

**Guide d'échantillonnage
à des fins d'analyses
environnementales**

CAHIER 2

**ÉCHANTILLONNAGE
DES REJETS LIQUIDES**

**ÉDITION : Août 2008
Révisée : 21 juillet 2009**

**Centre d'expertise
en analyse
environnementale**

Québec 

Note au lecteur : Les renseignements relatifs aux marques déposées ou aux produits commerciaux ne sont donnés qu'à titre indicatif; des produits équivalents peuvent leur être substitués.

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

ou communiquer avec nous :

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
2700, rue Einstein, bureau E.2.220
Québec (Québec) G1P 3W8

Téléphone : 418 643-1301

Télécopieur : 418 528-1091

Courriel : ceaeq@mddep.gouv.qc.ca

Référence bibliographique :

MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DES PARCS DU QUÉBEC,
Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales : Cahier 2 – Échantillonnage des rejets liquides,
Québec, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, Édition courante,
http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/guides_ech.htm

Dépôt légal – Bibliothèque et Archives nationales du Québec, 2009

ISBN 978-2-550-55291-8 Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale (Ensemble)

ISBN 978-2-550-56707-3 (PDF) (Cahier 2)

ISBN : 978-2-550-53805-9 (publié précédemment par Les éditions le Griffon d'argile, ISBN 2-89443-005-1,
1^{ère} édition, 1994)

© Gouvernement du Québec, 2009

AVANT-PROPOS

Le *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales* regroupe une série de cahiers traitant, de façon spécifique, de l'échantillonnage de divers milieux. Il décrit un ensemble de bons procédés qui régissent la planification et la réalisation des travaux d'échantillonnage et vise ainsi à assurer la qualité des prélèvements d'échantillons ainsi que la validité des données scientifiques qui en découlent.

L'ouvrage, dans son ensemble, a été mis en œuvre par le ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, plus particulièrement, par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, après que l'on eut constaté que les préleveurs n'avaient pas à leur disposition les instruments nécessaires pour acquérir rapidement une connaissance générale des pratiques d'échantillonnage au Québec.

Le cahier 2 porte plus particulièrement sur l'échantillonnage des rejets liquides. Il s'adresse aux préleveurs qui travaillent à l'intérieur d'une campagne d'échantillonnage et a pour objectif de fournir des lignes directrices en vue de la planification et la réalisation de travaux d'échantillonnage. Bien que le guide soit d'une grande portée, il peut exister des situations où son application ne garantit pas le succès escompté. Dans ces cas, on devra recourir à l'expertise de spécialistes.

Depuis la première édition de ce cahier, différentes problématiques ont été soulevées par les utilisateurs; nous en avons tenu compte pour améliorer le contenu du document et nous adapter aux développements récents.

Ce deuxième cahier, intitulé « Échantillonnage des rejets liquides », traite du choix d'un site d'échantillonnage ainsi que des techniques de prélèvement et de conservation des échantillons provenant principalement des effluents de procédés industriels. Il s'applique également aux prélèvements effectués sur des eaux de lixiviation générées par les différents lieux d'élimination des matières résiduelles.

L'utilisateur de ce cahier doit tenir compte des renseignements qui sont inscrits dans le *Cahier 1 - Généralités*. Rappelons que ce premier cahier traite du cadre général de la planification d'une campagne d'échantillonnage et des procédures techniques aux plans de la qualité, de la santé et de la sécurité ainsi que de l'intégrité de l'échantillon.

Cette deuxième édition a été réalisée en consultation avec un comité de révision composé de membres spécialistes des questions relatives à l'échantillonnage des rejets liquides. Nous tenons à les remercier très sincèrement pour leur contribution. Nous remercions également les auteurs de la première édition ainsi que toutes les personnes qui ont collaboré de près ou de loin à la préparation de ce cahier. Les opinions et commentaires de tous constituent un apport inestimable à la réalisation du présent cahier du *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales*.

