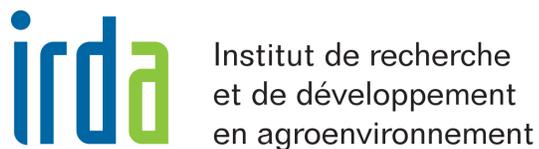


**ÉLABORATION  
D'UN PROTOCOLE SIMPLIFIÉ DE CARACTÉRISATION  
DES FIENTES ET DES FUMIERS DE POULETTES ET DE POULES PONDEUSES**

Rapport final

*Version finale*

À l'attention des membres du  
Comité technique - Œufs de consommation  
Centre de références en agriculture et agroalimentaire du Québec  
(CRAAQ)



Marc-Olivier Gasser  
Sandrine Seydoux  
Michèle Grenier

21 août 2008

CHERCHEURS IMPLIQUÉS :

Marc-Olivier Gasser, agr., Ph.D  
Chercheur, IRDA

Sandrine Seydoux, M.Sc.  
Professionnelle de recherche, IRDA

RESPONSABLE DE L'INSTITUTION DE RECHERCHE :

Marc R. Laverdière, agr., Ph.D  
Directeur scientifique, IRDA



L'Institut de recherche et de développement en agroenvironnement (IRDA) est une corporation de recherche à but non lucratif, constituée en mars 1998 par quatre membres fondateurs soit le ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation (MAPAQ), l'Union des producteurs agricoles (UPA), le ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs (MDDEP) et le ministère du Développement économique, de l'Innovation et de l'Exportation (MDEIE).

Notre mission

L'IRDA a pour mission de réaliser des activités d'acquisition de connaissances, de recherche, de développement et de transfert visant à favoriser le développement durable de l'agriculture.

Pour en savoir plus :  
[www.irda.qc.ca](http://www.irda.qc.ca)

Le rapport peut être cité comme suit :

Gasser, M.-O. S. Seydoux, M. Grenier. 2008. Élaboration d'un protocole simplifié de caractérisation des fientes et des fumiers de poulettes et de poules pondeuses. Rapport final Comité technique - Œufs de consommation. CRAAQ, FPOCQ, MAPAQ, MDDEP. 20 p. + annexes.

ISBN – 13 : 978-2--22851-78-6

Dépôt légal – Bibliothèque nationale du Québec, 2009  
Dépôt légal – Bibliothèque nationale du Canada, 2009

© Institut de recherche et de développement en agroenvironnement (IRDA)

## Remerciements

Cette étude a été financée par le Ministère du développement durable, de l'environnement et des parcs, le Ministère de l'agriculture, de l'alimentation et des pêches du Québec et la Fédération des producteurs d'œufs de consommation du Québec.

Cette étude a aussi été possible grâce à la participation de nombreuses personnes. Mercis tout d'abord aux producteurs pour l'accès à leurs installations d'élevage et d'entreposage, ainsi qu'aux données d'élevage fournies. Mercis également aux échantillonneurs sur le terrain et au personnel du laboratoire d'analyse de l'IRDA. Mercis à Richard Beaulieu et Émilie Gagnon (MDDEP), Denis Frenette, Pierre-Paul Ricard, Isabelle Demers, Patrice Biron, Myriam Robillard, Nathalie Gaulin (FPOCQ), Serge Poulin (Aliments Breton), Serge Proulx (CRAAQ), Pascale Cantin et Robert Robitaille (MAPAQ), qui ont participé au comité technique « Œufs de consommation » et qui ont accompagné par leur réflexion et leurs commentaires la réalisation de ce projet.



## Table des matières

<b>1</b>	<b>INTRODUCTION</b>	<b>1</b>
1.1	Postulats .....	1
1.2	Hypothèses de travail.....	2
1.3	Objectifs spécifiques .....	2
<b>2</b>	<b>MATÉRIEL ET MÉTHODES</b>	<b>3</b>
2.1	Sélection des unités expérimentales.....	3
2.2	Échantillonnage des effluents.....	3
2.3	Traitement des échantillons .....	4
2.4	Paramètres analysés au laboratoire.....	5
2.5	Mesure de la masse volumique apparente .....	5
2.6	Traitement statistique des données.....	5
<b>3</b>	<b>RÉSULTATS</b>	<b>7</b>
3.1	Description sommaire des UE échantillonnées.....	7
3.2	Représentativité des UE retenues .....	7
3.3	Variabilité et évolution des teneurs des 30 échantillons simples .....	9
3.4	Nombre minimal de prélèvements pour constituer un échantillon représentatif .....	12
3.5	Représentativité des échantillons composites.....	14
3.6	Variabilité de la MVA et nombre minimal de pesées à effectuer.....	15
<b>4</b>	<b>CONCLUSION</b>	<b>17</b>
<b>5</b>	<b>RÉFÉRENCES</b>	<b>20</b>
<b>6</b>	<b>ANNEXES</b>	<b>21</b>
	Annexe 1 - Estimation du nombre d'échantillons requis à partir de la variabilité intra-UE.....	21
	Annexe 2 - UE du <i>projet de caractérisation</i> dont la variation de la teneur en matière sèche entre échantillons composites varie le plus (CV > 10%) .....	23
	Annexe 3 - Protocole de mesures pour la masse volumique apparente (MVA) des effluents d'élevage solides.....	24
	Annexe 4 - Résultats de l'évaluation du nombre d'échantillons à prélever selon la méthode <i>bootstrap</i> ...	25
	Annexe 5 - Valeurs brutes des échantillons composites E <sub>5</sub> .....	26
	Annexe 6 - Valeurs moyennes des 5 échantillons simples E <sub>1</sub> .....	27

## Liste des tableaux, figures et photos

Tableau 1 - Description sommaire des UE échantillonnées .....	7
Tableau 2 - Moyenne arithmétique et CV (entre parenthèse) des teneurs des 30 échantillons simples E <sub>1</sub> .....	8
Tableau 3 - Moyenne arithmétique et CV (entre parenthèse) des teneurs des 6 échantillons composites E <sub>5</sub> .....	8
Tableau 4 - Matière sèche et composition chimique des échantillons composites E <sub>30</sub> .....	8
Tableau 5 - Estimation du nombre d'échantillons à prélever pour former un seul échantillon composite selon différents niveaux d'erreurs relatives (%) et de probabilité (t de Student, $\alpha/2$ ) .....	13
Tableau 6 - Comparaison de trois stratégies d'échantillonnage à partir de la teneur moyenne des 6 UE14	
Tableau 7 - Comparaison des teneurs des 6 échantillons E <sub>5</sub> aux 6 teneurs moyennes des échantillons simples E <sub>1</sub> prélevés dans les mêmes volumes à l'intérieure de chaque UE .....	15
Tableau 8 - Principaux paramètres ayant servi à l'estimation de la moyenne et du CV de la masse volumique apparente (MVA) des effluents à l'étude. ....	16
Figure 1 – Procédure d'échantillonnage .....	4
Figure 2 – Évolution, durant la période d'échantillonnage, des teneurs en matière sèche des différents effluents de poulettes et de poules pondeuses. ....	10
Figure 3 – Évolution, durant la période d'échantillonnage, des teneurs en cendres des différents effluents de poulettes et de poules pondeuses. ....	11
Figure 4 - Relation inverse entre la teneur en matière sèche (MS) et la masse volumique apparente des effluents de poulettes et de poules pondeuses. Seules les UE présentant la plus petite variation sur leur MVA (UE 51, 52, 53 et 55) ont été retenues pour la régression. ....	17
Photo 1 – Hétérogénéité dans les dalots des fientes humides des poulettes en cage de l'UE 50 (a) et évolution de la composition des échantillons au cours de la vidange de ces fientes (b).....	11

## 1 INTRODUCTION

L'objectif d'un protocole de caractérisation simplifié (**PCS**) est de permettre aux producteurs et à leurs conseillers d'établir d'une façon simple et suffisamment précise la valeur fertilisante de l'engrais de ferme produit. Les données de caractérisation sont nécessaires pour l'élaboration du plan agroenvironnemental de fertilisation (PAEF) et du bilan de phosphore ainsi que, d'une manière générale, pour la valorisation optimale des effluents d'élevage.

Caractériser un engrais de ferme consiste à établir sa composition physicochimique moyenne et déterminer les quantités produites pendant une période donnée. Puisque les résultats d'analyse de laboratoire (teneurs en MS, N, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, K<sub>2</sub>O etc.) sont exprimés sur une base massique (en g/kg) et que la majorité des producteurs mesurent les quantités d'effluents à épandre sur une base volumique (nombre de « voyages » x capacité en m<sup>3</sup> du camion ou de l'épandeur), il faut aussi établir de façon satisfaisante la masse volumique apparente (en Mg/m<sup>3</sup>) de l'engrais de ferme.

De 2003 à 2005, les effluents d'élevages de poulettes et de poules pondeuses de 40 sites d'élevages québécois ont été caractérisés à plus d'une reprise (Seydoux et coll, 2006). Dans ce projet de caractérisation (ci-après nommé *projet de caractérisation*), l'échantillonnage était stratifié, à l'instar de celui mis au point quelques années auparavant pour la caractérisation du lisier de porc. Selon le protocole d'échantillonnage, chaque unité expérimentale (**UE**)<sup>1</sup> était caractérisée grâce à l'analyse de 6 échantillons composites formés respectivement de 5 prélèvements, les 30 prélèvements étant répartis sur toute la période de reprise des effluents. Dans le cas des fientes et des fumiers de poulettes et de poules pondeuses, les résultats du *projet de caractérisation*, ainsi que des analyses statistiques préliminaires effectuées par la suite ont démontré qu'il était possible d'établir la composition moyenne de ces effluents, avec une fiabilité acceptable (moins de 15% d'erreur relative sous un seuil de probabilité de 85%), à l'aide de trois (3) échantillons composites (voir annexe 1).

Afin de simplifier encore la procédure d'échantillonnage et de réduire les coûts d'analyse pour les producteurs, un nouveau projet a été réalisé, permettant de déterminer le nombre minimal de prélèvements d'échantillons à réaliser pour obtenir un seul échantillon composite représentatif de la composition moyenne des effluents, sous différents niveaux de confiance et de précision prédéterminés. Dans le même esprit, le nombre minimal de pesées de véhicules de transport nécessaires pour établir la masse volumique apparente moyenne de ces mêmes effluents devait être déterminé.

### 1.1 Postulats

La validité, à l'échelle du Québec, de la procédure d'échantillonnage et de mesures proposée ici repose sur les deux postulats suivants :

---

<sup>1</sup> Telle que définie dans le *projet de caractérisation*, l'unité expérimentale ou UE représente l'engrais de ferme généré, pendant une période donnée, par un ou plusieurs lots de poulettes ou de poules pondeuses, et échantillonné lors de la reprise des effluents accumulés dans des dalots ou une cave profonde, sur une plate-forme d'entreposage ou directement sur le plancher d'élevage (élevage sur litière).

