

Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales Cahier 2 – Échantillonnage des rejets liquides

Mise à jour de la section 4

Cet addenda vise la section 4 du Cahier 2. Des précisions sont apportées au mode d'échantillonnage des eaux, qui peut être de type instantané ou composite, selon qu'il s'agit de réaliser des analyses physicochimiques ou des essais de toxicité.

Une introduction est ajoutée à la section 4 et des modifications sont apportées aux introductions des sections 4.1 et 4.2.

À noter que la section 4.1.3, « Échantillonnage pour les tests de toxicité aquatique », est éliminée, et la section 4.3, « Échantillonnage pour la réalisation des essais de toxicité », est ajoutée.

Les modifications et les ajouts apportés à la section 4 apparaissent en bleu ci-dessous.

4. TYPES ET MÉTHODES D'ÉCHANTILLONNAGE

Le prélèvement d'un échantillon peut être effectué de façon instantanée ou composite. Le type d'échantillonnage retenu doit prendre en considération les objectifs du projet et les caractéristiques de l'eau échantillonnée. Le prélèvement d'un échantillon, qu'il soit instantané ou composite, peut se faire manuellement ou à l'aide d'un échantillonneur automatique.

4.1 Échantillonnage de type instantané

Les échantillons instantanés sont prélevés en une seule prise, dans un intervalle de temps généralement inférieur à 15 minutes. Les échantillons instantanés sont principalement utilisés lorsque la qualité d'un effluent est très stable et lorsqu'on veut :

- échantillonner un liquide dont la concentration des divers contaminants qu'il comporte n'est pas appelée à varier dans le temps (par exemple, une solution maintenue en circuit fermé ou un effluent de qualité peu variable en raison du long temps de rétention du système de traitement);
- évaluer la qualité d'un effluent à un instant donné;
- déterminer les variations temporelles des concentrations des contaminants au cours d'une période donnée; il est alors nécessaire de prélever plusieurs échantillons instantanés;
- comparer les résultats des analyses physicochimiques à ceux des essais de toxicité si ces analyses ont été réalisées sur des échantillons instantanés;
- analyser des paramètres qui risquent d'être altérés rapidement au moment d'un échantillonnage de type composite.

Le prélèvement d'échantillons instantanés se fait habituellement par la méthode manuelle. Cette méthode nécessite peu d'équipement. Les échantillons sont prélevés par immersion d'un contenant dans l'effluent à échantillonner. L'ouverture du contenant doit être face au courant de l'effluent et sous la surface du liquide. Il faut maintenir le contenant par l'autre extrémité de façon à garder les mains aussi loin que possible de l'ouverture (porter des gants si nécessaire). Le contenant peut également être fixé à une tige d'échantillonnage ou à un instrument autre pour faciliter le prélèvement lorsque l'effluent est difficile d'accès.

Il est également possible de prélever un échantillon instantané par l'intermédiaire d'un échantillonneur automatique. L'échantillon est aspiré par l'appareil directement dans les bouteilles qui seront expédiées au laboratoire. L'échantillonneur utilisé doit être conforme aux exigences qui sont énoncées à la section 5.

Le volume de prélèvement minimal suggéré pour un échantillon instantané est d'environ un litre, peu importe le volume requis pour l'analyse au laboratoire, et ce, afin d'avoir un volume d'échantillon représentatif du rejet. Par exemple, si un contenant de 250 ml doit être expédié au laboratoire, il est recommandé de prélever tout de même un volume d'environ un litre à l'aide d'un contenant intermédiaire (bêcher, etc.). L'échantillon peut être prélevé dans la bouteille fournie par le laboratoire seulement si son volume est d'environ un litre et si le contenant ne contient pas d'agent de conservation. Dans les autres cas, pour les analyses chimiques, il faut utiliser un contenant intermédiaire. Il est important de ne jamais rincer les contenants qui sont expédiés au laboratoire. Certains produits d'intérêt pourraient être adsorbés sur la paroi. Des contenants intermédiaires doivent être prévus pour chaque point d'échantillonnage, sans quoi il faut les laver à chaque utilisation (voir le *Cahier 1 - Généralités, du Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales*¹). La surface des contenants intermédiaires qui est en contact avec les échantillons doit respecter les critères énoncés à la section 5.1.

