

Guide d'échantillonnage des produits de réaction entre l'acétone et la N-phénylaniline (PREPOD – NE CAS 68412-48-6) dans les effluents industriels

1.0 Introduction

Le PREPOD fait partie du groupe chimique des amines et du sous-groupe chimique des amines aromatiques. Il est désigné par l'appellation « substance de composition inconnue ou variable, produit de réaction complexe ou matière biologique » (UVCB). Au Canada et ailleurs, on l'utilise comme antioxydant dans la fabrication des produits de caoutchouc, incluant des pneus. Cette substance n'existe pas naturellement dans l'environnement.

Le 10 septembre 2011, le PREPOD a été déclaré toxique pour l'environnement en vertu de la *Loi canadienne sur la protection de l'environnement* (LCPE). Un avis de planification de la prévention de la pollution (P2) a été proposé comme instrument de choix pour la gestion des risques liés à la substance.

Dans le cadre de l'avis de planification de la P2, les installations doivent envisager des activités de surveillance des effluents, dont l'échantillonnage décrit ci-dessous :

- a. la composition des effluents d'échantillons prélevés au point de rejet final doit être représentative des conditions normales d'exploitation associées au PREPOD;
- b. l'analyse du « diisopropyldiméthyl-acridane » (DIPDMA), en tant qu'indicateur de la présence de PREPOD, sera effectuée par le Laboratoire national des essais environnementaux (LNEE) d'Environnement et Changement climatique Canada. L'analyse sera réalisée selon la méthode analytique mise au point par le laboratoire;
- c. les échantillons d'effluents seront prélevés et analysés à au moins six mois d'intervalle à l'intérieur de périodes prédéfinies d'un an, et ce pendant la durée de l'avis.

L'échantillonnage doit être effectué conformément aux normes de bonnes pratiques scientifiques généralement reconnues au moment de l'échantillonnage.

1.1 Objet

Le présent document d'orientation vise à fournir des conseils pratiques aux exploitants d'installations sur l'échantillonnage des effluents industriels, en vue de l'analyse du PREPOD.

Le présent guide ne devrait être utilisé qu'à titre d'information générale et ne devrait pas être interprété comme un avis juridique, et ne reflète pas nécessairement toutes les exigences juridiques des dispositions de la Partie 4 de la LCPE relatives à la planification de la prévention de la pollution. En cas de divergence entre le présent document et la partie 4 de la Loi, cette dernière prévaudra.

1.2 Portée

Le présent document d'orientation s'applique à l'échantillonnage de l'eau et des effluents, incluant :

- les effluents au point de rejet final;
- les eaux des procédés industriels.

Ce document d'orientation ne vise pas l'échantillonnage des eaux souterraines. Il ne fournit pas non plus de directive détaillée sur l'interprétation des données.

1.3 Auditoire

Le présent document d'orientation s'adresse à toute personne qui prélève des échantillons d'effluents industriels pour la détection et la mesure des composants du PREPOD, que ces prélèvements soient effectués par le personnel de l'installation ou par un tiers pour le compte de l'exploitant de l'installation.

Les installations visées par l'avis de planification de la prévention de la pollution doivent avoir une connaissance approfondie du lieu et du moment où le PREPOD est introduit dans leurs effluents, afin de sélectionner les méthodes d'échantillonnage appropriées, comme il est décrit à la partie 4 du présent document d'orientation. Par exemple, le PREPOD peut être introduit par un procédé particulier, par plusieurs procédés, à différents moments de la journée, toute la journée, seulement pendant les activités d'entretien, ou seulement pendant les activités de nettoyage et dans l'eau de douche à la fin d'un quart de travail. Le plan d'échantillonnage devrait prendre en compte ces activités.

2.0 Planification d'un échantillonnage

La planification et la préparation d'un échantillonnage sont des étapes importantes qui permettent de gagner du temps et qui réduisent généralement le nombre d'obstacles rencontrés pendant l'échantillonnage¹.