- Les fientes et les fumiers de poulettes et de poules pondeuses échantillonnés entre 2003 et 2005 dans le cadre du *projet de caractérisation* sont représentatifs de ces types d'effluents ailleurs dans la province.
- La procédure d'échantillonnage élaborée pour une UE dont la composition est très variable est applicable à la caractérisation d'une UE dont la composition l'est moins.

## 1.2 Hypothèses de travail

Afin d'utiliser la moyenne arithmétique des échantillons prélevés comme valeur référence de la composition moyenne des effluents et pour dériver le nombre minimal d'échantillons à prélever, certaines hypothèses devaient être vérifiées sinon respectées:

- La distribution des erreurs autour de la teneur moyenne est aléatoire. Ainsi, les sous-échantillons (ou prélèvements) qui composent l'échantillon composite soumis au laboratoire peuvent être pris dans la pelle de chargement *de manière aléatoire*, c'est-à-dire à n'importe quel moment durant la reprise de l'amas. Autrement dit, la composition des prélèvements provenant des pelletées de tracteur remplies en début de chantier n'est pas différente de celle des prélèvements issus des pelletées médianes ou finales. Ainsi, même s'il existe une certaine stratification au sein de l'amas<sup>2</sup>, les fientes ou le fumier sont suffisamment mélangés dans la pelle du chargeur pour que cet étagement vertical éventuel dans l'amas ne soit plus observable ou quantifiable au cours de la reprise. Dans ces conditions, et pour chacun des paramètres considérés, la moyenne arithmétique des teneurs de tous les prélèvements constitue un bon estimateur de la « vraie » teneur moyenne.
- Pour chacun des paramètres à l'étude (MS, N, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, etc.), la teneur d'un échantillon composite formé de plusieurs prélèvements (par exemple 5 ou 30) est similaire à la moyenne arithmétique des teneurs de chacun des (5 ou 30) prélèvements. Autrement dit, le prélèvement de l'échantillon, son « vieillissement » dans une chaudière puis son mélange avec d'autres prélèvements pour former un échantillon composite n'affectent pas la composition de l'échantillon soumis finalement au laboratoire.
- Finalement, la distribution des erreurs autour de la moyenne des échantillons suit une loi normale.

## 1.3 Objectifs spécifiques

Les objectifs spécifiques du projet étaient les suivants :

- Vérifier ou invalider les trois hypothèses mentionnées plus haut.
- Déterminer, par catégorie d'effluents et par UE, le nombre minimal de prélèvements nécessaires pour composer *un seul échantillon composite représentatif* à faire analyser, avec une erreur relative inférieure à 10% dans 90% des cas.
- Estimer le nombre minimal de chargements à peser lors de la reprise pour établir de façon acceptable la masse volumique apparente moyenne des fientes ou du fumier évacués du site d'élevage, avec une erreur relative inférieure à 10% dans 90% des cas.

---

<sup>2</sup> Cela est surtout vrai pour les fientes qui s'accumulent sur la plate-forme d'entreposage tout au long de l'élevage, contrairement au fumier rassemblé en tas après le départ des oiseaux.

## 2 MATÉRIEL ET MÉTHODES

Pour atteindre ces objectifs, les fientes et le fumier de plusieurs élevages de poulettes et de poules pondeuses ont été échantillonnés intensivement lors de leur reprise et ont fait l'objet de mesures de masse volumique apparente. Par la suite, différents traitements statistiques des données ont été réalisés. Cette partie présente les UE échantillonnées ainsi que les méthodes statistiques utilisées.

### 2.1 Sélection des unités expérimentales

Les 6 UE échantillonnées proviennent de trois catégories d'effluents de poulettes (**Plt**) et de poules pondeuses (**Ppd**), dont les teneurs en matière sèche ou le type de logement sont différents : les fientes dites « humides » (**Fi<sub>h</sub>**) (dont la MS moyenne est inférieure à 50%), les fientes dites « séchées » (**Fi<sub>s</sub>**) (MS>50%) et les fumiers (**Fu**).

Les UE ont été choisies parmi celles suivies dans le *projet de caractérisation* qui présentaient des teneurs en matière sèche (**MS**) et en éléments fertilisants les plus variables, d'après leurs coefficients de variation (**CV**) plus élevés (voir annexe 2). Un coefficient de variation élevé indique en effet une masse d'effluents hétérogène qui nécessite un plus grand nombre de prélèvements pour obtenir un estimé fiable de sa teneur moyenne en éléments fertilisants. En choisissant des UE parmi les plus hétérogènes, on risquait moins de sous-estimer le nombre de prélèvements requis pour former un échantillon composite représentatif dans le cas des effluents les plus hétérogènes.

La détermination finale des UE à caractériser a été réalisée par les responsables de la FPOCQ et entérinée par les membres du comité technique.

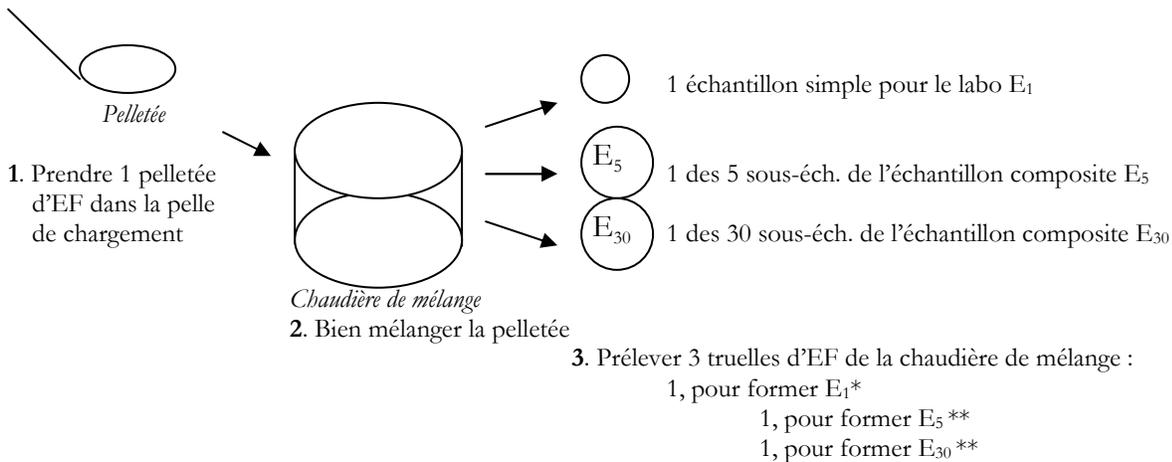
### 2.2 Échantillonnage des effluents

L'échantillonnage intensif des UE a été réalisé au cours de la reprise des fientes ou du fumier selon les recommandations générales du *protocole de référence*<sup>3</sup>.

Trente (30) prélèvements ont été répartis régulièrement tout au long de la période de reprise des effluents (voir schéma 1). Chaque prélèvement a été pris de manière aléatoire dans la pelle de chargement («bucket»), à l'aide d'une pelle, puis déposé et mélangé dans une première chaudière. De ce premier prélèvement homogénéisé, 1 échantillon simple et 2 sous-échantillons (de la quantité d'une truelle) ont été prélevés. Le premier échantillon simple E<sub>1</sub> a été acheminé tel quel au laboratoire (dans un contenant de 500 ml). Les deuxième et troisième sous-échantillons servant à former des échantillons composites de 5 et 30 sous-échantillons (E<sub>5</sub> et E<sub>30</sub> respectivement) ont été recueillis dans deux chaudières distinctes. Lorsque les 5 premiers sous-échantillons ont été rassemblés dans la chaudière des E<sub>5</sub>, un premier échantillon composite E<sub>5</sub> a été formé en mélangeant le tout et en prélevant un échantillon pour fin d'analyse. Cette chaudière a été vidée pour recevoir les 5 sous-échantillons suivants destinés à former un autre échantillon composite E<sub>5</sub>. La chaudière du E<sub>30</sub> a reçu 30 sous-échantillons du

<sup>3</sup> Voir annexe 1 (sections 1 et 2) du rapport « Caractérisation des volumes et des concentrations en éléments fertilisants des effluents d'élevage de poulettes et de poules pondeuses » (Seydoux et coll., 2006).

début à la fin de la reprise des tas. Après mélange, une fraction en a été prélevée pour former l'échantillon composite  $E_{30}$ . Les chaudières servant aux échantillons composites ont été fermées entre chaque échantillonnage et conditionnées de la même façon qu'un producteur ou un conseiller le ferait sur le terrain. Rappelons que ces échantillons composites servent à vérifier si l'échantillon se détériore durant la reprise en raison d'un « vieillissement » du matériel ou des procédures de mélange.



EF : Engrais de ferme (fientes ou fumier)

\* Fermer et identifier l'échantillon.

\*\* Garder dans une chaudière fermée jusqu'à ce que tous les prélèvements (5 ou 30) soient rassemblés. Puis mélanger, former et identifier l'échantillon composite ( $E_5$  ou  $E_{30}$ ).

**Figure 1 – Procédure d'échantillonnage**

Au total, 222 échantillons ont été soumis au laboratoire, soit 37 échantillons par UE : 30 échantillons simples et 7 échantillons composites (6 échantillons de type  $E_5$  et 1 de type  $E_{30}$ ).

### 2.3 Traitement des échantillons

Tous les échantillons complets (simples et composites) de même que les échantillons en cours de confection ont été gardés au frais (dans des glacières voire dans des chaudières fermées placées à l'ombre) le plus brièvement possible (2 jours au maximum) avant leur expédition. Ces détails ont été laissés à la discrétion des responsables de l'échantillonnage pour refléter les conditions d'échantillonnage chez les producteurs. Dès la fin de l'échantillonnage, les échantillons ont été envoyés dans des glacières par courrier express, et gardés au frais avant d'être analysés dans les meilleurs délais au laboratoire de l'IRDA.

## 2.4 Paramètres analysés au laboratoire

Les paramètres analysés selon les procédures décrites dans le *projet de caractérisation*<sup>4</sup> sont les suivants : MS (en% de la masse humide); N total, N-NH<sub>4</sub>, P, K, Ca, Mg, Al, B, Cu, Fe, Mn, Zn, Na (en g/kg, sur base humide); cendres (en% de la MS). Seuls les teneurs en MS et en N total, N-NH<sub>4</sub>, P, K, Ca et Mg (sur base sèche) ont fait l'objet d'analyses statistiques dans le présent rapport.

## 2.5 Mesure de la masse volumique apparente

D'après l'expérience acquise au cours du *projet de caractérisation*, la meilleure méthode pour évaluer la masse volumique apparente (**MVA**) des fientes ou du fumier de poulettes ou de poules pondeuses consiste à mesurer la masse et le volume de plusieurs chargements d'engrais de ferme dans le véhicule de transport ou l'épandeur.

Pour chaque UE, le plus grand nombre de pesées devaient être réalisées, mais pouvaient être restreint par la disponibilité du matériel et la grosseur des chargements. La masse volumique apparente moyenne et sa variabilité ont été établies à partir de ces pesées en supposant que les volumes des chargements étaient fixes ou variaient peu. Dans certains cas, si les chargements étaient incomplets, le volume des chargements a été réévalué.