TABLE DES MATIÈRES

AVANT-PROPOS	3
1. INTRODUCTION	7
2. OBJECTIFS DE L'ÉTUDE DE CARACTÉRISATION	7
3. CHOIX DU POINT D'ÉCHANTILLONNAGE	8
4. TYPES ET MÉTHODES D'ÉCHANTILLONNAGE	9
4.1 Échantillonnage instantané	9
4.1.1. Échantillonnage pour l'analyse des composés organiques volatils	10
4.1.2. Échantillonnage pour les analyses microbiologiques	11
4.1.3. Échantillonnage pour les tests de toxicité aquatique.....	11
4.1.4. Échantillonnage pour les analyses chimiques des sulfures et cyanures.....	12
4.2 Échantillonnage composé	12
4.2.1. Homogénéisation et fractionnement d'échantillons composés.....	13
5. CARACTÉRISTIQUES ET PRÉPARATION DES ÉQUIPEMENTS D'ÉCHANTILLONNAGE	15
5.1 Matériel utilisé.....	15
5.1.1. Échantillons soumis à l'analyse des composés organiques	15
5.1.2. Échantillons soumis à toute autre analyse	16
5.2 Lavage du matériel utilisé et des contenants	17
5.3 Filtration des échantillons sur le terrain	17
5.4 Identification des échantillons	18
5.5 Conservation des échantillons	18
6. CONTRÔLE DE LA QUALITÉ	19
6.1 Sur le terrain	19
6.2 Au laboratoire.....	19
7. COMPTE RENDU D'ÉCHANTILLONNAGE	20
7.1 Notes de terrain	20
7.2 Contenu du rapport.....	20
RÉFÉRENCES	21
BIBLIOGRAPHIE	23

1. INTRODUCTION

La provenance souvent fort variée des échantillons de rejets liquides (effluents industriels, effluents domestiques, effluents finals de procédé ou de traitement, eaux de lixiviation provenant de lieux d'enfouissement, déversement d'origine inconnue ou accidentelle comme les bris de conduite, etc.) démontre fréquemment des variations notables de quantité de polluants aussi bien d'un point d'échantillonnage à l'autre que d'un moment à l'autre. Il est primordial, pour s'assurer de la meilleure représentativité possible, d'effectuer des prélèvements en appliquant des protocoles d'échantillonnage rigoureux et de connaître le comportement des substances qui influenceront les choix des méthodes d'échantillonnage.

Une attention spéciale doit être accordée à la planification de la campagne d'échantillonnage en établissant les objectifs de l'étude de caractérisation, à l'identification des points d'échantillonnage, à l'identification judicieuse des mesures et des paramètres analytiques à réaliser, à l'installation adéquate des équipements d'échantillonnage, au mode d'échantillonnage à privilégier, à la mesure des débits, à la continuité des mesures et des échantillonnages et à l'acheminement des échantillons.

2. OBJECTIFS DE L'ÉTUDE DE CARACTÉRISATION

Le *Cahier 1 - Généralités*, du *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales*¹ donne les renseignements de base nécessaires pour planifier une campagne d'échantillonnage. Généralement, les objectifs d'une campagne de caractérisation de rejets liquides sont d'identifier et de quantifier les substances contenues dans les différents types d'effluents et de les comparer aux normes en vigueur ou d'établir des objectifs environnementaux. D'autres objectifs peuvent également être fixés tels la mesure de l'efficacité d'un traitement ou l'étude des caractéristiques d'un rejet.

En fonction des objectifs d'une étude de caractérisation des rejets liquides, la planification de la campagne d'échantillonnage s'effectue en tenant compte d'éléments pouvant influencer la représentativité des échantillons prélevés tels que :

- la détermination du comportement des substances échantillonnées;
- la détermination des cycles ou des heures de fonctionnement du procédé utilisé afin de faire l'échantillonnage pendant ce temps. Ainsi, dans le cas d'une entreprise, la capacité nominale de production, le taux de production pendant l'échantillonnage, les pertes accidentelles de produits et toutes les anomalies susceptibles d'influencer les résultats doivent être mentionnés dans le rapport d'expertise ou de caractérisation. Idéalement, l'échantillonnage doit être fait lorsque l'entreprise est dans un cycle de production normal;

- la détermination de la nature du réseau des rejets, le cas échéant (combinés ou ségrégés). Ainsi, lors d'une caractérisation globale, les effluents échantillonnés doivent comprendre l'ensemble des rejets liquides de l'exploitant, y compris tous les trop-pleins et tous les conduits de dérivation des stations de pompage ou des unités de traitement, etc.;
- la détermination des débits et des charges polluantes. Ainsi, lorsqu'il faut déterminer la charge des polluants, le débit des effluents échantillonnés doit être mesuré pendant la période d'échantillonnage, et ce, indépendamment de la méthode de prélèvement utilisée. La charge polluante sera exprimée en kilogrammes par jour (kg/j).