2.1 Logistique

Au cours des étapes de planification, il est recommandé que l'échantillonneur réalise les tâches suivantes :

- préparer un plan de surveillance selon les indications de la partie 3, y compris identifier les sites de surveillance, les méthodes d'échantillonnage, le nombre d'échantillons requis et les questions de santé et de sécurité au travail;
- déterminer toutes les activités liées à la production, au traitement et au rejet de PREPOD dans les effluents de l'installation (p. ex., au cours des activités de production, de nettoyage ou d'entretien);
- établir le calendrier de l'activité de surveillance, incluant quand et comment les échantillons seront transmis au laboratoire. Il est important de veiller à ce que les échantillons soient livrés au LNEE en respectant les conditions et les délais de conservation décrits à la section 6.5. Les calendriers d'échantillonnage devraient

¹ Le présent guide est adapté du [Guide d'échantillonnage et d'analyse du bisphénol A dans des effluents industriels](#) d'Environnement et Changement climatique Canada, et il a été modifié à la lumière des expériences récentes concernant l'échantillonnage du PREPOD.

également tenir compte des activités de l'installation pour s'assurer que la composition des effluents est représentative des conditions normales d'exploitation associées au PREPOD;

- organiser et examiner les cartes des sites et les emplacements afin de déterminer la logistique de l'échantillonnage. Comme il a été mentionné ci-dessus, l'échantillonnage pourrait avoir lieu à plusieurs autres emplacements qui ne sont pas couverts par le présent document d'orientation. Les installations doivent pouvoir déterminer les procédés particuliers qui contribuent à la présence de PREPOD à leur point de rejet final;
- se procurer et préparer l'ensemble du matériel requis, y compris le matériel d'échantillonnage et l'équipement de protection individuelle (EPI) pour l'échantillonnage. De plus, il est important de tester tout le matériel avant l'échantillonnage afin d'en vérifier le fonctionnement et l'étalonnage;
- remplir le plus de documents administratifs possible avant l'échantillonnage (p. ex., préparer les étiquettes des échantillons), pour gagner du temps et s'assurer qu'ils sont complets.

2.2 Santé et sécurité au travail

Un plan de santé et de sécurité pour l'échantillonnage doit être établi et intégré au plan de surveillance afin d'atténuer les nombreux dangers qui peuvent être associés aux travaux sur le terrain. Le plan de santé et de sécurité peut, entre autres, inclure les éléments suivants :

- identification des dangers et évaluation des risques :
 - exposition aux substances dangereuses (p. ex., gaz toxiques);
 - dangers liés à la température (p. ex., stress dû à la chaleur et au froid);
 - travail dans des zones à forte circulation;
 - travail près des plans d'eau;
 - travail dans des espaces confinés;
- mesures prises pour supprimer, atténuer ou contrôler les risques;
- identification de l'emplacement de l'établissement médical le plus proche et des procédures d'urgence.

En raison de la nature particulière des plans de santé et de sécurité, un plan type doit comprendre les parties et/ou les renseignements importants suivants :

- objectif du plan;
- renseignements administratifs (p. ex., détails du projet, renseignements sur les clients, personnel de santé et de sécurité relatif au projet, etc.);
- description du projet (activités sur le site et description physique, type de travail sur le terrain, portée, etc.);
- principales responsabilités du personnel de santé et de sécurité dans le cadre du projet;
- exigences en matière de formation pour effectuer le travail sur le terrain;
- procédure d'inscription et de sortie relative au site;

- évaluation préliminaire des dangers potentiels qui pourraient être rencontrés pendant le travail sur le site (p. ex., bruit, équipement en mouvement, circulation, etc.);
- EPI requis sur le site;
- procédure d'intervention d'urgence à suivre sur le site;
- carte et directives pour se rendre à l'hôpital le plus proche;
- information relative à l'approbation du plan de santé et de sécurité.

La liste ci-dessus ne constitue pas une compilation exhaustive des renseignements requis pour un site particulier, mais vise plutôt à présenter un aperçu général des exigences habituelles.

3.0 Plan de suivi

Afin de s'assurer que ces activités soient précises, ciblées et économiques on doit établir un plan de suivi. Il contiendra les renseignements détaillés sur les mesures, les responsabilités et les échéanciers nécessaires pour atteindre l'objectif de suivi.

3.1 Objectif

L'avis de planification de la prévention de la pollution définit l'objectif de gestion des risques (OGR) suivant :

- De réduire la présence du PREPOD dans les effluents industriels en réduisant la concentration du composant DIPDMA à un niveau inférieur à sa LdD de 0,12 ng/L

Le plan de suivi vise à connaître la concentration de DIPDMA dans les effluents de l'installation afin de s'assurer qu'elle respecte l'OGR.