On prélève des échantillons instantanés lorsque les paramètres à analyser peuvent être **rapidement** altérés tels que le pH, le chlore résiduel libre, combiné ou total, les paramètres microbiologiques, les composés organiques volatils, les sulfites, les sulfures et les cyanures. Certaines précautions particulières concernant l'échantillonnage de quelques-unes de ces substances sont indiquées aux sections suivantes.

4.1.1 Échantillonnage pour l'analyse des composés organiques volatils

Il faut obligatoirement utiliser la méthode d'échantillonnage instantanée lorsque des analyses de composés organiques volatils sont effectuées. L'échantillon peut être prélevé à l'aide d'un contenant intermédiaire ou à partir du tube d'un échantillonneur automatique. Il est important de respecter les exigences décrites à la section 5.1 en ce qui a trait aux surfaces en contact avec les échantillons.

L'échantillon doit être aussitôt transvidé dans une fiole spéciale en verre à bouchon vissé et muni d'une membrane d'étanchéité de silicone enduite de téflon. Le côté en téflon doit être en contact avec l'échantillon. Les fioles sont fournies par le laboratoire qui effectuera les analyses. La fiole doit être remplie à ras bord et bouchée de façon à ne pas y introduire d'air ou de bulles d'air. Si le rejet liquide contient du chlore (résiduel), il faut le neutraliser par addition de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$). Ce sel doit être placé dans la fiole par le laboratoire. Il faut agiter la fiole à plusieurs reprises en l'inversant lorsqu'on lui a ajouté l'échantillon. Dix milligrammes de ce sel par fiole (40 ml) neutralisent environ 5 mg/l de chlore.

4.1.2 Échantillonnage pour les analyses microbiologiques

Seuls les échantillons instantanés peuvent être soumis aux analyses microbiologiques. Aucun contenant intermédiaire ne doit être utilisé. Les contenants sont fournis par le laboratoire qui effectuera les analyses et sont prétraités, tel qu'il est décrit au *Cahier 1 - Généralités*, du *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales*¹. Les contenants ne doivent pas être rincés avec l'effluent avant de les remplir. Il faut obligatoirement laisser un espace d'environ 2,5 cm entre l'échantillon et le bouchon du contenant. Il est également important de respecter les courts délais d'analyse généralement requis pour les analyses microbiologiques.

4.1.3 Échantillonnage pour les analyses chimiques des sulfures et cyanures

Dans le cas d'un échantillon instantané destiné à l'analyse des sulfures, il faut prélever l'échantillon dans une bouteille de plastique de 250 ml contenant 0,5 ml d'acétate de zinc comme agent de conservation. Une bouteille à petit goulot est préférable. On ajoute 1 ml ou plus de NaOH 10 N à l'échantillon de façon à porter le pH à > 12 . Il faut veiller à remplir complètement la bouteille pour éviter le contact avec l'air et à conserver l'échantillon dans un environnement avoisinant 4 °C jusqu'à l'analyse, qui doit être effectuée dans un délai maximal de 28 jours. Il est également possible de faire trois prélèvements sur une période de 24 heures dans des bouteilles différentes et de les conserver individuellement. Il faut alors faire parvenir au laboratoire les trois bouteilles avec la mention de les mélanger qu'au moment de l'analyse seulement : les bouteilles doivent rester fermées jusqu'au moment de l'analyse.

Dans le cas d'un échantillon instantané destiné à l'analyse des cyanures, prélever l'échantillon dans une bouteille de plastique, de téflon ou de verre de 500 ml. Ajouter par la suite du NaOH 10 N à l'échantillon de façon à porter le pH à > 12 et conserver à environ 4 °C jusqu'au moment de l'analyse, qui doit être effectuée dans un délai maximal de 14 jours. Il est possible de faire trois prélèvements sur une période de 24 heures en remplissant la bouteille au tiers, puis amener le pH à > 12 avec du NaOH 10 N et conserver à environ 4 °C. Prélever ensuite le second échantillon après 16 heures en remplissant la bouteille précédente jusqu'aux deux tiers et amener le pH à > 12 avec du NaOH 10 N. Procéder de la même façon pour le dernier tiers d'échantillon après 24 heures.