## 2.6 Traitement statistique des données

### Objectif 1

La présence éventuelle d'effets non aléatoires reliés à la séquence d'échantillonnage au moment de la reprise de l'amas (la possibilité qu'il y ait des variations dans les teneurs liées à la séquence d'échantillonnage) (**hypothèse 1**) a été détectée par régressions linéaire ou quadratique entre la position dans la séquence d'échantillonnage et les teneurs respectives en MS et en cendres.

La représentativité des échantillons composites et donc l'influence du « vieillissement » des sous-échantillons en attente de former les échantillons composites (**hypothèse 2**) a été vérifiée en comparant avec un test de Student, les teneurs des 30 échantillons simples (qui servent de référence) aux teneurs obtenues par chacun des deux types d'échantillonnage composite (celui basé sur 6 échantillons E5 et celui associé au seul échantillon E30). Dans un premier test, les teneurs moyennes des 6 UE calculées à partir des 6 x 6 échantillons E5 et des 6 échantillons E30 ont été comparées aux teneurs moyennes des 6 x 30 échantillons simples. Dans un deuxième test, les teneurs moyennes de chaque UE calculées à partir des 6 échantillons E5 ont été comparées à celles des 30 échantillons simples.

---

<sup>4</sup> Voir la section 1.3 du rapport « Caractérisation des volumes et des concentrations en éléments fertilisants des effluents d'élevage de poulettes et de poules pondeuses » (Seydoux et coll., 2006).

## Objectif 2

Le nombre minimal de prélèvements nécessaires pour former un échantillon composite représentatif (avec une erreur de 10% dans 90% des cas) a été établi en supposant une distribution normale et aléatoire des observations, sur la base du théorème de la limite centrale et de l'équation suivante :

$$n = \frac{t^2 \cdot CV^2}{e^2} \quad (\text{éq. 1})$$

où  $t$  est le niveau de probabilité associé à une distribution de Student avec un intervalle de confiance de 90% pour  $n-1$  observations,  $CV$  le coefficient de variation des observations et  $e$  l'erreur relative ou le niveau de précision anticipé, soit 10%.

Les niveaux de probabilité de 90% et d'erreur relative de 10% sont relativement conservateurs sans être trop strictes par rapport aux autres imprécisions présentes dans la chaîne de gestion des effluents d'élevage voués à la fertilisation des cultures. De plus, ces niveaux correspondent à ceux recommandés par d'autres comités d'experts notamment au niveau des cartes pédologiques (Nollin et Cailler, 1992).

Par ailleurs, la méthode *bootstrap* telle que présentée dans l'article de Dou *et al.* (2001) a été appliquée dans les cas d'hétérogénéité les plus élevés afin de valider les résultats obtenus avec l'équation 1. Cette technique d'inférence statistique basée sur une succession de rééchantillonnages permet de déterminer le nombre de prélèvements nécessaires pour atteindre la précision voulue, mais sans faire d'hypothèse sur la distribution statistique des observations. La méthode consiste à reconstituer 10 000 échantillons composites de taille  $n$  en échantillonnant parmi les 30 échantillons simples (prélevés dans chaque amas de fientes et de fumier), avec remise. Cette opération est répétée 10 000 fois de façon indépendante. On calcule ensuite la moyenne *bootstrap* de chacun des 10 000 échantillons composites de taille  $n$ , ainsi que la proportion des moyennes situées à l'intérieur des limites de 5%, 10% et 15% autour de la moyenne des 30 prélèvements originaux. Ces simulations sont répétées en augmentant graduellement la taille  $n$  jusqu'à ce que la précision désirée soit atteinte.

## Objectif 3

Le nombre minimal de pesées de chargement d'effluent à réaliser (pour un volume d'effluent supposé constant dans le véhicule de transport) pour estimer, avec une erreur de 10% dans 90% des cas, la masse volumique des fientes ou du fumier à caractériser a été établie en suivant la même démarche que pour l'objectif 2.

### 3 RÉSULTATS

#### 3.1 Description sommaire des UE échantillonnées

Le Tableau 1 présente sommairement les UE échantillonnées. Généralement les effluents issus d'élevage d'oiseaux en cages ne contiennent pas de litière. Cependant, dans le cas des UE représentant les fientes non séchées, de la paille (UE 50) et des copeaux de rabotage (ripe) (UE 53) ont été ajoutés pour absorber des excès d'eau sous les cages.

Tableau 1 - Description sommaire des UE échantillonnées

UE	Élevage	Type d'effluents	Logement	Séchage	Commentaires	UE pc <sup>z</sup>
50	Poulettes	Fientes humides (Fi <sub>h</sub> )	Cages		Paille au fond de la fosse (cave)	30
51	(Plt)	Fientes séchées (Fi <sub>s</sub> )	Cages	Air forcé	Fientes plus ou moins bien séchées	11
52		Fumier (Fu)	Parquet		Élevage sur litière de ripe	nd <sup>y</sup>
53	Poules	Fientes humides (Fi <sub>h</sub> )	Cages	Ventilateur	Ajout d'un voyage de ripe (cave)	25
54	pondeuses	Fientes séchées (Fi <sub>s</sub> )	Cages	Ventilateur	Fientes plus ou moins bien séchées	22
55	(Ppd)	Fumier (Fu)	Parquet		Élevage bio sur litière de ripe	nd

<sup>z</sup> pc : projet de caractérisation (voir annexe 2)

<sup>y</sup> non disponible

#### 3.2 Représentativité des UE retenues

Les teneurs en MS et en éléments fertilisants obtenues par UE selon les 3 méthodes d'échantillonnage (30 échantillons simples, 6 échantillons composites E5 et 1 échantillon composite E30) sont présentées dans les Tableaux 2 à 4 respectivement.

Dans l'ensemble, les moyennes arithmétiques des valeurs obtenues pour les teneurs en matière sèche (MS) et en éléments fertilisants (N, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, K<sub>2</sub>O, CaO et MgO, sur base sèche) à partir de 6 échantillons composites E<sub>5</sub> (Tableau 3) sont comparables aux valeurs présentées au Tableau 2.5 du projet de caractérisation.

- Les teneurs moyennes en MS des fientes humides de poulettes et de poules pondeuses, sont proches des valeurs minimales issues du projet de caractérisation (soit 34% vs 32% et 24% vs 25%, respectivement).
- Les teneurs en MS des fientes séchées de poulettes (66%) et de poules pondeuses (70%) se situent entre la moyenne (56%) et les valeurs maximales (83%) rencontrées dans le projet de caractérisation.
- Les teneurs en MS des fumiers de poulettes et de poules pondeuses de la présente étude (respectivement 72 et 79%) sont légèrement inférieures à celles du projet de caractérisation (soit 76 et 83%).

Tableau 2 - Moyenne arithmétique et CV (entre parenthèse) des teneurs des 30 échantillons simples E<sub>1</sub>

	UE	MS	N	N-NH <sub>4</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	
									% (%)
Plt	Fi <sub>h</sub>	50	36,6 (35) <sup>Z</sup>	48,2 (12)	12,9 (37)	78,8 (15)	64,0 (17)	90,0 (18)	17,0 (18)
	Fi <sub>s</sub>	51	66,6 (21)	73,7 (17)	10,6 (123)	51,1 (16)	31,2 (18)	66,7 (42)	14,7 (19)
	Fu	52	74,1 (5)	48,2 (10)	3,5 (17)	53,3 (12)	30,8 (9)	100,6 (14)	10,9 (9)
Ppd	Fi <sub>h</sub>	53	23,8 (12)	65,0 (11)	13,6 (25)	72,9 (10)	36,4 (21)	148,2 (18)	14,2 (11)
	Fi <sub>s</sub>	54	70,4 (21)	47,9 (21)	8,0 (70)	67,9 (27)	31,8 (23)	174,6 (19)	14,5 (25)
	Fu	55	79,8 (5)	40,6 (19)	2,9 (28)	49,8 (13)	30,6 (14)	132,6 (17)	9,7 (10)

Tableau 3 - Moyenne arithmétique et CV (entre parenthèse) des teneurs des 6 échantillons composites E<sub>5</sub>

	UE	MS	N	N-NH <sub>4</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	
									% (%)
Plt	Fi <sub>h</sub>	50	33,5 (13)	48,5 (11)	12,8 (33)	82,6 (7)	67,2 (8)	87,2 (8)	17,7 (8)
	Fi <sub>s</sub>	51	65,7 (16)	73,6 (12)	9,7 (69)	50,7 (14)	31,0 (14)	72,5 (21)	14,3 (17)
	Fu	52	72,2 (6)	47,4 (6)	3,7 (13)	55,4 (7)	31,7 (3)	105,5 (14)	11,4 (6)
Ppd	Fi <sub>h</sub>	53	24,0 (8)	64,5 (6)	13,5 (23)	73,2 (5)	36,9 (14)	146,5 (10)	14,1 (4)
	Fi <sub>s</sub>	54	69,8 (14)	47,1 (16)	6,5 (39)	70,2 (13)	31,8 (16)	171,3 (16)	14,7 (13)
	Fu	55	78,9 (3)	40,2 (11)	3,0 (12)	51,7 (6)	31,4 (11)	136,8 (14)	9,9 (5)

Tableau 4 - Matière sèche et composition chimique des échantillons composites E<sub>30</sub>

	UE	MS	N	N-NH <sub>4</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	
									%
Plt	Fi <sub>h</sub>	50	37,4	49,5	11,2	74,6	58,4	106,2	16,2
	Fi <sub>s</sub>	51	67,0	72,5	9,4	49,2	29,2	47,3	12,9
	Fu	52	72,4	50,6	3,5	53,1	30,4	92,5	11,1
Ppd	Fi <sub>h</sub>	53	23,3	67,2	14,0	71,9	38,9	101,2	14,7
	Fi <sub>s</sub>	54	67,6	43,3	7,2	66,1	31,9	142,6	14,0
	Fu	55	81,6	43,8	2,5	52,7	31,0	126,0	10,2

Seule l'UE 50 (fientes humides de poulettes) présente des teneurs sur base sèche en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, K<sub>2</sub>O et MgO légèrement supérieures aux valeurs maximales issues du *projet de caractérisation*. Ces valeurs extrêmes rappellent d'ailleurs la pertinence pour les producteurs de caractériser les effluents d'élevage à la ferme, plutôt que d'utiliser directement les valeurs de référence.

Du point de vue de leurs teneurs moyennes, les UE retenues pour l'élaboration du PCS sont donc représentatives des UE échantillonnées dans le projet de caractérisation.

En ce qui concerne la variabilité des teneurs en MS entre échantillons composites  $E_5$ , celle-ci est quelque peu inférieure à la variabilité maximale retrouvée dans le *projet de caractérisation*. Les CV varient ici de 3 à 16% (Tableau 3), alors qu'ils pouvaient atteindre 19 voire 23% dans le *projet de caractérisation* (voir annexe 2). Dans la présente étude, ce sont les fientes « séchées » de poulettes et de poules pondeuses qui sont les plus hétérogènes : la variabilité observée est plus forte pour tous les paramètres, en particulier pour les teneurs en ammonium ( $N-NH_4$ ), qui ont des CV de 69% (UE 51) et 39% (UE 54).