Généralement, ces considérations sont prises en compte lors d'une visite préliminaire des lieux afin de préparer un devis approprié pour les besoins de l'étude. Une description des détails à noter lors de la visite préliminaire est mentionnée au *Cahier 1 - Généralités*, du *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales*¹.

3. CHOIX DU POINT D'ÉCHANTILLONNAGE

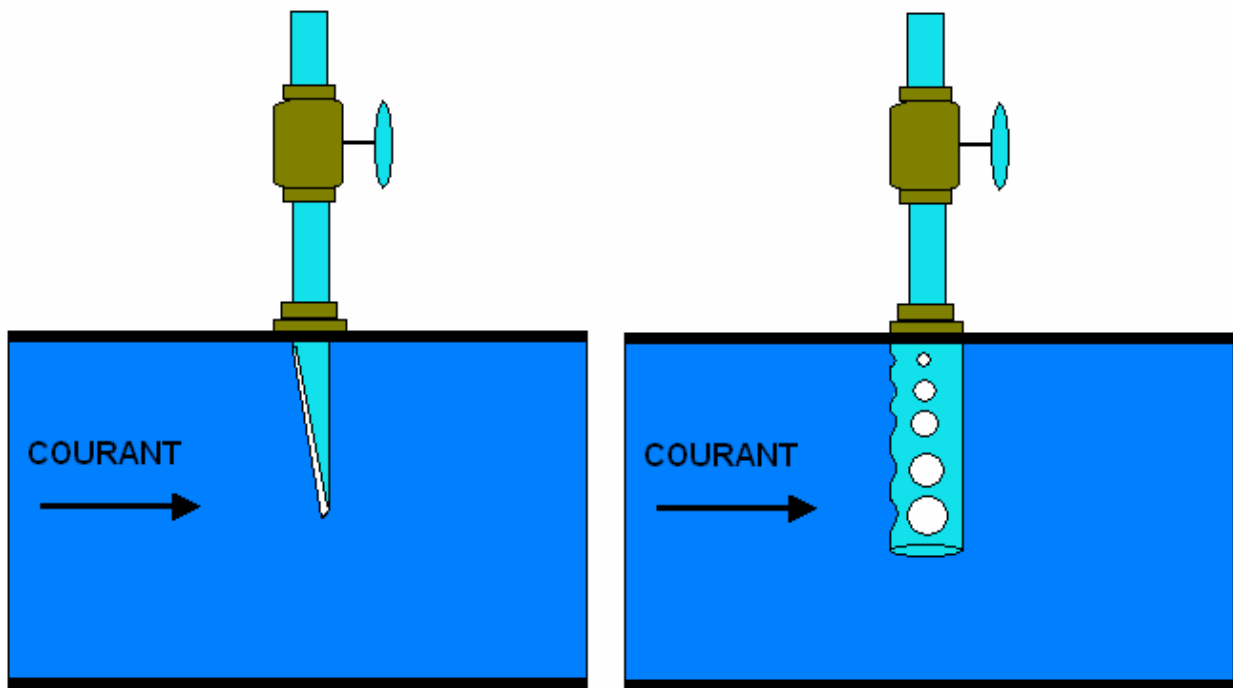
Le point d'échantillonnage est certes l'un des facteurs les plus importants lors d'une campagne d'échantillonnage et doit être choisi judicieusement. Idéalement, son emplacement est sélectionné en fonction de la représentativité des échantillons. Le choix de points d'échantillonnage représentatifs doit s'appuyer sur une déduction logique tenant compte des objectifs de l'échantillonnage et des substances à analyser². Il est très difficile de décrire la position idéale d'un point d'échantillonnage, mais il est important de tenir compte de la présence des composés volatils, des composés surnageants (ex. : hydrocarbures), de la température et des possibilités de décantation. Lorsque la substance à analyser est soluble dans l'eau et qu'on n'a pas à craindre de pertes par aération ou volatilisation, il faut prélever les échantillons à un endroit où l'eau est parfaitement mélangée. Si, au contraire, on craint de perdre des composés volatils, il faut plutôt prélever l'échantillon dans un endroit plus calme². En ce sens, il est important de noter que les généralités énoncées au paragraphe suivant doivent être suivies avec réserve, selon le cas.