Le fascicule intitulé *Modes de conservation pour l'échantillonnage de rejets liquides (eaux usées)* (DR-09-04)⁴ disponible dans la section Web du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (www.ceaeq.gouv.qc.ca) présente, à titre indicatif, les autres paramètres généralement requis pour la caractérisation des rejets liquides.

4.2 Échantillonnage de type composite

Les échantillons composites sont prélevés lorsque les caractéristiques des eaux à échantillonner sont susceptibles de varier dans le temps. Les échantillons composites sont principalement utilisés lorsqu'on veut :

- évaluer la nature et la concentration des contaminants sur une période de temps définie en fonction des objectifs visés;

- évaluer la qualité moyenne d'un effluent (en fonction du temps ou du débit) durant la période retenue. La composition de l'échantillon se fait généralement sur une période de 24 heures;
- comparer les résultats des analyses physicochimiques à ceux des essais de toxicité si ces analyses ont été réalisées sur des échantillons composites.

Un échantillon composite est obtenu en combinant dans un même contenant des échantillons instantanés prélevés périodiquement en fonction du temps ou du débit en respectant l'égalité des proportions. Un échantillon composite peut se prélever automatiquement ou manuellement.

On obtient un échantillon composite en fonction du temps en prélevant des échantillons de même volume à intervalles de temps réguliers. On obtient des échantillons composites en fonction du débit en prélevant des échantillons proportionnellement au débit des eaux. Un échantillon composite couvre une période de temps définie en fonction des besoins (généralement de 24 heures).

Un prélèvement d'échantillons composites en fonction du débit s'effectue normalement en utilisant un échantillonneur automatique asservi à un débitmètre selon le principe de volume fixe, à intervalles de temps variables. L'échantillonneur doit être ajusté en fonction du débit pour obtenir un volume équivalent à au moins six prélèvements par heure. Pour atteindre cet objectif, il faut obtenir les renseignements nécessaires pour estimer le débit moyen journalier.

Un prélèvement d'échantillons composites en fonction du temps s'effectue généralement en utilisant un échantillonneur automatique qui prélève et combine des volumes égaux d'échantillons à des intervalles de temps égaux n'excédant normalement pas 10 minutes, soit au moins six échantillons par heure. Dans le cas où l'installation d'un échantillonneur automatique se révélerait difficile ou impossible (comme dans le cas de sites difficiles d'accès ou d'un effluent avec trop de matières solides qui risquent d'obstruer les pompes de l'échantillonneur automatique), des installations particulières peuvent être nécessaires.

Le choix de la méthode à utiliser dépend des objectifs du plan d'échantillonnage. Il peut s'avérer opportun d'utiliser la méthode en fonction du débit, mais en divisant, par exemple, la période de 24 heures en trois périodes de huit heures, lorsque les débits, la nature ou les effluents eux-mêmes sont variables. Le débit des effluents doit toujours être mesuré durant la période de prélèvement, peu importe la méthode utilisée, si le calcul de la charge polluante est nécessaire.

Le volume minimal de chacun des prélèvements pour former un échantillon composite est d'au moins 50 ml afin de s'assurer de la représentativité de l'échantillon prélevé. Dans tous les cas, le volume total prélevé ne doit pas être inférieur à 1,5 fois le volume nécessaire pour effectuer toutes les analyses.

4.2.1 Homogénéisation et fractionnement d'échantillons composites

Lorsqu'un échantillon composite est transvidé dans différents contenants pour être expédié au laboratoire, il faut l'agiter suffisamment pour assurer une homogénéité parfaite.