Notons cependant que pour les teneurs en MS et en N,  $P_2O_5$  et  $K_2O$  sur base sèche, la variabilité observée par UE lors de l'élaboration du PCS est en général plus forte que la variabilité moyenne rapportée pour chaque type d'effluents dans le tableau 2.8 du *projet de caractérisation* (où les CV moyens sont inférieurs à 12%). Cela nous permet ainsi de considérer que les UE retenues pour l'étude ont une hétérogénéité relativement importante sinon comparable à la majorité des UE suivies dans le *projet de caractérisation*, et que le nombre de prélèvements déterminé plus loin sera suffisant pour caractériser la plupart des effluents solides d'élevage de poulettes et de poules pondeuses au Québec. Les UE du présent projet étant représentatives des UE du *projet de caractérisation*, en terme de teneurs moyennes et de variabilité, il est donc légitime de considérer que les résultats discutés plus loin seront valables pour la majorité des effluents solides de poulettes et de poules pondeuses.

### 3.3 Variabilité et évolution des teneurs des 30 échantillons simples

#### Variabilité générale des échantillons $E_1$

Le Tableau 2 montre qu'en général les valeurs moyennes obtenues à partir de l'échantillonnage de 30 échantillons simples  $E_1$  sont très similaires à celles estimées à partir de 6 échantillons composites  $E_5$  (Tableau 3). Il illustre aussi que les CV suivent les mêmes tendances par catégorie d'effluents que précédemment (voir section 3.2) :

- Les fientes humides de poulettes et de poules pondeuses ont en général des teneurs moyennement variables en matière sèche et en éléments fertilisants (sur base sèche) (CV < 20%), sauf pour les teneurs en  $N-NH_4$ . Deux UE font exception avec de forts CV : 35% pour la teneur en MS de l'UE 50 et 21% pour la teneur en  $K_2O$  de l'UE 53. Dans le cas de l'UE 50, cette variabilité de la MS serait d'ailleurs due à un bris de canalisation inondant une partie des effluents sous les cages.
- Les fientes séchées de poulettes et de poules pondeuses constituent en revanche des effluents plus hétérogènes en termes de teneurs en MS (CV de 21%) et en éléments sur base sèche (surtout pour l'azote ammoniacal  $N-NH_4$ ).
- Les fumiers de poulettes et de poules pondeuses ont des teneurs en MS très peu variables (CV < 5%) et des teneurs en éléments sur base sèche moyennement variables (CV < 20%). Comme dans tous les autres effluents analysés, les teneurs en  $N-NH_4$  sont cependant très variables.

La grande hétérogénéité des teneurs en azote ammoniacal, observée en particulier pour les fientes séchées, serait reliée aux processus de séchage pouvant être incomplets et se limitant à la surface des effluents. La volatilisation de l'ammoniac qui s'en suit aurait pour effet de réduire

la teneur N-NH<sub>4</sub> à la surface des fientes et ainsi augmenter l'hétérogénéité de leurs teneurs dans certaines parties des effluents entreposés.

### Évolution de la composition des effluents au cours de la période d'échantillonnage

Les Figure 2a et Figure 2b illustrent l'évolution des teneurs en MS des 30 échantillons simples constitués tout au long de la vidange des effluents d'élevage. Les UE de la Figure 2b ont des teneurs en MS relativement stables ou peu variables durant toute la période d'échantillonnage. On remarque toutefois une légère augmentation de la teneur en MS dans le fumier de poules pondueuses de l'UE 55 au cours de l'échantillonnage, mais cette augmentation est peu significative avec une très faible pente (0,28% par prélèvement) et un faible coefficient de détermination ( $R^2 = 0,31$ ).

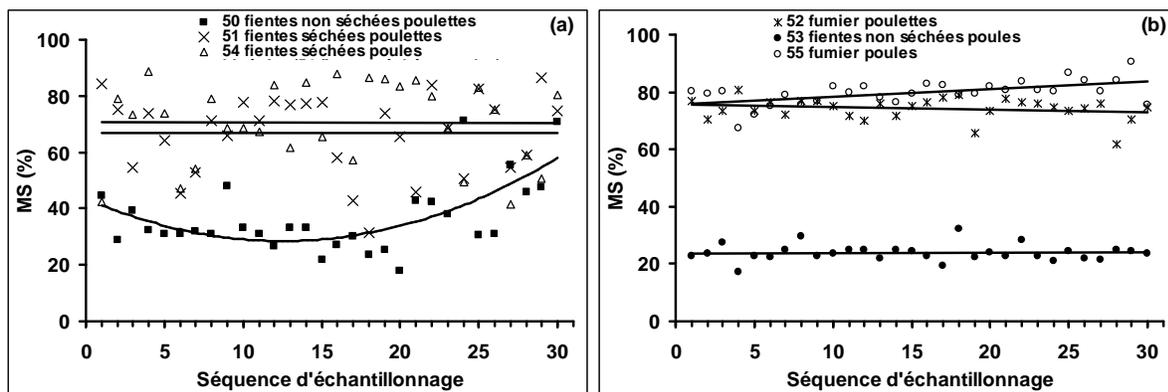


Figure 2 – Évolution, durant la période d'échantillonnage, des teneurs en matière sèche des différents effluents de poulettes et de poules pondueuses.

Les valeurs de MS des UE de la Figure 2a (fientes humides de poulettes et fientes séchées de poulettes et de poules pondueuses) présentent par contre beaucoup plus de variation. Le CV des fientes humides de poulettes (UE 50) est particulièrement important en raison de l'occurrence d'échantillons qui contenaient parfois d'importantes quantités de plumes (MS plus élevées), surtout en fin de période d'échantillonnage (Photo 1 : échantillons B4, E4, et F5) ou d'importantes quantités de liquides (Photo 1 : éch. D5). De plus, cette variabilité est quelque peu liée à la séquence d'échantillonnage et donc non aléatoire, la MS ayant eu tendance à diminuer en cours d'échantillonnage, en raison d'un bris de canalisation d'eau qui a affecté le deuxième tiers du volume d'effluent échantillonné (Photo 1 : éch. C1 à D5). La teneur en MS a par ailleurs eu tendance à augmenter à la fin de l'échantillonnage avec l'occurrence plus importante de plumes. Cette variabilité liée à la séquence d'échantillonnage n'est toutefois pas très significative ( $R^2 = 0,43$ ).

Pour ce qui est des fientes séchées de poulettes (UE 51), la plupart des échantillons étaient relativement secs (MS autour de 80%), mais quelques échantillons très humides (MS de 30 à 45%) ont eu pour effet d'augmenter à 21% le CV associé à la MS. La même remarque s'applique aux fientes séchées de poules pondueuses (UE 54) qui avaient des teneurs en MS relativement élevées (plus de 80%) mais variables, avec un CV de 21%. Les fientes séchées analysées dans cette étude étaient donc très hétérogènes, mais la variabilité de la MS ne semblait pas localisée ou liée à la séquence d'échantillonnage.



Photo 1 – Hétérogénéité dans les dalots des fientes humides des poulettes en cage de l'UE 50 (a) et évolution de la composition des échantillons au cours de la vidange de ces fientes (b).

Tel que l'illustrent les Figure 3a et Figure 3b, la variabilité des teneurs en cendres des différents effluents d'élevages suivis est comparable à celle des teneurs en MS. Ainsi, à l'exception de quelques valeurs dispersées, les teneurs en cendres des fumiers (UE 52 et UE 55) et des fientes humides de poules pondeuses (UE 53) sont aussi relativement stables (Figure 3b). De même que pour la MS, aucune tendance majeure liée à la séquence d'échantillonnage et affectant la variabilité de la teneur en cendres de ces effluents n'a été détectée.

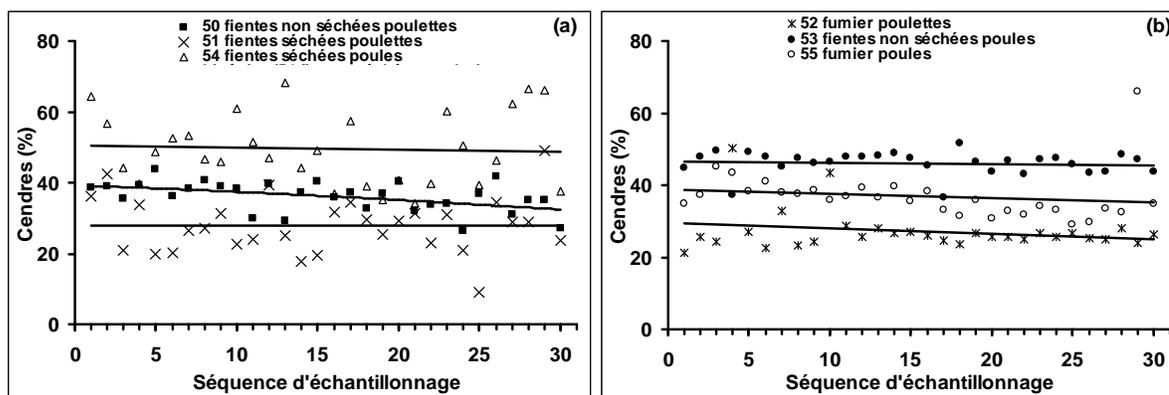


Figure 3 – Évolution, durant la période d'échantillonnage, des teneurs en cendres des différents effluents de poulettes et de poules pondeuses.

Les teneurs en cendres des autres UE (50, 51, 54) sont, comme les teneurs en MS correspondantes, relativement plus variables (Figure 3a). Et là encore aucune tendance importante n'apparaît liée à la séquence d'échantillonnage.

La composition en cendres des fientes et des fumiers est probablement reliée aux régimes d'alimentation des élevages. Comme l'alimentation des poules pondeuses est plus riche en calcium, il n'est d'ailleurs pas surprenant que les teneurs en cendres des effluents des poules pondeuses soient généralement plus élevés. L'élevage biologique sur litière de poules pondeuses (UE 55) semble toutefois faire exception, avec de plus faibles teneurs en cendres. La composition en cendres plus aléatoire de l'UE 51 serait quant à elle reliée à la présence de sol et de cailloux dans certains échantillons.

À la vue de ces résultats, il ne semble pas y avoir de variation importante liée à la séquence d'échantillonnage. Du moins cette variation ne serait pas systématique sauf pour l'UE 50 quant à sa teneur en MS. Il n'y a donc pas *a priori* de raison de répartir uniformément l'échantillonnage des prélèvements sur le volume complet de l'effluent; un échantillonnage aléatoire suffirait. Cependant, pour s'assurer d'une bonne représentativité de l'échantillon composite dans le cas d'une variation systématique éventuelle, il serait souhaitable de répartir uniformément les prélèvements au cours de la vidange des effluents.