3.2 Évaluation préliminaire

En préparant un plan d'échantillonnage des effluents de l'installation, il est important que la personne prélevant les échantillons comprenne les procédés de production et de traitement des effluents du site. Une fois qu'elle aura acquis une compréhension des procédés d'exploitation de l'installation, un plan d'échantillonnage détaillé pour répondre aux exigences particulières du site pourra être établi. Par exemple, une installation qui ne fonctionne que huit heures par jour aura un débit d'effluents différent de celui d'une installation fonctionnant 24 heures sur 24.

L'échantillonnage des effluents contenant du PREPOD rejetés au point de rejet final² doit être représentatif des conditions normales d'exploitation. Il est important de veiller à ce que les échantillons soient prélevés au dernier point où l'installation a la maîtrise de la qualité des effluents.

Si l'échantillonnage à ce point n'était pas possible, les échantillons pourront être prélevés plus en amont du procédé (p. ex., lors de la production, de l'emballage ou du

² S'il existe plus d'un point de rejet final, l'échantillonnage représentatif devra être effectué à chaque point de rejet final.

nettoyage), pourvu que les effluents au point d'échantillonnage contiennent des concentrations qui sont le plus près possible des concentrations prévues de PREPOD résultant des conditions normales d'exploitation. De plus, l'échantillonnage peut avoir lieu à un autre stade du processus s'il est possible de calculer, par une méthode d'estimation, la concentration des composantes de PREPOD au point de rejet final. Les installations devraient documenter les raisons du choix du lieu d'échantillonnage et la façon dont les estimations ont été déterminées.

3.3 Aperçu du plan d'échantillonnage

Un plan complet d'échantillonnage devrait couvrir chacun des éléments suivants :

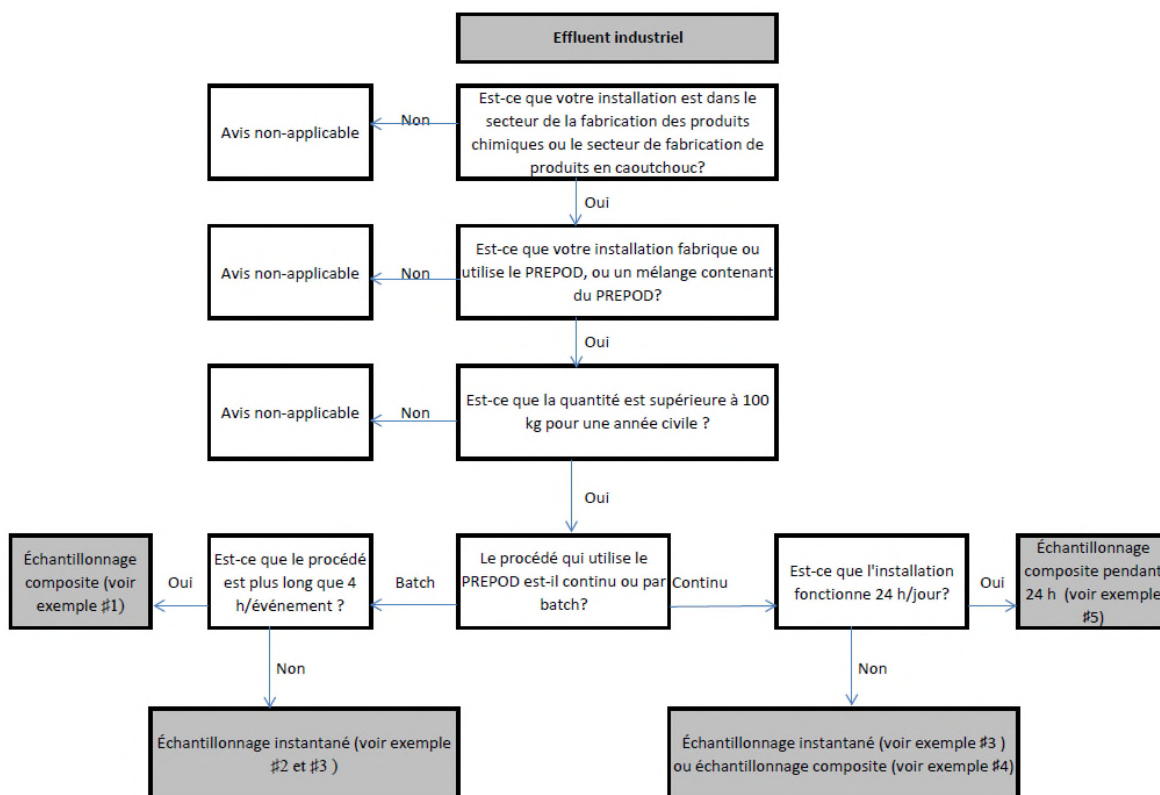
- équipement de santé et de sécurité au travail;
- matériel d'échantillonnage;
- type, méthode et emplacement d'échantillonnage;
- assurance et contrôle de la qualité.