Généralement, le point d'échantillonnage se situe à un endroit de l'effluent où il y a suffisamment de turbulence pour assurer l'homogénéité de l'effluent. Le point d'échantillonnage des effluents dans les canaux ouverts se situe au centre du canal et à une profondeur permettant la prise d'échantillons même en condition de débit minimum. Dans d'autres circonstances, il peut être requis de modifier le choix du point d'échantillonnage (surfactants, phase flottante, présence d'hydrocarbures, etc.).

Pour les conduites sous pression fermées, il faut installer une crépine biseautée ou perforée qui pénètre jusqu'au centre de la conduite. La partie biseautée ou perforée de la crépine doit faire face au courant. La partie de la crépine située à l'intérieur de la conduite doit être biseautée ou perforée sur toute sa longueur. La figure 1 présente l'installation d'une crépine biseautée ou perforée dans une conduite fermée sous pression.

Pour les autres types de conduites fermées, le point d'échantillonnage se situe à la sortie ou à un autre point d'accès.

Figure 1 - Crépine pour conduite fermée sous pression



4. TYPES ET MÉTHODES D'ÉCHANTILLONNAGE

4.1 Échantillonnage instantané

Les échantillons instantanés sont prélevés en milieux dynamiques en une seule prise dans un intervalle généralement inférieur à 15 minutes¹. Les échantillons instantanés sont principalement utilisés lorsque l'on veut :

- déterminer les variations temporelles des concentrations ou des paramètres;
- connaître la qualité d'un effluent à un instant donné;
- connaître les variations des concentrations;
- prélever des échantillons de volumes variables;
- comparer les résultats d'analyse avec ceux des échantillons composés;

- échantillonner une solution utilisée en circuit fermé, dont la concentration et la nature ne sont pas appelées à varier en raison de son temps de rétention prolongé;
- échantillonner la sortie d'un bassin d'eau important dont il a été démontré que la concentration des éléments présents n'est pas appelée à varier rapidement.

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 (becher, 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 altérés tels que le pH, le chlore résiduel libre, combiné ou total, les paramètres microbiologiques ou toxicologiques, 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 tests de toxicité aquatique

Pour les tests de toxicité létale avec la truite arc-en-ciel, la daphnie (*Daphnia magna*) et le tête-de-boule, le test de croissance et de survie avec le tête-de-boule et le test de croissance avec l'algue *Pseudokirchneriella subcapitata*, le protocole décrit ci-dessous est utilisé :

Les échantillons doivent être prélevés dans des contenants à parois inertes, neufs ou ayant subi un lavage approprié (voir *Cahier 1 - Généralités*, du *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales*¹). Pour le test de létalité avec truites arc-en-ciel, des chaudières en plastique de 20 ou 30 litres avec un sac en polyéthylène à l'intérieur et un couvercle sont généralement utilisés pour le prélèvement d'échantillons instantanés.

Il est à noter que le protocole d'Environnement Canada modifié de 1997 concernant l'essai de croissance et de survie avec le tête-de-boule³ permet de procéder à un seul échantillonnage, qu'il est possible de fractionner en trois sous-échantillons (trois contenants) au moment du prélèvement. Pour ce faire, il est généralement requis de :

- rincer une première fois le contenant (ou les sacs en polyéthylène) avec l'échantillon;
- remplir le contenant jusqu'au bord, en laissant le minimum d'air entre le couvercle et l'échantillon;
- aucun agent de conservation ne doit être ajouté à l'échantillon.

Les volumes d'échantillons requis pour les analyses biologiques sont indiqués au fascicule *Modes de conservation pour l'échantillonnage de rejets liquides*.

Au cours du prélèvement et de la manutention, les échantillons doivent être protégés du gel ou de la chaleur excessive. En règle générale, tous les échantillons doivent être conservés dans un environnement avoisinant 4 °C durant l'échantillonnage et le transport. Il est essentiel que les échantillons soient acheminés rapidement au laboratoire et analysés dans les plus brefs délais.

4.1.4. 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* (DR-09-04)⁴ disponible dans le site Internet 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 composé

Un échantillon composé 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 composé peut se prélever automatiquement ou manuellement.

On obtient un échantillon composé en fonction du temps en prélevant des échantillons de même volume à intervalles de temps réguliers. On obtient des échantillons composés en fonction du débit en prélevant des échantillons proportionnellement au débit des eaux². Un échantillon composé couvre une période de temps définie en fonction des besoins (généralement de 24 heures).