Dans le cas particulier de l'UE 50, lors de l'échantillonnage, il aurait peut être été préférable d'élaborer une stratégie de valorisation et d'échantillonnage qui tienne compte de la variabilité de la composition du volume d'effluent ou qui la réduise. Comme certains prélèvements (ou certaines parties de l'amas) étaient principalement composés de plume (MS très élevée), tandis que d'autres n'étaient pratiquement que du lisier (MS très faible), il aurait été préférable soit de les traiter séparément, soit de mélanger davantage les effluents avant de les transborder et de les échantillonner.

Par ailleurs, la constitution de plusieurs échantillons composites n'est justifiée que pour caractériser les fractions distinctes d'une masse d'effluents visiblement hétérogène. Pour des fientes et des fumiers assez homogènes, ou sans masses distinctes, la soumission de plusieurs échantillons composites plutôt que d'un seul échantillon composite correspondant à un nombre total équivalent de prélèvements ne fournit pas *a priori* plus d'informations utiles à la gestion de ces effluents. Par exemple, on ne gagne rien à faire analyser 3 échantillons composites formés de 5 prélèvements plutôt qu'un échantillon composite formé de 15 prélèvements répartis de la même façon : la valeur moyenne des trois échantillons composites ne devrait pas être significativement différente de la valeur unique.

### 3.4 Nombre minimal de prélèvements pour constituer un échantillon représentatif

Le nombre minimal d'échantillons à prélever pour obtenir des analyses représentatives des valeurs moyennes selon différents niveaux d'erreur relative et pour différents intervalles de confiance a été calculé d'après l'équation 1 (voir section 2.6 et Tableau 5). Compte tenu de la grande variabilité générale des teneurs en N-NH<sub>4</sub>, ce nombre ne sera pas discuté pour ce paramètre.

Pour les fumiers, toutes les teneurs en MS et en éléments (N, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, K<sub>2</sub>O, CaO et MgO, sur base sèche) auraient été estimées avec la précision escomptée (erreur relative de 10% dans 90% des cas) grâce à un échantillon composite formé de 15 prélèvements. Pour ces effluents, 10 prélèvements auraient même suffi pour estimer les teneurs moyennes avec une erreur relative de 10% dans 90% des cas.

Tableau 5 - Estimation du nombre d'échantillons à prélever pour former un seul échantillon composite selon différents niveaux d'erreurs relatives (%) et de probabilité (t de Student,  $\alpha/2$ ).

		UE	MS	N	N-NH <sub>4</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO
		<b>Erreur relative &lt; 5%</b>			<b>Probabilité de t &gt; 0,95</b>				
Plt	F <sub>th</sub>	50	200	25	228	36	50	54	57
	F <sub>is</sub>	51	75	49	2 534	45	54	292	59
	F <sub>u</sub>	52	5	16	47	23	13	31	13
Ppd	F <sub>th</sub>	53	25	21	106	16	74	56	21
	F <sub>is</sub>	54	71	74	825	121	88	59	103
	F <sub>u</sub>	55	5	58	127	27	32	48	16
		<b>Erreur relative &lt; 5%</b>			<b>Probabilité de t &gt; 0,90</b>				
Plt	F <sub>th</sub>	50	138	17	157	25	34	37	39
	F <sub>is</sub>	51	51	34	1 749	31	37	202	41
	F <sub>u</sub>	52	3	11	32	16	9	22	9
Ppd	F <sub>th</sub>	53	17	15	73	11	51	38	15
	F <sub>is</sub>	54	49	51	570	83	61	40	71
	F <sub>u</sub>	55	3	40	87	19	22	33	11
		<b>Erreur relative &lt; 10%</b>			<b>Probabilité de t &gt; 0,95</b>				
Plt	F <sub>th</sub>	50	50	6	57	9	12	13	14
	F <sub>is</sub>	51	19	12	634	11	13	73	15
	F <sub>u</sub>	52	1	4	12	6	3	8	3
Ppd	F <sub>th</sub>	53	6	5	27	4	18	14	5
	F <sub>is</sub>	54	18	18	206	30	22	15	26
	F <sub>u</sub>	55	1	15	32	7	8	12	4
		<b>Erreur relative &lt; 10%</b>			<b>Probabilité de t &gt; 0,90</b>				
Plt	F <sub>th</sub>	50	<b>34</b>	4	39	6	9	9	10
	F <sub>is</sub>	51	13	8	437	8	9	<b>50</b>	10
	F <sub>u</sub>	52	1	3	8	4	2	5	2
Ppd	F <sub>th</sub>	53	4	4	18	3	13	10	4
	F <sub>is</sub>	54	12	13	142	<b>21</b>	15	10	<b>18</b>
	F <sub>u</sub>	55	1	10	22	5	6	8	3
		<b>Erreur relative &lt; 15%</b>			<b>Probabilité de t &gt; 0,90</b>				
Plt	F <sub>th</sub>	50	15	2	17	3	4	4	4
	F <sub>is</sub>	51	6	4	194	3	4	22	5
	F <sub>u</sub>	52	1	1	4	2	1	2	1
Ppd	F <sub>th</sub>	53	2	2	8	1	6	4	2
	F <sub>is</sub>	54	5	6	63	9	7	4	8
	F <sub>u</sub>	55	1	4	10	2	2	4	1
		<b>Erreur relative &lt; 15%</b>			<b>Probabilité de t &gt; 0,85</b>				
Plt	F <sub>th</sub>	50	12	1	13	2	3	3	3
	F <sub>is</sub>	51	4	3	147	3	3	17	3
	F <sub>u</sub>	52	1	1	3	1	1	2	1
Ppd	F <sub>th</sub>	53	1	1	6	1	4	3	1
	F <sub>is</sub>	54	4	4	48	7	5	3	6
	F <sub>u</sub>	55	1	3	7	2	2	3	1

Pour les fientes, 15 prélèvements auraient suffi à former un échantillon représentatif avec la précision attendue (erreur relative de 10% dans 90% des cas) pour la plupart des paramètres discutés. Font exception cependant : la teneur en MS de l'UE 50 (très variable rappelons-le à cause d'une fuite d'eau en cours d'élevage et de la présence d'importantes quantités de plumes dans certains échantillons), la teneur en CaO de l'UE 51 et les teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et en MgO de

l'UE 54. En acceptant une erreur relative de 15% dans 90% des cas, 15 prélèvements suffisent toutefois à estimer ces paramètres, d'après l'équation 1.

Les résultats obtenus par la technique *bootstrap* pour les éléments qui présentaient le plus de variation sont présentés à l'annexe 3 et sont comparables à ceux du Tableau 5. D'après cette méthode, un échantillon composite formé de 15 prélèvements aurait permis d'estimer la teneur en MS de l'UE 50 avec une erreur relative de 15% dans 91% des cas. Pour la teneur en  $P_2O_5$  de l'UE 54, un échantillon composite formé de 18 prélèvements aurait fourni une estimation avec une erreur relative de 10% dans 90% des cas, alors que l'équation 1 prévoyait 21 échantillons pour obtenir la même précision avec la même probabilité.

### 3.5 Représentativité des échantillons composites

La représentativité des échantillons composites formés de 30 ou de 5 prélèvements ( $E_{30}$  et  $E_5$ ) a été vérifiée en comparant les teneurs moyennes obtenues avec ces échantillons composites ( $E_{30}$  et  $E_5$ ) à la moyenne des teneurs des échantillons simples  $E_1$  qui servait de référence.

Un premier test de Student (test bilatéral avec des données paires) (Tableau 6) a été utilisé afin de vérifier si les compositions des teneurs moyennes des 6 UE évoluaient différemment de la composition de référence (Tableau 2) selon qu'étaient soumis à l'analyse, un échantillon composite formé de 30 prélèvements (Tableau 3) ou 6 échantillons composites formés de 5 prélèvements (Tableau 4).

Selon ce premier test, il n'y a pas de différences statistiques importantes ( $\text{prob } t < 0,05$ ) entre les compositions moyennes des 30 échantillons simples  $E_1$  et les échantillons composites formés de 30 prélèvements  $E_{30}$ . En revanche, les teneurs en MS et en  $P_2O_5$  établies à partir des échantillons composites  $E_5$  formés de 5 sous-échantillons pourraient différer quelque peu des valeurs moyennes des 30 échantillons simples. Avec un échantillon basé sur 6 composites, la teneur moyenne en MS des fientes et des fumiers aurait été légèrement sous-estimée par rapport aux valeurs issues de l'échantillonnage basé sur la teneur moyenne de référence issue des 30 échantillons simples (57,4% vs 58,6%), soit un écart relatif de 2%. À l'inverse, la teneur en  $P_2O_5$  des échantillons composites serait de 2% supérieure à la teneur moyenne de référence.

Tableau 6 - Comparaison de trois stratégies d'échantillonnage à partir de la teneur moyenne des 6 UE

	MS	N	N-NH <sub>4</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO
<b>Moyenne des 6 UE</b>	%	g/kg MS					
Teneurs moyennes des 30 $E_1$	58,6	53,9	8,6	62,3	37,5	118,8	13,5
Teneurs moyennes des 6 $E_5$	57,4	53,6	8,2	64,0	38,3	120,0	13,7
Teneurs de $E_{30}$	58,2	54,5	8,0	61,3	36,6	102,6	13,2
<b>Comparaisons des moyennes</b>	prob t						
6 $E_5$ vs 30 $E_1$	0,05	0,09	0,23	0,04	0,15	0,53	0,32
$E_{30}$ vs 30 $E_1$	0,64	0,67	0,11	0,32	0,48	0,13	0,39

La teneur moyenne en N-NH<sub>4</sub> des échantillons composites formés de 30 prélèvements semble légèrement inférieure (8,0 g/kg) à la valeur moyenne de référence des 30 échantillons simples

(8,6 g/kg), mais cette différence n'est pas statistiquement significative (prob t > 0,05). À l'inverse, la teneur en N total des échantillons composites formés de 30 prélèvements semble supérieure aux teneurs moyennes des échantillons simples. La perte d'azote ammoniacal dans les échantillons composites pourrait être reliée au temps de confection des échantillons, mais la teneur en N total aurait aussi dû être affectée à la baisse, ce qui n'a pas été le cas, du moins dans la moyenne des 6 UE analysées. Cette perte d'azote ammoniacale liée à la confection des échantillons composites est donc peu probable, du moins dans le cadre de cette étude.

Des comparaisons ont également été réalisées à l'intérieur des UE, c'est-à-dire entre les 6 valeurs des échantillons composites E<sub>5</sub> formés de 5 prélèvements (correspondant à 6 volumes échantillonnés indépendamment) et les 6 valeurs moyennes obtenues à partir des 5 échantillons simples E<sub>1</sub> correspondant aux 6 mêmes volumes (Tableau 7). Les valeurs brutes pour les échantillons composites E<sub>5</sub> sont présentées à l'Annexe 5 tandis que les valeurs moyennes des échantillons simples E<sub>1</sub> sont présentées à l'Annexe 6. Peu de différences statistiquement significatives ont été détectées entre les échantillons composites E<sub>5</sub> et les 5 échantillons simples E<sub>1</sub> provenant des mêmes volumes échantillonnés, sauf pour les teneurs en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de l'UE 55 (prob t < 0,01) (avec des valeurs respectives de 51,7 et 49,8 g/kg en moyenne), les teneurs en CaO de l'UE 51 (prob t < 0,02) et les teneurs en MS de l'UE 55 (prob t < 0,05).