4.0 Type d'échantillonnage

L'échantillonneur doit connaître les procédés de production à l'installation industrielle afin de s'assurer de la représentativité des échantillons prélevés.

Il existe deux techniques fondamentales de prélèvement (échantillonnage instantané et échantillonnage composite) que l'on peut utiliser pour l'échantillonnage des effluents industriels contenant du PREPOD. Il est essentiel que les installations identifient les activités associées à la fabrication, à l'utilisation et aux rejets de PREPOD afin de déterminer si l'on doit prélever des échantillons instantanés ou des échantillons composites. La figure 1 présente un arbre de décisions illustrant les options d'échantillonnage appropriées.

Figure 1 : Arbre de décisions en matière d'échantillonnage



Si le procédé qui contribue à la présence de PREPOD n'est pas continu, l'échantillonneur peut traiter le procédé comme s'il était de nature intermittente et choisir la technique d'échantillonnage appropriée en fonction de la durée du procédé contribuant à la présence de PREPOD.

Les directives ci-dessous sont recommandées pour l'échantillonnage du PREPOD dans des conditions normales d'exploitation. Toutefois, dans certains cas précis, il peut être acceptable de prélever un échantillon instantané des effluents de l'installation alors qu'un échantillon composite serait normalement requis. Cela peut se produire si l'installation capte tous les effluents avant leur rejet final, p. ex., dans un réservoir de rétention ou de collecte. Les installations peuvent également procéder à un échantillonnage composite lorsque la teneur des effluents est très variable, et recourir à un échantillonnage instantané lorsque la teneur des effluents demeure uniforme durant le rejet. De plus, les installations peuvent prélever des échantillons instantanés si elles connaissent le moment précis où les rejets de PREPOD sont susceptible d'être à leur concentration maximale au point de rejet final.

L'échantillonneur doit collaborer avec les personnes-ressources sur place afin de comprendre et de choisir la meilleure méthode qui assurera que les échantillons sont les plus représentatifs possible des rejets de PREPOD.

4.1 Procédés par batch

Exemple n° 1 : Échantillons composites – sont appropriés pour les installations qui emploient un procédé par batch actif pendant plus de quatre heures et qui peut contribuer à la présence de PREPOD dans les effluents. L'échantillonnage composite au point de rejet final est recommandé pour la période pendant laquelle le PREPOD est susceptible d'être présent dans les effluents. L'installation pourrait devoir envisager un délai approprié pour s'assurer que les eaux usées contenant du PREPOD atteignent le point de rejet final avant l'échantillonnage.

Exemple n° 2 : Échantillons instantanés – sont appropriés pour les installations qui emploient un procédé par batch actif moins de quatre heures consécutives et qui peut contribuer à la présence de PREPOD dans les effluents. Cette situation est possible dans une installation qui utilise un procédé à sec, mais qui nécessite un quart de travail pour le nettoyage ou l'assainissement. L'échantillonnage instantané des effluents au point de rejet final de l'installation est recommandé au cours du quart de travail de quatre heures consacré à l'assainissement ou au nettoyage.

Exemple n° 3 : Échantillons instantanés – sont appropriés pour les installations qui emploient un procédé par batch qui peut contribuer à la présence de PREPOD dans les effluents, mais dont les eaux usées sont captées dans un réservoir de rétention avant leur rejet. Cette situation peut se présenter dans une installation qui capte les eaux usées pendant quelques jours avant leur rejet. Il est recommandé de procéder à un échantillonnage instantané à partir du réservoir de rétention, avant le rejet, puis de prélever un autre échantillon instantané au point de rejet final après la vidange du réservoir de rétention, afin de valider les résultats. Pendant l'échantillonnage du réservoir, il est important de s'assurer que le contenu du réservoir est bien mélangé afin d'assurer l'homogénéité des échantillons et de vérifier qu'aucun autre effluent n'est rejeté en aval du point de rejet final.