Un prélèvement composé 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 composé 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 composé 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 composés

Lorsqu'un échantillon composé 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 composé 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 composé 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 composé doit être agité par inversion afin de défaire le dépôt qui a pu se former pendant la période de composition de l'échantillon composé.
- 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 composé, 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 composé dans les contenants des échantillons peut se faire à l'aide d'un équipement intermédiaire. Il est possible d'utiliser un becher en verre, un godet en acier inoxydable ou une conduite 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 conduite pour le transfert de l'échantillon composé 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 conduite de transvasement, les pièces en contact avec l'échantillon composé 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 composé.
 - Si on utilise un becher ou un godet, celui-ci doit être de grosseur appropriée afin d'éviter la séparation possible des constituants de l'échantillon composé lors du transvasement. Les étapes de transvasement de l'échantillon composé au becher et du becher vers les contenants des échantillons doivent être réalisées rapidement, car ces opérations exigent habituellement l'interruption du brassage.

- h. Le remplissage des contenants des échantillons doit se faire de façon séquentielle, c'est-à-dire que chaque échantillon doit être réalisé en alternance par le transvasement successif d'une fraction de son volume total. Il est primordial que le volume maximal de chaque transvasement n'excède pas le tiers du volume total requis pour les sous-échantillons. C'est donc dire que chaque échantillon ne pourra être composé en moins de trois transvasements.

5. CARACTÉRISTIQUES ET PRÉPARATION DES ÉQUIPEMENTS D'ÉCHANTILLONNAGE

Lors de l'installation des équipements utilisés pour le prélèvement d'échantillons de rejets liquides, toute la tuyauterie servant à l'échantillonnage doit être en position verticale ou suffisamment inclinée de façon à assurer son drainage par gravité entre les prélèvements.

5.1 Matériel utilisé

Tous les outils de prélèvement et de préparation de même que les surfaces de tous les équipements d'échantillonnage (tubes, godets, contenants, etc.) qui entrent en contact avec les échantillons doivent être propres, c'est-à-dire exempts de contamination et être compatibles aux analyses envisagées.

Les principaux matériaux à utiliser sont indiqués dans les tableaux suivants :

5.1.1. Échantillons soumis à l'analyse des composés organiques

Verre	
Acier inoxydable	Grade 316 ou qualité supérieure
Aluminium	
Téflon	Polytétrafluoroéthylène (PTFE); Fluoroéthylène-polypropylène (FEP); Perfluoroalkoxy (PFA); Chlorotrifluoro-éthylène (CTFE); Copolymère d'éthylène avec du tétrafluoro-éthylène (ETFE); Copolymère d'éthylène avec du chlorotrifluoro-éthylène (ECTFE); Fluorinate polyéthylène (FLPE).

Toutefois, il est permis d'utiliser une longueur d'au plus 1 mètre de tube de type silicone de grade médical ou de Kalrez © pour les pompes péristaltiques et pour les échantillonneurs automatiques munis d'une pince à tuyaux. Les tubes en polyéthylène ou en plastique d'un autre type peuvent dégager des composés phénoliques et des phtalates, qui causent des interférences pour certains dosages organiques².

5.1.2. Échantillons soumis à toute autre analyse

Verre	
Acier inoxydable	Grade 316 ou de qualité supérieure
Téflon	Polytétrafluoroéthylène (PTFE); Fluoroéthylène-polypropylène (FEP); Perfluoroalkoxy (PFA); Chlorotrifluoro-éthylène (CTFE); Copolymère d'éthylène avec du tétrafluoro-éthylène (ETFE); Copolymère d'éthylène avec du chlorotrifluoro-éthylène (ECTFE); Fluorinate polyéthylène (FLPE).
Plastique	Polyéthylène de haute ou faible densité; Polypropylène; Polystyrène; Chlorure de polyvinyle (chloroéthène).

Les **contenants intermédiaires** utilisés pour le transfert des échantillons doivent également respecter les spécifications mentionnées.

Une fois prélevés, les échantillons doivent être transférés dans des contenants également appropriés aux analyses envisagées dans le respect des spécifications indiquées. Les bouchons doivent permettre la fermeture hermétique des contenants. Tous les renseignements concernant le type de contenant requis et le mode de conservation sont fournis pour chaque paramètre à analyser dans le fascicule intitulé *Modes de conservation pour l'échantillonnage de rejets liquides*⁴.

