Critères de performance de la méthode

En cours d'élaboration.

Méthode de référence

DSL/MEO - E3433

Notes

1. Conservation des échantillons : bain de glace ou températures voisines de 0 °C.
2. L'analyse doit être faite dans les 48 heures.

5.0 ACRONYMES

AAS	Spectrophotométrie d'absorption atomique
CRM	Matériau de référence certifié
CV-AAS	Spectrophotométrie d'absorption atomique à vapeur froide
DCP	Plasma à courant continu
DSL/MEO l'Ontario	Direction des services de laboratoire, Ministère de l'Environnement de l'Ontario
ÉTR	Écart-type relatif
GPS	Système mondial de localisation
HYD-FAAS	Spectrophotométrie d'absorption atomique sans flamme, système hydrure
ICP	Spectroscopie avec plasma couplé par induction
ICP/AES	Spectroscopie d'émission atomique avec plasma couplé par induction
ICP/MS	Spectroscopie de masse avec plasma couplé par induction
ICP/OES	Spectroscopie d'émission optique avec plasma couplé par induction
LDM	Limite de détection de la méthode
NIST US)	National Institute of Standards and Technology (Gaitersburg, Maryland, US)
SD	Seuil de déclaration

6.0 GLOSSAIRE

Ajout d'étalons :	Ajout de quantités connues de l'analyte présentant de l'intérêt à une ou plusieurs fractions d'un même échantillon dans le but de déterminer la présence de différents constituants de la matrice et l'éventuelle interférence de ces constituants sur la méthode analytique.
Analyses répétées :	Analyses effectuées au même moment sur des échantillons élémentaires qui peuvent être subdivisés à l'intérieur du laboratoire. Des échantillons répétés sont prélevés pendant tout le processus de la méthode pour évaluer la précision de la méthode à l'intérieur des séries d'analyses ou l'homogénéité de la matrice d'échantillons.
Azote ammoniacal :	Forme de l'azote comprenant l'ammoniac dissous et les ions ammonium.
Azote des nitrates :	Comprend l'azote des nitrates et l'azote des nitrites.
Blanc, blanc de la méthode :	Eau pure ou autre type de blanc (c.-à-d. acide ou solvant) utilisé pour les essais à blanc de la méthode ou la vérification de l'absence de contamination des réactifs ou de la verrerie de laboratoire.
Contaminant :	Tout solide, liquide, gaz, odeur, chaleur, son, vibration, radiation ou toute combinaison de ces éléments résultant directement ou indirectement de l'activité humaine et pouvant avoir des répercussions négatives.
CRM :	Matériau de référence certifié; échantillon de la matrice renfermant des analytes à des concentrations qui ont été certifiées par de nombreuses analyses de laboratoire.
Eau ou solvant enrichi :	Eau ou solvant auquel ont été ajoutés un ou plusieurs analytes présentant de l'intérêt de manière à vérifier le taux de récupération à la suite de changements dans la méthode ou dans des parties de la méthode.
Échantillon composite :	Échantillon constitué d'un certain nombre d'échantillons ponctuels soigneusement mélangés les uns avec les autres.
Échantillon en duplicata :	L'un de deux échantillons prélevés à un même point d'échantillonnage et au même moment de manière à minimiser les différences entre les échantillons.

Échantillon enrichi :	Échantillon provenant d'une matrice d'échantillon à laquelle ont été ajoutés un ou plusieurs analytes présentant de l'intérêt de manière à vérifier le taux de récupération de la méthode ou de parties de la méthode.
Échantillon ponctuel :	Échantillon unique prélevé directement de la matière échantillonnée, sous-échantillon ou partie d'un échantillon composite.
Échantillon répété :	Une deuxième partie aliquote ou une partie aliquote supplémentaire d'un échantillon prélevé au hasard à l'intérieur d'une même série d'analyses.
Échantillon représentatif :	Échantillon de matière prélevé de manière à ce que sa composition et ses caractéristiques soient essentiellement les mêmes que celles de la matière d'origine.
Élément nutritif :	Composé ou élément qui est absorbé et utilisé par les végétaux pour leur croissance et leur reproduction.
Étalon analytique :	Série d'étalons chimiques des analytes cibles utilisés pour établir un rapport entre la réponse instrumentale et la concentration.
Étalon interne :	Composé, qui est représentatif du ou des composés présentant de l'intérêt et que l'on ne s'attend pas de trouver dans la matrice, ajouté dans tout extrait d'échantillon et de solution analysé. Surveille les pertes ou gains attribuables à la méthode analytique. Les données peuvent être corrigées ou non selon le taux de récupération calculé.
Géo-référence :	Jeu particulier de coordonnées à l'intérieur d'un système numérique de coordonnées de quadrillage (p. ex. latitude-longitude ou projection de Mercator transverse) utilisé pour identifier avec précision un lieu géographique.
Matériau servant à la vérification de la matrice :	Les matériaux servant à la vérification de la matrice sont habituellement des matériaux naturels soumis aux processus de la méthode afin de surveiller le taux de récupération de la méthode. Ce sont souvent des mélanges composites d'échantillons internes dont les valeurs et caractéristiques sont établies.
Matrice :	Tout type de matière (sol, fumier, boue d'épuration, par exemple).
NMAN :	Logiciel ou cahier (méthode manuelle) mis au point par le MAAARO pour la préparation des PGEN.

Plan de gestion des éléments nutritifs :	Plan faisant en sorte que l'épandage sur des biens-fonds de matières renfermant des éléments nutritifs réponde aux besoins agronomiques des cultures tout en minimisant les répercussions sur l'environnement.
Série d'analyses :	Groupe d'échantillons soumis ensemble à chacune des étapes d'une méthode analytique.
Système de gestion de la qualité :	Ensemble d'éléments interreliés (p. ex. politiques et objectifs) qui imposent et contrôlent les mesures visant la qualité mises en place par un établissement.
Système mondial de localisation :	Méthode de détermination d'une géo-référence à l'aide d'un récepteur GPS.
Unité nutritive :	Quantité d'éléments nutritifs qui donne à l'engrais une valeur de remplacement correspondant au moindre de 43 kilogrammes d'azote ou de 55 kilogrammes de phosphate en tant qu'éléments nutritifs.