4.2 Procédés continus

Exemple n° 4 : Échantillons composites – sont appropriés pour les installations qui emploient un procédé continu actif moins de 24 heures par jour et qui peut contribuer à la présence de PREPOD dans les effluents. Cette situation peut se présenter dans une installation active pendant le jour et où il y a un quart de travail consacré à l'assainissement et le nettoyage des équipements en contact avec le PREPOD. Le prélèvement d'un échantillon composite est recommandé pendant le fonctionnement de l'installation et durant le quart de travail consacré à l'assainissement.

Exemple n° 5 : Échantillons composites – sont appropriés pour les installations qui emploient un procédé continu actif 24 heures sur 24 et qui peut contribuer à la présence de PREPOD dans les effluents. Cette situation peut se rencontrer dans une installation dont le fonctionnement consiste en trois quarts de travail de production par jour au cours desquels le PREPOD est transformé ou utilisé pendant toutes les 24 heures. Dans un tel cas, il est recommandé de procéder à un prélèvement d'un échantillon composite sur 24 heures.

5.0 Équipement

Pour qu'un échantillonnage soit réussi, l'échantillonneur doit s'assurer que l'équipement approprié est disponible. L'équipement approprié peut faire partie de l'une ou l'autre des catégories générales ci-dessous.

5.1 Matériel d'échantillonnage

Lorsqu'un échantillonnage est réalisé en vue d'une analyse des substances à l'état de trace, comme c'est habituellement le cas lors de l'échantillonnage du PREPOD, il est très important que l'équipement d'échantillonnage soit fabriqué à partir d'un matériau inerte. Les matériaux inertes ne contamineront pas ou ne changeront pas les résultats d'analyse en libérant de petites concentrations de PREPOD dans l'échantillon ou en adsorbant du PREPOD sur les surfaces de l'équipement. Il est habituellement recommandé, pour le prélèvement des échantillons, d'utiliser du matériel fait d'acier inoxydable, de verre ou de Téflon® (p. ex., les seaux et les tiges d'échantillonnage). L'échantillonneur doit s'assurer que le matériel d'échantillonnage utilisé respecte le critère de compatibilité des matériaux énoncé ci-dessus.

Le tableau 2 présente une liste avec le matériel recommandé pour les divers types d'échantillonnage. Tout ce matériel n'est pas nécessairement requis pour un échantillonnage particulier, mais cette liste est présentée à titre de référence.

Tableau 2. Matériel recommandé pour l'échantillonnage des contaminants à l'état de trace dans les effluents industriels

Matériel	Échantil- lonnage instantané	Échantil- lonnage composite manuel	Échantil- lonnage composite automatique
Échantillonneur automatique			X
Matériel de montage pour échantillonneurs automatiques (pour l'installation dans des puits d'accès)			X
Tuyau d'aspiration en Téflon® pour s'adapter au raccord d'aspiration de l'échantillonneur automatique (généralement 3/8 po de diamètre intérieur)			X
Crépine en Téflon® ou en acier inoxydable			X
Pioche (pour retirer le couvercle du puits d'accès)	X	X	X
Masse (si le couvercle du puits d'accès est difficile à ouvrir)	X	X	X
Colliers de serrage à engrenage (pour fixer le tube d'aspiration en place autour de la crépine et du raccord d'aspiration pour la pompe)			X
Tournevis à douille (pour serrer les colliers de serrage)			X
Cylindre gradué (pour étalonner l'échantillonneur automatique)			X
Corde			X
Sac de sable (au besoin)			
Bocal à échantillon composite en verre ou en acier inoxydable de 10 litres à utiliser dans l'échantillonneur automatique ou pour l'échantillonnage composite manuel		X	X
Couteau ou ciseaux bien aiguisés			X
Gants jetables (p. ex., gants en nitrile)	X	X	X
Contenants à échantillon de PREPOD (p. ex., bouteille en verre ambre de 1 litre avec couvercle revêtu de Téflon®)	X	X	X
Eau déminéralisée	X	X	X
Seau en acier inoxydable pour le rinçage du matériel	X	X	X
Seau en acier inoxydable pour les échantillons d'effluents provenant d'un conduit ou d'un émissaire semblable (le seau doit offrir un temps de rétention hydraulique faible)			X