**Tableau 7 - Comparaison des teneurs des 6 échantillons E<sub>5</sub> aux 6 teneurs moyennes des échantillons simples E<sub>1</sub> prélevés dans les mêmes volumes à l'intérieure de chaque UE**

UE	MS	N	N-NH <sub>4</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO
	————— prob t —————						
50	0,38	0,80	0,85	0,21	0,19	0,64	0,27
51	0,55	0,97	0,71	0,77	0,80	0,02	0,64
52	0,27	0,35	0,37	0,07	0,06	0,31	0,07
53	0,73	0,73	0,92	0,84	0,64	0,80	0,61
54	0,84	0,62	0,08	0,50	0,98	0,72	0,73
55	0,05	0,42	0,24	0,01	0,19	0,61	0,21

En conclusion, la formation d'échantillons composites durant cette campagne d'échantillonnage n'a pas semblé affecter la représentativité ou la qualité des échantillons de façon significative, du moins pour la majorité des échantillons analysés et des paramètres suivis. Quelques différences statistiques ont été rapportées dans des cas particuliers, plus souvent liées aux échantillons composites formés de 5 prélèvements, mais peu de différences liées à des pertes en azote ammoniacal ou total ont été détectées.

### 3.6 Variabilité de la MVA et nombre minimal de pesées à effectuer

Le Tableau 8 rapporte quelques données relatives à l'estimation de la masse volumique apparente (MVA) des effluents à l'étude ainsi que le nombre minimal de pesées requis, tel qu'établi par l'équation 1 (voir section 2.6) Un nombre variable de pesées a été réalisé par UE.

Pour cinq UE, la majeure partie du volume des effluents a servi à estimer la MVA, c'est-à-dire que presque chaque camion ou épandeur (7 à 60 m<sup>3</sup>) transportant le fumier a été pesé. Il existe donc des contraintes en termes de volume d'effluent pouvant servir à estimer la MVA, selon la

grosseur des équipements de transport utilisé. Par exemple, pour l'UE 52, un volume d'environ 66 m<sup>3</sup> d'effluents a été transporté avec un équipement de 22,5 m<sup>3</sup> rempli à différents niveaux de capacité, limitant ainsi le nombre de mesures possible à quatre.

**Tableau 8 - Principaux paramètres ayant servi à l'estimation de la moyenne et du CV de la masse volumique apparente (MVA) des effluents à l'étude.**

UE	Volume total estimé <sup>z</sup> m <sup>3</sup>	Volume total mesuré m <sup>3</sup>	Nombre de pesées réalisées	Masse moyenne Mg	Volume moyen m <sup>3</sup>	MVA		Nombre minimal de pesées <sup>y</sup>	MS %
						Moy. Mg/m <sup>3</sup>	CV %		
50	65	62	3	11,0	20,5	0,53	15	19	36,6
51	540	399	8	31,0	49,9	0,62	9	3	66,6
52	74	66	4	9,3	16,6	0,56	3	1	74,1
53	478	415	49	8,3	8,5	0,98	8	2	23,8
54	271	17	14	0,4	1,2	0,30	29	26	70,4
55	151	128	11	4,4	11,6	0,38	8	2	79,8

<sup>z</sup> Volume total d'effluent estimé à partir de l'inventaire moyen périodique et des volumes produits par tête par jour publiés dans le *projet de caractérisation*.

<sup>y</sup> Nombre minimal de pesées requis, estimé avec l'équation 1, pour obtenir une masse volumique apparente (MVA) moyenne avec une erreur relative inférieure à 10% dans 90% des cas.

En cours de projet, il s'est donc avéré que dans certains élevages le nombre de chargements disponibles était plutôt restreint (UE 50 et 52). Alors des pesées de chargeur frontal (1,2 m<sup>3</sup>) ont été utilisées dans l'UE 54 pour essayer ce type de chargement et ainsi augmenter le nombre de mesures disponibles. Comme conséquence, la précision sur la pesée ou le volume semble en avoir été affectée, car le CV de la MVA était beaucoup plus important. La pesée d'un chargeur frontal ne semble pas permettre d'obtenir une précision intéressante, probablement en raison des volumes plus variables obtenus pour chaque chargement ou de l'erreur associée à la mesure d'une faible masse d'effluent par rapport à celle du chargeur.

Pour 4 des 6 UE, moins de 3 pesées auraient suffi pour estimer la MVA des effluents solides, avec moins de 10% d'erreur dans 90% des cas. Pour les 2 autres UE (50 et 54), la variation de la MVA était telle qu'il aurait fallu peser plus de 26 et 19 chargements respectivement pour obtenir un estimé avec la même précision recherchée. Il est à noter cependant que la MVA de l'UE 50 n'a été déterminée qu'avec 3 pesées et que le deuxième chargement était plus humide (à cause de la fuite d'eau).

Mis à part les UE 50 et 54 qui demeurent des cas particuliers d'hétérogénéité ou de volume inadéquat ou trop faible, l'estimation de la MVA moyenne des fientes et des fumiers de poulettes et de poules pondeuses devrait être réalisable à l'intérieur des limites de précision souhaitées avec un nombre minimal de chargements de camion ou d'épandeur pesés, soit inférieur à 5. Toutefois, des précautions devraient être prises pour s'assurer de bien estimer le volume de ces chargements au moment de la pesée soit en nivelant la crête de l'amas dans les chargements pesés et en estimant plus précisément la hauteur de ces chargements. Idéalement, le volume de chaque chargement pesé devrait être estimé avec le plus de précision possible,

afin de réduire l'erreur sur cette mesure. De même, la masse chargée devrait être suffisamment importante en hauteur pour reproduire le tassement des fumiers dans l'épandeur.

Il existe une relation inverse entre la teneur en matière sèche de ces effluents et leur masse volumique apparente (Figure 4). Les UE pour lesquelles la MVA était plus constante permettent d'estimer cette relation ( $MVA = 1,23 - 0,0097 \times MS$ ). Ainsi, des fientes humides à 20% de MS auraient une MVA avoisinant  $1,04 \text{ Mg/m}^3$ , alors que des fumiers plus secs à 80% de MS auraient une MVA avoisinant  $0,45 \text{ Mg/m}^3$ . Parmi les observations, l'UE 55 avait toutefois une MVA légèrement inférieure à cette estimation ( $0,38 \text{ Mg/m}^3$ ) pour une teneur en MS de 80%. Cette relation comporte donc une certaine marge d'erreur et devrait uniquement servir à valider des mesures prises à la ferme.

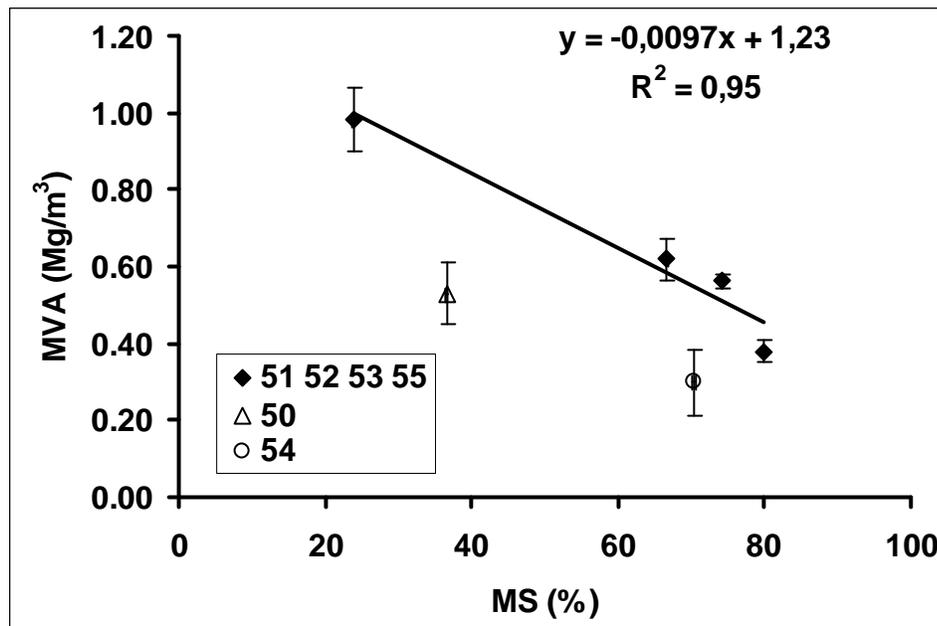


Figure 4 - Relation inverse entre la teneur en matière sèche (MS) et la masse volumique apparente des effluents de poulettes et de poules pondeuses. Seules les UE présentant la plus petite variation sur leur MVA (UE 51, 52, 53 et 55) ont été retenues pour la régression.

#### 4 CONCLUSION

Il ressort de cette étude plusieurs constats et plusieurs recommandations présentés ci-après.

##### Représentativité des UE

Les fientes de poulettes et de poules pondeuses échantillonnées dans le cadre de ces essais étaient représentatives d'effluents hétérogènes du *projet de caractérisation*, même s'ils ne représentaient pas les cas les plus extrêmes. Toutefois, les échantillons de fumiers (élevages sur litière), comme autres UE de fumier de la campagne précédente, ne représentaient pas des cas extrêmes de variabilité. À l'autre extrême, les fientes séchées présentaient davantage de variabilité comme les cas les plus extrêmes rapportés dans le *projet de caractérisation*. L'UE 50 dont les effluents ont été inondés en partie représentait aussi un défi plus important pour obtenir des estimés avec la fiabilité escomptée au départ.

### **Évolution de la composition des effluents au cours de la période d'échantillonnage**

À une exception près (UE 50, fientes humides de poulettes), aucune évolution majeure de la composition des échantillons simples prélevés au cours de la vidange n'a été notée, soit au niveau de leurs teneurs en MS ou en cendres. La reprise semble donc se réaliser de façon aléatoire dans les différentes parties de ces amas d'effluents solides. Il n'y a donc pas lieu d'élaborer une stratégie d'échantillonnage comprenant plusieurs échantillons composites.

Dans le cas de l'UE 50, l'évolution non aléatoire de la teneur en MS des échantillons simples au cours de la reprise serait due à une inondation d'une partie des fientes. Cependant, pour s'assurer d'une bonne représentativité de l'échantillon composite dans le cas d'une variation systématique éventuelle, il serait souhaitable de répartir uniformément les prélèvements au cours de la vidange des effluents.