Les échantillonneurs automatiques, nécessaires au prélèvement d'échantillons composés par les méthodes décrites précédemment ou dans quelques cas d'échantillons instantanés, doivent posséder les caractéristiques suivantes :

- résistance aux variations de température et d'humidité;
- le diamètre interne du tube par lequel les échantillons sont prélevés doit être d'au moins 9,5 mm (3/8 po);
- si l'extrémité du tube est munie d'une crépine, cette dernière doit avoir des ouvertures de 9,5 mm (3/8 po) ou plus;

- le boîtier de l'échantillonneur doit être opaque et muni d'un couvercle pour protéger les échantillons de la lumière;
- l'échantillonneur doit être muni d'une purge permettant le rinçage du dispositif de prélèvement entre les prélèvements d'échantillons;
- les échantillonneurs doivent être pourvus d'un système de réfrigération ou d'un espace pour permettre d'ajouter des réfrigérants (glace ou autre) de façon à obtenir un environnement avoisinant 4 °C pendant toute la durée du prélèvement;
- la pompe ou le vide utilisé doit être suffisant pour maintenir une vitesse d'aspiration minimale de 76 cm/s (2,5 pi/s) pour un tube dont le diamètre interne est de 9,5 mm (3/8 po) lorsque la remontée est égale à 91 cm (3 pi) ; autrement dit, cette vitesse correspond à un débit de 3,5 l/min.;
- les surfaces en contact avec les échantillons doivent être compatibles avec les paramètres à analyser.

5.2 Lavage du matériel utilisé et des contenants

Le préleveur doit apporter avec lui sur le terrain tous les produits nécessaires pour effectuer un lavage adéquat des outils d'échantillonnage ou le matériel utilisé pour l'échantillonnage des rejets liquides. Cependant, s'il n'effectue pas le lavage sur le terrain, il doit préparer auparavant tout le matériel pour l'échantillonnage adéquat (lavage des tubes, contenants intermédiaires, etc.). Le lecteur doit se référer au *Cahier 1 - Généralités*, du *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales*¹ afin de se familiariser avec les protocoles techniques généraux de lavage du matériel d'échantillonnage. Généralement, avant tout prélèvement, tout matériel en contact avec l'échantillon est rincé avec le rejet liquide à échantillonner hormis les cas de prélèvement d'échantillons destinés à l'analyse microbiologique (voir section 4.1.2).

Le préleveur utilise généralement les contenants fournis par le laboratoire, qui a la responsabilité de fournir des contenants exempts de contaminants d'intérêt. Le préleveur n'a pas à les rincer ou à les laver. Il doit cependant prendre le soin de bien préciser ses besoins au laboratoire, notamment pour des contenants nécessitant un traitement exhaustif et particulier.

Le préleveur peut également utiliser des contenants neufs, après s'être assuré auprès du laboratoire que cette procédure est acceptable pour les analyses requises. Dans ces cas, le nettoyage ou le rinçage du contenant n'est pas obligatoire.

5.3 Filtration des échantillons sur le terrain

Lorsque les échantillons liquides doivent être filtrés avant l'analyse de certains composés (ex. : métaux dissous), il est préférable de le faire immédiatement sur le site d'échantillonnage avec des filtres ayant une porosité de 0,45 µm. Les agents de conservation prescrits (le cas échéant) sont ajoutés au filtrat. Lorsque la filtration sur le terrain est impossible, l'échantillon peut être transmis au laboratoire, mais sans les agents de conservation.

Dans ce cas, il est important d'aviser à l'avance le laboratoire, car les analystes devront filtrer l'échantillon et ajouter les agents de conservation requis dans les 24 heures suivant la réception de l'échantillon. Par contre, les résultats d'analyse seront représentatifs des caractéristiques de l'échantillon lors de la filtration et non lors de l'échantillonnage. Le moment de la filtration doit être spécifié dans le rapport d'échantillonnage.

5.4 Identification des échantillons

Il est primordial d'enregistrer correctement et adéquatement l'ensemble des renseignements pertinents pour décrire et identifier tous les échantillons prélevés. Les détails concernant l'enregistrement et l'identification des échantillons requis pour les rejets liquides sont explicités dans le *Cahier 1 - Généralités*, du *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales*¹.

5.5 Conservation des échantillons

Tous les échantillons prélevés doivent être conservés dans un environnement d'environ 4 °C entre le prélèvement et l'analyse (utiliser des glacières et agents réfrigérants ou glace), sauf avis contraire. La quantité de glace doit toujours être suffisante pour conserver le milieu ambiant aux environs de cette température. La glace et l'eau ne doivent pas contaminer les échantillons.