Matériel	Échantillonnage instantané	Échantillonnage composite manuel	Échantillonnage composite automatique
Tige d'échantillonnage en acier inoxydable avec un bocal en verre pour prélever des échantillons instantanés à des emplacements inaccessibles	X	X	
Seau pour récupérer l'eau de rinçage	X	X	X
Lampe de poche	X	X	X
Ruban à mesurer	X	X	X
Tout l'EPI requis (lunettes de sécurité, cônes de signalisation, chaussures de sécurité, casques de protection, gilets de haute visibilité, protecteurs auditifs, etc.)	X	X	X
Caméra/appareil photographique	X	X	X
Glacière avec glace ou blocs réfrigérants	X	X	X
Thermomètre	X	X	X
pH-mètre	X	X	X
Glace		X	X

5.2 Contenants pour échantillons

Étant donné que les substances organiques, comme le PREPOD, sont généralement adsorbées sur les surfaces en plastique, il est recommandé de prélever les échantillons de PREPOD dans une bouteille neuve en verre ambre de 1 L dont le couvercle est recouvert de Téflon®. Pour les échantillonneurs automatiques, des tuyaux de silicone neufs pour pompe péristaltique doivent être utilisés pour le prélèvement des échantillons. Les échantillons prélevés avec cette méthode doivent être accompagnés d'échantillons témoins du matériel (voir la sous-section 7.2.1.).

5.3 Équipement de protection individuelle

Avant de procéder à un échantillonnage, l'échantillonneur doit déterminer le type d'EPI requis. La liste qui suit donne des exemples d'éléments d'EPI potentiellement nécessaires lors de l'échantillonnage :

- trousse de premiers soins;
- eau potable;
- téléphone mobile ou matériel de communication;
- vêtements imperméables;
- cuissardes ou bottes en caoutchouc;
- combinaisons jetables;
- casque de protection;
- lunettes de sécurité;
- écran anti éclaboussures;
- protecteurs auditifs;
- gilet de haute visibilité;
- cônes de circulation;
- bottes avec embouts en acier;
- vêtements chauds pour le travail par temps froid;
- gants jetables;
- nettoyant antiseptique pour les mains;
- gilets de sauvetage;
- radiobalise de localisation des sinistres (RLS).

5.4 Décontamination

La décontamination consiste à nettoyer le matériel d'échantillonnage et éviter la contamination croisée des échantillons. Afin de réduire au minimum la probabilité et les conséquences de la contamination, il est important d'utiliser une bonne stratégie d'échantillonnage. Lors de la planification de l'échantillonnage, l'échantillonneur doit envisager les aspects suivants :

- utiliser un matériel d'échantillonnage dédié à cette fin (p. ex., le matériel d'échantillonnage qui est toujours utilisé pour prélever des échantillons des effluents ou pour l'échantillonnage du milieu récepteur) et exempt de PREPOD;
- effectuer autant de tâches possibles dans un environnement de laboratoire stérile, plutôt que sur le terrain;
- supprimer l'utilisation du matériel ou les transferts inutiles d'échantillons. Lorsque c'est possible, prélever l'échantillon directement dans le contenant à échantillon;
- utiliser du matériel jetable (p. ex., flacons d'échantillon) dans la mesure du possible.

Si on utilise du matériel à usage multiple, il doit être décontaminé avant l'échantillonnage et entre les prélèvements.

Étant donné que tout le matériel d'échantillonnage présente un risque de contamination croisée, il doit être minutieusement nettoyé entre les échantillonnages. Il est recommandé de nettoyer à fond les petites pièces de matériel d'échantillonnage avec une solution détergente de qualité laboratoire et une brosse. Plus particulièrement, le matériel devrait être :

- rincé à l'eau du robinet afin qu'il ne reste aucun résidu de savon;
- trempé dans une solution détergente de qualité laboratoire pendant au moins 1 heure, de préférence pendant toute la nuit;
- frotté pour assurer l'enlèvement de tous les résidus;
- rincé plusieurs fois à l'eau du robinet, pour enlever tout résidu de savon;
- rincé trois fois avec du méthanol de qualité laboratoire;
- rincé trois fois à l'eau déminéralisée;
- scellé dans une feuille d'aluminium neuve pour empêcher la contamination provenant de l'extérieur. Dans le cas des contenants, on doit s'assurer que la feuille d'aluminium recouvre l'ouverture.