### **Représentativité des échantillons composites**

La composition de l'échantillon ne semble pas non plus avoir été affectée par le temps ou le processus d'échantillonnage, puisque les valeurs moyennes issues des échantillons simples sont très peu différentes de celles provenant des échantillons composites, sauf pour la teneur moyenne en MS des échantillons composites formés de 5 prélèvements qui semble légèrement inférieure à la valeur référence. Peu de différences statistiques liées à des pertes en azote ammoniacal ou total n'ont été détectées ou semblent suivre une logique. Ainsi, si certains échantillons composites semblent avoir des teneurs inférieures en N ammoniacal, cette forme d'azote n'aurait pas été perdue, puisque les teneurs en N total ne sont pas différentes. Rappelons que l'analyse de la teneur en N ammoniacal semblerait moins fiable par rapport aux autres paramètres.

### **Nombre de prélèvements nécessaires pour constituer un échantillon représentatif**

Pour la moitié des UE échantillonnées (UE 52, 53 et 55) et pour tous les paramètres à l'étude (sauf N-NH<sub>4</sub>), 15 prélèvements auraient été suffisants pour former un seul échantillon composite représentatif et obtenir des valeurs fiables avec moins de 10% d'erreur dans 90% des cas. Pour deux UE (UE 51 et 54), la précision escomptée (10% d'erreur relative dans 90% des cas) n'aurait pas été atteinte pour certains paramètres : P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et MgO pour l'UE 54 et CaO pour l'UE 51.

En acceptant toutefois que les teneurs en MS, N, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, K<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, MgO et CaO soient estimées avec une erreur relative de 15% dans 90% des cas, toutes les UE à l'étude auraient pu être caractérisées avec un seul échantillon composite formé de 15 prélèvements.

### **Nombre minimal de pesées pour estimer la masse volumique apparente**

Pour 4 des 6 UE, la MVA moyenne des effluents a pu être estimée, avec une erreur relative inférieure à 10% dans 90% des cas tel que souhaité, grâce à moins de 5 pesées et mesures du volume des chargements. Pour les deux autres UE, ce nombre n'a pu être établi. Pour l'UE 50, le matériel était soit beaucoup plus hétérogène, tandis que le nombre de pesées possible (3) était insuffisant. Pour l'UE 54, l'erreur sur la masse du chargement d'un chargeur devait être trop importante, ou le volume de chargement était insuffisant ou mal pris en compte. Cinq pesées seraient donc suffisantes pour la plupart des cas, à la condition d'obtenir la précision nécessaire sur la masse de l'effluents par rapport à celui de l'équipement de transport et de bien contrôler ou mesurer les volumes.

## Recommandations

### **Échantillonnage**

Afin de s'assurer que chaque prélèvement soit représentatif du volume d'effluent à gérer, le responsable de l'échantillonnage devrait vérifier si :

- Le matériel prélevé dans l'amas avec la pelle mécanique du chargeur frontal est représentatif du volume d'effluent ou d'au moins un quinzième de ce volume si le matériel semble hétérogène.
- Le prélèvement réalisé à la truelle dans la pelle mécanique représente bien l'ensemble de ce matériel et s'il y a lieu, de brasser ce matériel avant d'en prélever un échantillon.

Même si la majorité des effluents solides échantillonnés dans le cadre ce projet n'ont pas semblé démontrer de variation systématique au cours de la reprise, par précaution, il est suggéré de répartir les prélèvements tout au long de la reprise, afin de s'assurer d'une bonne représentativité de l'échantillonnage.

Dans certains cas particuliers, comme par exemple les effluents de l'UE 50, il pourrait être nécessaire de recommander certaines pratiques plus exigeantes, particulièrement lorsque le matériel semble *a priori* plus hétérogène :

- Si les parties hétérogènes représentent des volumes importants qui d'année en année sont identifiables et gérables, il serait recommandé de faire analyser plus d'un seul échantillon composite afin de connaître la valeur fertilisante de ces différents volumes.
- Si ces parties hétérogènes sont difficilement gérables de façon indépendante, il faudrait brasser ou mélanger davantage le matériel avant de le transborder et de l'échantillonner afin d'obtenir un matériel plus homogène et plus facile à caractériser. Une augmentation du nombre de prélèvements permettrait de mieux estimer les teneurs moyennes du volume d'effluent, sans toutefois améliorer l'uniformité de la valeur fertilisante de l'effluent.

L'analyse de plus d'un échantillon composite ne permet pas d'obtenir un meilleur estimé de la moyenne si ces échantillons sont composés du même nombre de prélèvements au total. En revanche, il peut être avantageux de faire analyser plus d'un échantillon si des parties de l'amas sont gérées de façon indépendante, tel que mentionné précédemment. Ces analyses peuvent ne pas être disponibles pour le chantier en cours, mais pourraient s'avérer utiles pour les chantiers futurs, si les mêmes conditions se répètent.

### **Teneur en azote ammoniacal**

La variabilité de la teneur en N ammoniacal de tous les échantillons à l'étude ne permet pas d'obtenir une estimé fiable à l'intérieur de la précision escomptée, sauf pour une UE (52). L'analyse de cet élément devrait donc être interprétée avec précaution. La disponibilité de l'azote pour la fertilisation des cultures devrait se baser sur une autre forme de N analysée plus fiable ou sur des essais au champ en comparaison avec des engrais minéraux.

### **Estimation de la masse volumique apparente**

Outre les consignes proposées à l'annexe 3 pour la mesure de la MVA, il serait souhaitable, pour estimer la MVA de façon satisfaisante, de respecter les critères suivants :

- Un volume suffisamment important d'effluent qui se rapproche de celui d'un épandeur ( $> 7 \text{ m}^3$ ) pour bien représenter les conditions de tassement et la véritable MVA du matériel au moment de l'épandage.
- Une précision suffisante sur la masse d'effluents mesurée. Par exemple, une balance de camion pourrait s'avérer imprécise pour mesurer des petits volumes d'effluents dans une pelle de chargeur.
- Un nombre suffisant (minimum de 5) de chargements en prévoyant le volume total d'effluent à gérer et le volume des équipements de transport
- Une précision aussi importante pour l'estimation du volume que pour la masse. Cela suppose notamment d'aplanir la surface du tas de fientes ou de fumier dans le véhicule de transport et de mesurer la hauteur réelle du chargement pour les cinq voyages nécessaires à l'estimation de la MVA.

## **5 RÉFÉRENCES**

- Nolin, M.C. et M.J. Cailler. 1992. La variabilité des sols. II Quantification et amplitude. *Agrosol* (5) : 21-32.
- Seydoux, S., D. Côté, M. Grenier, et M.O. Gasser. 2006. Caractérisation des volumes et des concentrations en éléments fertilisants des effluents d'élevage de poulettes et de poules pondeuses. Rapport de recherche de l'IRDA. 41 p.
- Dou, Z., D.T. Galligan, R.D. Allhouse, J.D. Toth, C.F. Ramberg Jr. et J.D. Ferguson. 2001. Manure Sampling For Nutrient Analysis, Variability and Sampling Efficacy, *Journal of Environmental Quality*, 30:1432-1437.

## 6 ANNEXES

### Annexe 1 - Estimation du nombre d'échantillons requis à partir de la variabilité intra-UE

En tenant compte de la variabilité intra-UE moyenne d'un paramètre donné (moyenne des CV associés à la moyenne des 6 échantillons de chaque UE), il est possible d'estimer le nombre d'échantillons à prélever selon 2 niveaux d'erreur et 2 niveaux de confiance (Tableau 1).

Ce tableau révèle que, pour les **fumiers** de poulettes et de poules pondeuses, 1 seul échantillon suffirait à estimer la TMP en MS et celle, sur base sèche, en N, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, K<sub>2</sub>O et Mg, si l'on accepte des niveaux de 15% d'erreur et de confiance. Pour des niveaux de 10%, 1 à 5 échantillons sont nécessaires selon les paramètres pour estimer la TMP.

Pour estimer les teneurs des **fientes** de poulettes ou de poules pondeuses avec 3 échantillons au plus, il faudra accepter que la moyenne obtenue puisse être à plus de 15% d'écart (niveau d'erreur) de la vraie TMP dans 15% des cas (niveau de confiance).

Tableau 1 - Variabilité moyenne (CV %) des UE caractérisées par 6 échantillons (1a) et estimation du nombre d'échantillons à prélever pour respecter 2 niveaux d'erreur et de confiance (1b et 1c)

<b>1a. Variabilité moyenne (CV moyens, en %) des UE du projet de caractérisation caractérisées à l'aide de 6 échantillons</b>											
Type d'effluent		MVA	MS	N total	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	Mg	N total	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	Mg
		Mg/m <sup>3</sup>	(%)	g/kg sur BS				g/kg sur BH			
<b>POULETTES</b>											
Fientes	(11 UE)	9	12	12	12	10	10	16	14	16	15
Fumier	(13 UE)	11	4	7	6	5	5	9	8	6	7
<b>POULES PONDEUSES</b>											
Fientes	(9 UE)	12	12	11	10	9	9	14	14	11	13
Fumier	(8 UE)	9	4	7	11	9	9	7	8	7	7
<b>1b. Nombre d'échantillons nécessaires pour obtenir un estimé de la moyenne des paramètres avec moins de 10% d'erreur relative sous un seuil de probabilité de 90%</b>											
<b>POULETTES</b>											
Fientes	(11 UE)	3	6	6	6	4	4	10	8	10	9
Fumier	(13 UE)	5	1	2	2	1	1	3	2	2	2
<b>POULES PONDEUSES</b>											
Fientes	(9 UE)	6	6	5	4	3	3	8	8	5	7
Fumier	(8 UE)	3	1	2	5	3	4	2	3	2	2
<b>1c. Nombre d'échantillons nécessaires pour obtenir un estimé de la moyenne des paramètres avec moins de 15% d'erreur relative sous un seuil de probabilité de 85%</b>											
<b>POULETTES</b>											
Fientes	(11 UE)	1	2	2	2	1	1	3	3	3	3
Fumier	(13 UE)	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1
<b>POULES PONDEUSES</b>											
Fientes	(9 UE)	2	2	2	1	1	1	3	3	2	2
Fumier	(8 UE)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

**Annexe 2 - UE du projet de caractérisation dont la variation de la teneur en matière sèche entre échantillons composites varie le plus (CV > 10%)**

Pour chaque catégorie, l'UE choisie devait présenter *a priori* le plus de variabilité possible. Le tableau ci-après rassemble les UE (caractérisées en 2000-2003) dont le niveau de matière sèche varie le plus (variabilité entre les 6 échantillons composites supérieure à 10%). Les UE en gras sont celles qui ont la plus grande variabilité entre les échantillons composites pour plusieurs paramètres à la fois (MS, N, NH<sub>4</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>).