Le fractionnement adéquat de l'échantillon composite en sous-échantillons représente une étape cruciale pour s'assurer d'une meilleure représentativité des résultats de la caractérisation. Certains programmes de caractérisation antérieurs ont

démontré des lacunes importantes à cette étape. Les exigences en ce qui concerne la séparation de l'échantillon composite en sous-échantillons sont présentées ci-après :

- a. Le fractionnement doit se faire de préférence sur les lieux de prélèvement dans un endroit propre et aéré.
 - b. Les préleveurs doivent porter des gants en latex neufs ou l'équivalent pour chaque point d'échantillonnage. De plus, une pellicule de téflon doit recouvrir l'ouverture du contenant lors du brassage de l'échantillon.
 - c. La première étape consiste à aligner tous les contenants requis et à retirer leurs bouchons en prenant soin de les déposer sur une surface propre près de leur contenant respectif. Il ne faut pas mélanger les bouchons, car ceux-ci peuvent avoir été en contact avec un agent de conservation inadéquat en rapport avec l'analyse demandée sur le contenant. Il est préférable que les contenants et les bouchons soient préalablement identifiés.
 - d. Avant le début du fractionnement, le récipient renfermant l'échantillon composite doit être agité par inversion afin de défaire le dépôt qui a pu se former pendant la période de composition de l'échantillon composite.
 - e. Il est à noter qu'il est préférable d'avoir un contenant de volume de plus grande capacité que le volume requis d'échantillon composite, car un contenant rempli à ras bord rend plus difficile, voire impossible, l'homogénéisation adéquate de l'échantillon.
 - f. Pendant le fractionnement, le récipient doit être brassé à intervalles réguliers à l'aide d'un agitateur à mouvement de va-et-vient, d'un « berceau » ou manuellement. Il est important de s'assurer, dans tous les cas, que le brassage soit continu et non uniforme afin d'éviter de créer des mouvements de vortex ou de balancement de la masse d'eau.
 - g. Le transvasement de l'échantillon composite dans les contenants des échantillons peut se faire à l'aide d'un équipement intermédiaire. Il est possible d'utiliser un bécher en verre, un godet en acier inoxydable ou une tubulure de transvasement avec ou sans pompe. Il est entendu que l'équipement intermédiaire utilisé doit avoir été nettoyé au préalable selon le protocole de nettoyage requis (voir *Cahier 1 - Généralités*, du *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales*¹).
- L'utilisation d'une tubulure pour le transfert de l'échantillon composite dans les contenants des échantillons est considérée comme la méthode de transvasement permettant d'obtenir la meilleure homogénéisation. Cette technique permet de maintenir le brassage pendant toute la durée du transvasement. Si une pompe est utilisée de concert avec la tubulure de transvasement, les pièces en contact avec l'échantillon composite doivent être remplacées à chaque point d'échantillonnage ou lavées selon le protocole requis. Le lavage *in situ*, qui nécessite beaucoup de temps et de nombreuses manipulations, est à éviter. Le bout du tube de succion de la pompe doit être placé approximativement au centre de l'échantillon composite.

- Si on utilise un b cher ou un godet, celui-ci doit  tre de grosseur appropri e afin d' viter la s paration possible des constituants de l' chantillon composite lors du transvasement. Les  tapes de transvasement de l' chantillon composite au b cher et du b cher vers les contenants des  chantillons doivent  tre r alis es rapidement, car ces op rations exigent habituellement l'interruption du brassage.
- h. Le remplissage des contenants des  chantillons doit se faire de fa on s quentielle, c'est- -dire que chaque  chantillon doit  tre r alis  en alternance par le transvasement successif d'une fraction de son volume total. Il est primordial que le volume maximal de chaque transvasement n'exc de pas le tiers du volume total requis pour les sous- chantillons. C'est donc dire que chaque  chantillon ne pourra  tre compos  en moins de trois transvasements.

4.3  chantillonnage pour la r alisation des essais de toxicit 

Pour la r alisation des essais de toxicit  et pour l'analyse des param tres physicochimiques, le choix du type d' chantillonnage (instantan  ou composite) est fonction de l'objectif du projet et des caract ristiques de l'eau  chantillonn e. Il est recommand  d'utiliser le m me type d' chantillonnage pour les essais de toxicit  et pour les analyses physicochimiques. Les principaux crit res de s lection du type d' chantillonnage sont d crits aux sections 4.1 et 4.2.