Il est important que l'échantillonneur tienne compte des aspects suivants :

- ne pas décontaminer le matériel près du site d'échantillonnage. Par exemple, on peut utiliser des feuilles en plastique pour délimiter la procédure de nettoyage et empêcher la contamination provenant du sol;
- porter des gants stériles et un EPI approprié pendant le processus de décontamination;
- changer de gants fréquemment;
- recueillir toute l'eau de rinçage en vue de l'éliminer correctement.

6.0 Méthodes d'échantillonnage

Dans ce qui suit, nous présentons les renseignements relatifs aux méthodes d'échantillonnage du PREPOD.

À l'arrivée sur le site d'échantillonnage, l'échantillonneur doit consigner les activités et observations suivantes, appelées « notes de terrain » :

- l'heure, la date, l'emplacement, les noms des membres de l'équipe d'échantillonnage et d'autres renseignements pertinents relatifs au projet;
- les principales tâches réalisées;
- la température et le pH des échantillons prélevés sur le terrain;
- les observations importantes concernant les échantillons eux-mêmes (p. ex., la présence de matières en suspension) ou le site d'échantillonnage (p. ex., au point de rejet final, ou plus en amont dans le procédé);
- les numéros d'identification des échantillons et leurs emplacements de prélèvement correspondants.

6.1 Prélèvement

Une fois que les procédures d'échantillonnage décrites à la partie 4 ont été choisies, l'échantillonneur peut utiliser les renseignements fournis dans la présente partie pour s'assurer que les échantillons sont correctement prélevés.

Pendant le prélèvement des échantillons sur le terrain, l'échantillonneur doit s'assurer de l'homogénéité de l'échantillon puisque les résultats peuvent varier si l'échantillon n'est pas correctement mélangé lors du prélèvement. L'échantillonneur devra évaluer visuellement les échantillons recueillis et noter s'ils contiennent des matières en suspension, car celles-ci peuvent avoir une incidence sur la quantité de PREPOD dans l'échantillon.

Trois échantillons composites ou instantanés (un échantillon plus deux doublons) d'effluents sont requis par échantillonnage, et l'inclusion de blancs de matériel est également recommandée au début de chaque échantillonnage afin de s'assurer qu'aucun résidu de PREPOD n'est présent dans le matériel.

6.2 Site d'échantillonnage

Les échantillons d'effluent devraient être prélevés au point de rejet final. Un point de rejet final correspond à un point de rejet déterminé au-delà duquel le propriétaire ou l'exploitant de l'installation industrielle ne maîtrise plus la qualité de l'effluent. Toutefois, si l'échantillonnage à ce point n'est pas possible, l'échantillonnage peut être fait plus en amont dans le procédé, à la condition que la concentration de PREPOD dans l'effluent à l'endroit d'échantillonnage reflète le plus possible la concentration prévue de PREPOD résultant des conditions normales d'exploitation, ou qu'elle puisse permettre de déduire, par une méthode d'estimation, la concentration de PREPOD au point de rejet final.

Dans leur plan d'échantillonnage, les installations doivent consigner les renseignements relatifs au site d'échantillonnage, comme la détermination de l'emplacement d'échantillonnage et la justification de l'emplacement du site.

6.3 Échantillon instantané manuel

Un échantillon instantané est un échantillon représentatif d'un emplacement particulier prélevé pendant un court intervalle. Dans certains cas, il peut être très difficile d'atteindre de façon sécuritaire un point d'échantillonnage pour prélever un échantillon instantané (p. ex., un échantillonnage à partir d'un puits d'accès). L'échantillonneur doit utiliser une tige d'échantillonnage en acier inoxydable pour allonger sa portée afin de récolter un échantillon en toute sécurité. La tige peut aussi permettre à l'échantillonneur d'utiliser directement le contenant à échantillon approprié pour prélever l'échantillon. Si le contenant à échantillon ne peut pas être utilisé, un bocal en verre, en acier ou en Téflon® doit être utilisé et l'échantillonneur peut alors verser l'échantillon de l'effluent du bocal au contenant à échantillon approprié.

6.4 Procédures détaillées d'échantillonnage et procédures de reprise

Les procédures pour les divers types d'échantillonnage (instantané manuel, composite manuel et composite automatique) sont décrites ci-dessous.