Lorsque les prélèvements s'étendent sur une période supérieure à une heure (échantillon composé), les échantillons doivent aussi être refroidis pendant cette période. Dans ces cas, les échantillons peuvent être maintenus dans un environnement d'environ 4 °C à l'aide d'un échantillonneur possédant un système de refroidissement ou à l'aide d'un réfrigérant adéquat (ex. : glace).

La durée maximale de conservation des échantillons de rejets liquides au laboratoire avant l'analyse est indiquée dans le fascicule *Modes de conservation pour l'échantillonnage de rejets liquides*⁴. Ces délais s'appliquent à partir du moment où l'échantillon est complètement constitué, c'est-à-dire à la fin de la période de composition lorsqu'il s'agit d'un échantillon composé. Lors de la planification de l'échantillonnage, il est préférable de vérifier la disponibilité du laboratoire afin d'harmoniser les délais d'analyse avec les délais de conservation des échantillons afin que les analyses soient effectuées à l'intérieur des délais de conservation.

Les échantillons soumis à plusieurs types d'analyse peuvent être combinés dans un même contenant pourvu que les agents de conservation soient identiques et que les types de contenants permis soient compatibles. Dans ce cas, la quantité d'échantillons doit être suffisante pour faire les analyses demandées. Les laboratoires peuvent toutefois avoir des exigences différentes en ce qui concerne les quantités d'échantillons combinés. Pour éviter la confusion, il vaut mieux communiquer avec le laboratoire concerné.

6. CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

6.1 Sur le terrain

La mise en place d'un programme d'assurance et de contrôle de la qualité, tant sur le terrain qu'au laboratoire, permet de s'assurer que les résultats fournis ont une qualité satisfaisante pour répondre aux objectifs visés.

Une attention spéciale doit être accordée aux préparatifs de l'échantillonnage, à l'installation des équipements d'échantillonnage, au type d'échantillonnage (instantané ou composé), à la continuité des mesures et à l'acheminement des échantillons au laboratoire.

De plus, une des étapes du programme d'assurance et de contrôle de la qualité consiste à préparer et à analyser des échantillons de contrôle qui permettront de mieux vérifier la qualité des résultats d'analyse. Au moins un blanc de lavage doit être prélevé avant l'échantillonnage des rejets liquides. Lorsqu'une série d'équipements est décontaminée simultanément, un seul blanc peut être prélevé pour la série.

L'analyse des blancs de lavage peut se restreindre à quelques paramètres analytiques d'intérêt et pertinents aux objectifs de la campagne d'échantillonnage. Selon les besoins et l'amplitude de la campagne d'échantillonnage, il peut être nécessaire d'utiliser d'autres types de contrôle, par exemple des duplicata de terrain, des blancs de terrain et des blancs de transport. Ces deux derniers types de contrôle permettent de vérifier l'influence de l'environnement de prélèvement et de transport (contaminants atmosphériques ou aéroportés) et sont fortement recommandés pour les composés organiques volatils. Des contrôles de la qualité supplémentaires sont définis au *Cahier 1 - Généralités*, du *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales*¹ et peuvent s'avérer utiles lors de l'élaboration du plan d'échantillonnage.

En cas de doute, d'absence de résultats de contrôle de la qualité de l'échantillonnage ou d'impossibilité de s'assurer d'un nettoyage adéquat, l'utilisation d'outils à usage unique (jetables ou décontaminés ultérieurement) est nécessaire.

6.2 Au laboratoire

Le programme d'assurance et de contrôle de la qualité en laboratoire requiert également l'utilisation et l'analyse d'échantillons de contrôle. Ces contrôles peuvent être, sans s'y restreindre, des contrôles intégrés, des échantillons témoins, des échantillons de référence, des blancs de procédure et des duplicata d'analyse. Il ne revient pas au responsable de l'échantillonnage de préparer ces contrôles. Cependant, lors de la planification de la campagne d'échantillonnage et du choix du laboratoire, il est important de s'assurer que le laboratoire applique scrupuleusement un programme d'assurance et de contrôle de la qualité adéquat répondant aux exigences du *Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse (DR-12-PALA)*. Les données liées au contrôle de la qualité doivent être disponibles sur demande avec les résultats d'analyse. Ces données doivent être interprétées par le laboratoire d'analyse et permettre une appréciation globale de celles-ci.