	Code UE, Teneur moyenne en MS (%) (CV en% entre les 6 échantillons composites)		
	Fientes non séchées	Fientes séchées (air forcé/tapis)	Fumier
Poulettes	30-1x : 39% (21) <b>37-1</b> : 44% (15) <b>37-2</b> : 29% (22)	26-1 : 48% (13) 26-2 : 51% (19) 46-1 : 51% (17) <b>38-1</b> : 69% (13) <b>38-2</b> : 55% (16)	11-1 : 73% ( 4) 11-2 : 67% (18) 29-1 : 67% (11) 29-2 : 87% ( 1)
Poules pondeuses	13-1 : 25%(13) 13-2 : 29% (3)	<b>45-1</b> : 66% (19) <b>45-2</b> : 71% (9) 22-2x : 70% (23) *	CV < 8% pour tous les fumiers de poules pondeuses

\* et plusieurs autres UE avec des CV autour de 12%

### Annexe 3 - Protocole de mesures pour la masse volumique apparente (MVA) des effluents d'élevage solides

1. Identifier le (ou les) véhicule (s) utilisé(s) pour le transport des effluents solides (fientes ou fumier) évacués de la ferme (plate-forme d'entreposage ou plancher d'élevage).
2. Établir la capacité de transport (volume en m<sup>3</sup>) de chaque véhicule (camion ou épandeur).
3. Peser (avec une balance à essieux ou à camion) chaque véhicule de transport *vide*.
4. Remplir le véhicule et essayer de préciser le volume du chargement en estimant la hauteur moyenne du volume d'effluent chargé ou en aplanissant la crête du chargement et en mesurant la véritable hauteur.
5. Peser (avec une balance à essieux ou à camion) le véhicule de transport *plein*.
6. Calculer la masse volumique apparente (MVA) de l'engrais de ferme pour chaque voyage.

$$\text{Masse volumique apparente} = \frac{(M_{\text{plein}} - M_{\text{vide}})}{\text{Volume}}$$

7. Répéter l'exercice cinq (5) fois et calculer la moyenne, l'écart type et le coefficient de variation (CV) des MVA obtenues. Le CV est égal à l'écart type divisé par la moyenne. Si avec 5 mesures, ce CV est inférieur à 10%, vous avez estimé la MVA avec la précision souhaitée, soit avec une erreur relative inférieure à 10% dans une probabilité de plus de 90%. Si ce CV est plus près de 15%, il faudrait augmenter le nombre de mesures à 10. Si ce CV est plus près de 20%, il faudrait augmenter le nombre de mesures à 18.

#### Remarque importante :

La masse volumique apparente établie pour chaque amas d'effluents d'élevage solides (fientes ou fumier) est valable d'une année à l'autre en autant qu'aucun changement majeur ne survienne dans le mode de gestion de l'élevage ou des déjections. Les facteurs susceptibles d'affecter notablement la masse volumique sont par exemple : un changement de système de séchage (ou un bris du système en usage), un nouveau type de litière, un changement majeur d'alimentation.

## Annexe 4 - Résultats de l'évaluation du nombre d'échantillons à prélever selon la méthode *bootstrap*

Les tableaux suivants présentent les pourcentages des moyennes issues de 10 000 rééchantillonnages indépendants de taille  $n$  et situées dans les limites de  $\pm 5$ , 10 et 15% de la moyenne des 30 échantillons originaux.

### UE 50 (Plt, $Fi_h$ )

#### Teneur en MS

n	Pourcentage des moyennes		
	limite 5%	limite 10%	limite 15%
10	37	65	84
<b>15</b>	42	74	<b>91</b>
20	47	81	
25	54	86	
26	54	87	
27	56	88	
28	56	89	
29	57	88	
<b>30</b>	58	<b>90</b>	
31	59		
32	60		
33	60		
34	60		
50	70		

#### Teneur en $P_2O_5$ sur base sèche

n	Pourcentage des moyennes		
	limite 5%	limite 10%	limite 15%
<b>4</b>	50	84	<b>97</b>
5	56	88	
6	60	91	
7	64	93	
<b>8</b>	66	<b>95</b>	

### UE 51 (Plt, $Fi_s$ )

#### Teneur en MS

n	Pourcentage des moyennes		
	limite 5%	limite 10%	limite 15%
6	43	75	92
7	46	80	94
<b>8</b>	50	82	<b>96</b>
9	52	85	
10	54	87	
11	57	89	
12	59	90	
13	60	91	
14	63	93	
<b>15</b>	65	<b>94</b>	

#### Teneur en $P_2O_5$ sur base sèche

n	Pourcentage des moyennes		
	limite 5%	limite 10%	limite 15%
<b>5</b>	55	84	<b>96</b>
6	57	87	
7	60	90	
8	63	93	
9	66	94	
<b>10</b>	69	<b>95</b>	
11	70		

### UE 54 (Ppd, $Fi_s$ )

#### Teneur en $P_2O_5$ sur base sèche

n	Pourcentage des moyennes		
	limite 5%	limite 10%	limite 15%
11	46	79	94
<b>13</b>	50	83	<b>96</b>
15	53	86	
<b>18</b>	58	<b>90</b>	
19	59	91	
20	61	92	

**Annexe 5 - Valeurs brutes des échantillons composites E<sub>5</sub>**

	UE	Strate	MS	N	N-NH <sub>4</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	
			%	g/kg MS						
Plt	Fih	50	A	39,4	40,4	8,3	92,1	72,4	88,3	19,6
			B	34,2	45,2	11,3	81,1	66,4	83,1	16,7
			C	30,9	48,7	15,8	76,4	63,6	90,7	15,6
			D	27,1	51,0	18,5	83,4	59,1	98,4	18,1
			E	32,3	55,7	14,6	85,0	73,2	83,4	19,0
			F	37,3	50,1	8,1	77,5	68,5	79,3	17,3
	Fis	51	A	71,0	71,3	2,9	46,7	26,2	92,9	13,5
			B	63,8	84,5	7,0	55,4	33,6	74,8	18,1
			C	78,0	70,8	5,7	43,9	29,2	71,3	12,3
			D	46,2	85,0	21,5	61,1	37,5	84,9	16,5
			E	64,7	63,7	13,2	42,9	27,1	51,4	12,1
			F	70,4	66,3	8,1	54,0	32,2	59,9	13,6
Fu	52	A	75,0	43,6	3,5	50,8	30,2	86,8	10,5	
		B	71,7	48,3	3,9	53,6	31,8	93,9	11,5	
		C	75,5	47,4	3,3	53,1	32,6	104,2	11,2	
		D	74,2	46,7	3,5	54,3	31,0	108,7	10,9	
		E	73,8	46,8	3,6	60,8	32,7	129,9	12,1	
		F	63,1	51,7	4,7	59,9	32,1	109,6	12,1	
Ppd	Fih	53	A	21,6	68,3	18,8	77,2	38,9	128,0	14,4
			B	27,6	58,6	9,8	71,4	35,1	157,1	13,4
			C	24,6	62,9	13,4	72,3	33,9	159,5	14,2
			D	24,0	69,6	11,1	67,7	45,2	159,6	13,2
			E	22,9	62,3	14,9	78,1	30,2	140,9	14,6
			F	23,4	65,6	13,1	72,6	37,8	133,9	14,7
	Fis	54	A	77,3	51,8	4,8	77,7	35,4	117,5	15,5
			B	66,5	38,8	8,9	56,9	27,2	166,7	12,7
			C	75,3	44,1	4,2	72,6	32,5	189,4	15,7
			D	81,9	52,4	4,2	63,0	25,7	180,6	13,4
			E	61,9	56,0	10,2	68,4	30,7	188,0	13,4
			F	55,9	39,4	6,8	82,5	39,3	185,3	17,8
Fu	55	A	74,9	34,4	3,4	53,7	35,2	141,6	10,1	
		B	76,4	36,1	2,3	54,9	35,9	164,0	10,6	
		C	79,4	39,4	2,9	55,3	32,1	135,5	10,2	
		D	80,3	44,1	3,1	50,2	28,9	121,7	9,3	
		E	82,0	45,2	2,9	48,6	29,3	110,6	9,5	
		F	80,6	41,9	3,1	47,7	27,2	147,2	9,6	

**Annexe 6 - Valeurs moyennes des 5 échantillons simples E<sub>1</sub>**

	UE	Strate	MS	N	N-NH <sub>4</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	
			%	g/kg MS						
Plt	Fi <sub>h</sub>	50	A	35,1	43,1	10,5	86,8	73,7	96,0	19,0
			B	35,1	44,3	11,1	83,7	62,9	102,8	16,9
			C	29,2	51,5	17,5	76,4	64,7	83,2	16,1
			D	24,8	51,9	18,4	84,0	59,9	88,9	18,3
			E	45,1	53,1	12,4	69,9	62,7	72,7	15,4
			F	50,1	45,2	7,6	72,2	60,3	96,6	15,9
	Fi <sub>s</sub>	51	A	70,4	68,9	3,0	46,7	26,9	88,4	12,6
			B	62,7	83,1	18,1	57,8	34,5	68,7	17,1
			C	76,2	71,4	5,2	46,7	30,6	59,7	15,2
			D	54,3	74,6	19,0	55,5	32,9	77,4	15,0
			E	66,3	70,4	9,7	47,8	28,9	53,2	14,3
			F	70,0	73,8	8,2	52,5	33,5	52,9	14,2
Fu	52	A	75,0	46,1	3,5	48,9	29,9	89,5	10,2	
		B	75,3	46,4	3,3	48,2	29,5	90,4	10,4	
		C	72,9	48,0	3,8	53,0	31,7	107,3	11,0	
		D	74,5	49,4	3,5	55,0	31,3	104,9	11,1	
		E	75,6	48,8	3,4	57,1	30,9	104,0	11,4	
		F	71,4	50,7	3,7	57,8	31,5	107,5	11,6	
Ppd	Fi <sub>h</sub>	53	A	22,7	65,8	17,5	68,8	37,0	130,7	13,3
			B	24,7	62,7	12,0	71,4	36,1	144,2	13,7
			C	24,2	62,4	13,9	73,1	35,3	160,8	14,7
			D	24,1	66,9	13,3	69,6	41,0	153,2	13,2
			E	23,9	63,0	13,0	77,9	30,5	172,0	15,2
			F	23,3	69,1	11,9	76,4	38,6	128,4	15,4
	Fi <sub>s</sub>	54	A	71,5	50,2	6,4	77,7	35,0	160,7	15,7
			B	63,6	46,7	10,5	68,3	33,8	151,1	14,9
			C	72,5	45,5	8,9	66,3	30,4	175,6	14,0
			D	80,2	51,4	5,5	61,6	26,9	178,6	13,2
			E	73,3	52,8	9,8	58,4	28,5	190,5	12,6
			F	61,3	40,8	7,2	75,1	36,1	191,2	16,7
Fu	55	A	75,8	33,4	3,2	50,6	33,3	139,4	9,7	
		B	77,8	35,9	2,4	52,4	34,2	147,1	9,9	
		C	79,1	40,0	2,7	55,5	33,7	152,0	10,4	
		D	81,0	46,8	3,1	48,6	27,8	122,2	9,1	
		E	82,5	45,6	3,0	46,5	27,9	122,1	9,1	
		F	82,9	42,2	2,9	45,2	26,8	113,1	9,8	