Pour les essais de toxicit  l tale (toxicit  aigu ) et pour les essais de toxicit  sous-l tale (toxicit  chronique), le protocole d' chantillonnage d crit ci-dessous est utilis  :

Les  chantillons doivent  tre pr lev s dans des contenants   parois inertes, neufs ou ayant subi un lavage appropri  (voir le Cahier 1 « G n ralit s », du *Guide d' chantillonnage   des fins d'analyses environnementales*). Il est recommand  de :

- rincer une premi re fois le contenant (ou les sacs en poly thyl ne) avec l' chantillon;
- remplir le contenant jusqu'au bord, en laissant le minimum d'air entre le couvercle et l' chantillon;
- n'ajouter aucun agent de conservation   l' chantillon.

Au cours du pr l vement et de la manutention, les  chantillons doivent  tre prot g s du gel ou de la chaleur excessive. Dans la mesure du possible, les  chantillons doivent  tre conserv s dans un environnement avoisinant 4  C durant l' chantillonnage et le transport.

Il est essentiel que les  chantillons soient achemin s rapidement au laboratoire et analys s dans les plus brefs d lais. Les d lais de conservation, soit le temps entre le pr l vement de l' chantillon et le d but de l'analyse, sont de trois jours pour les essais de toxicit  sous-l tale et de cinq jours pour les essais de toxicit  l tale.

Les volumes d' chantillons sugg r s pour les essais de toxicit  aquatique sont indiqu s dans le fascicule « Modes de conservation pour l' chantillonnage de rejets liquides (eaux us es) ».

4.3.1 Particularité des essais de toxicité sous-létale nécessitant un renouvellement des solutions en cours d'essai (inhibition de la croissance avec la tête-de-boule et inhibition de la reproduction avec la cériodaphnie)

Si les eaux échantillonnées sont connues pour avoir une qualité variable, il est recommandé de prélever des échantillons frais de ces eaux à au moins trois reprises au cours de la période de l'essai, et ce, à un intervalle maximal de deux ou trois jours. Si les échantillons sont prélevés, par exemple, le lundi, le mercredi et le vendredi, le premier échantillon servira au démarrage de l'essai (jour 0) et pour les renouvellements aux jours 1 et 2; le deuxième servira aux renouvellements des solutions pour les jours 3 et 4; et le troisième servira aux renouvellements des solutions aux jours 5 et 6 (Environnement Canada, 2007; Environnement Canada, 2011).

Si la qualité des eaux est peu variable ou si des raisons techniques ou économiques ne permettent pas d'utiliser cette approche, qui requiert plusieurs prélèvements, un échantillon unique (composite ou instantané) peut être prélevé et utilisé pendant toute la durée de l'essai. L'échantillon doit être réparti dans trois contenants de volumes égaux. Cette répartition peut être faite par le préleveur ou par le laboratoire. Le premier sous-échantillon doit être utilisé au démarrage de l'essai (jour 0) et pour les renouvellements aux jours 1 et 2. Le deuxième sert aux renouvellements des solutions aux jours 3 et 4 et le troisième sert au renouvellement des solutions aux jours 5 et 6 (Environnement Canada, 2011; Environnement Canada, 2007).

RÉFÉRENCES

ENVIRONNEMENT CANADA (2011). *Méthode d'essai biologique : essai de croissance et de survie sur des larves de tête-de-boule*, Direction générale des sciences et de la technologie, Ottawa (Toronto), Rapport SPE1/RM/22, deuxième édition, février 2011, 80 p.

ENVIRONNEMENT CANADA (2007). *Méthode d'essai biologique : essai de reproduction et de survie du cladocère Ceriodaphnia dubia*, Direction générale des sciences et de la technologie, Ottawa (Toronto), Rapport SPE1/RM/21, deuxième édition, février 2007, 75 p.

2016-08-12