7. COMPTE RENDU D'ÉCHANTILLONNAGE

7.1 Notes de terrain

Les renseignements concernant les notes de terrain sont spécifiés au *Cahier 1 - Généralités*, du *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales*¹. Les notes de terrain sont nécessaires afin de prendre en compte tous les faits pertinents entourant les étapes d'échantillonnage.

7.2 Contenu du rapport

Le rapport doit comprendre au moins les renseignements suivants :

- résumé des objectifs de la campagne d'échantillonnage (planification initiale et modifiée, le cas échéant);
- identification de l'exploitation ou du site à l'étude;
- description du procédé utilisé et du type de production de l'entreprise;
- description du système de traitement appliqué aux rejets liquides;
- identification de points de mesure et d'échantillonnage;
- mesures de débits, méthodes et précision (le cas échéant);
- description des équipements de mesure et d'échantillonnage;
- conditions d'installation des éléments de mesure (croquis, photographies ou autres);
- vérification et problèmes occasionnés;
- conditions climatologiques;
- méthodes d'échantillonnage utilisées et paramètres analytiques;
- dates, heures et fréquence des prélèvements;
- contrôles de la qualité de l'échantillonnage (blancs de lavage et blancs de terrain);
- protocole de fractionnement et homogénéisation;
- types de contenants, conservation et transport des échantillons;
- tableau synthèse des échantillonnages effectués;
- tableau des résultats de mesures de terrain complets;
- tableau des résultats d'analyse et de contrôle de la qualité;
- tableau comparatif des charges ou des concentrations en regard des normes de conformité réglementaires, selon les cas;
- discussion;
- conclusion;
- en annexe : dossier photographique, diagrammes d'enregistrement des débits, diagrammes des enregistrements des mesures de terrain, schéma du réseau d'écoulement, plan de localisation des installations, certificats d'analyse, notes de terrain.

RÉFÉRENCES

1. CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, *Modes de conservation pour l'échantillonnage de rejets liquides*, DR-09-04, Québec, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, Québec, Édition courante, http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/dr09_04rl.pdf
2. CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, *Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse (DR-12-PALA)*, Québec, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, Québec, Édition courante, <http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12PALA.pdf>
3. ENVIRONNEMENT CANADA. *Manuel d'échantillonnage sur le terrain à l'usage des inspecteurs*, Québec, 1^{re} éd., 1995, 246 p.
4. ENVIRONNEMENT CANADA. *Méthode d'essai biologique : essai de croissance et de survie sur des larves de tête-de-boule*, Série de la protection de l'environnement, Québec, février 1992, SPE1/RM/22.
5. MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DES PARCS DU QUÉBEC, *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales : Cahier 1 – Généralités*, Québec, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, Édition courante http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/guides_ech.htm

BIBLIOGRAPHIE

- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. American Water Works Association and Water Pollution Control Federation. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 20th Edition, 1998.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Annual Book of ASTM Standards: Section 11 — Water and Environmental Technology*, Volume 11.01, Philadelphia, USA, 2002.
- DARTOIS, J., et B. DABOVAL. *25 ans d'assainissement des eaux usées industrielles au Québec : un bilan*, Ministère de l'Environnement du Québec, Direction des politiques du secteur industriel, Québec, 1999, 81 p.
- ENVIRONNEMENT CANADA. *Manuel d'échantillonnage sur le terrain à l'usage des inspecteurs*, 1^{re} éd., Québec, 1995, 246 p.
- KIRK-OTHMER. *Encyclopedia of Chemical Technology*, 3rd Edition, Volume 1, John Wiley & Sons, New York, 1978.
- METCALF and EDDY. *Wastewater Engineering: Treatment, Disposal and Reuse*, 3rd Edition, Irwing McGraw-Hill, 1991, 1334 p.
- MURDOCH, T.M. CHEO and K. O'LAUGHLIN, *Streamkeeper's Field Guide, Watershed Inventory and Stream Monitoring Methods*, The Adopt-a-stream Foundation, 1996, 296 p.
- MURTHY, K. Keshava and D.P. GIRIDHAR. *J. of Irrigation and Drainage Engineering*, 116(3), 1990, 374.
- U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. *Handbook for Monitoring Industrial Wastewater*, 1973.
- U.S. ENVIRONNEMENTAL PROTECTION AGENCY. *Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods SW-846*, Third Edition, revision 1996.

*Ministère du
Développement durable,
de l'Environnement
et des Parcs*

Québec 