6.4.1 Préparation de l'emplacement

Si l'échantillonnage se fait dans un puits d'accès, retirer le couvercle du puits à l'aide d'une pioche et évaluer le débit de l'eau dans le puits :

- a. si le débit semble suffisant pour immerger complètement et en tout temps la crépine, passer aux procédures pour le prélèvement des échantillons;
- b. si le débit n'est pas suffisant pour prélever les échantillons, il est important d'obstruer partiellement la voie d'écoulement à l'aide d'un sac de sable ou d'un objet inerte³ afin de créer une mare dans laquelle les échantillons peuvent être prélevés.

Si le point de rejet final se trouve à la sortie d'une canalisation, utiliser un petit seau en acier inoxydable pour créer une mare pour l'échantillonnage afin de faciliter le prélèvement d'un échantillon. L'échantillonneur devra utiliser son jugement dans le choix de la taille du seau. Pour les débits plus élevés (plus de 10 L/min), un grand seau (20 L) sera nécessaire pour réduire les éclaboussures; pour les débits plus faibles (moins de 10 L/min), un petit seau (5 L) sera nécessaire afin d'assurer un renouvellement adéquat de l'effluent recueilli dans le seau.

Si le point de rejet final se trouve dans un fossé d'évacuation, s'assurer que le débit dans le fossé est suffisant pour prélever un échantillon en tout temps pendant l'échantillonnage. Veuillez consulter les instructions ci-dessus si débit dans le fossé semble être trop faible pour prélever les échantillons.

³ L'objet ne doit pas bloquer le trajet de l'écoulement. Le blocage de l'écoulement pourrait causer du refoulement et inonder l'installation. La mare d'eau créée par l'objet permettra l'échantillonnage lorsque le débit de l'effluent est faible. Plonger le contenant dans le trajet d'écoulement à l'aide d'une corde, et attacher la corde à l'échelon supérieur de l'échelle d'accès du regard, tout en gardant la corde bien tendue, afin qu'il n'y ait pas de mou dans la corde retenant l'objet s'il faut le retirer en cas d'augmentation du débit. On devrait installer l'objet de telle sorte que le chenal d'écoulement contienne une petite mare, environ à moitié de la profondeur du chenal d'écoulement, afin que l'eau ainsi retenue puisse continuer de s'écouler autour de l'objet et par le rejet du puits.

6.4.2 Procédures de prélèvement d'échantillons

Prélèvement manuel d'échantillons instantanés :

- a. prélever un volume similaire d'eau déminéralisée à l'aide du matériel d'échantillonnage choisi et nettoyé, et le verser dans un récipient d'échantillonnage étiqueté, qui constituera le blanc de lavage (voir la sous-section 7.2.1 pour de plus amples renseignements);
- b. prélever l'échantillon à l'aide du récipient et de la technique appropriée décrite à la section 6.3. Chaque échantillon doit être d'un volume suffisant pour remplir les récipients d'échantillons requis de 1 L.

6.5 Transport et remise des échantillons

Une fois les échantillons prélevés, ils doivent être emballés de façon sécuritaire, refroidis à l'aide de blocs réfrigérants ou de glace et livrés au laboratoire d'analyse le plus rapidement possible (c.-à-d. dans les 24 heures), où ils seront correctement conservés dans un réfrigérateur à la température requise. La glacière contenant les blocs réfrigérants ou la glace ne doit être utilisée que pour le stockage temporaire pendant le transport jusqu'au laboratoire. On devrait utiliser de la mousse à alvéoles fermées, de la styromousse ou un film à bulles d'air pour envelopper ou coussiner les bouteilles d'échantillons afin d'éviter tout bris pendant le transport. Si on emploie des blocs réfrigérants, on devrait les insérer dans des sacs Ziploc® ou des sacs réfrigérants équivalents pour empêcher la contamination des échantillons en cas de bris des blocs réfrigérants. Les bouteilles d'échantillons remplies doivent être enfermées dans des sacs Ziploc® (ou l'équivalent) pour éviter les fuites.

Avant de transmettre la garde des échantillons au laboratoire d'analyse, il est impératif que les formulaires de chaîne de possession soient remplis par l'échantillonneur et par la personne qui a transporté les échantillons au laboratoire. Comme nous l'expliquerons plus en détail à la section 9.4, les formulaires de chaîne de possession démontrent l'intégrité des échantillons et inspirent la confiance dans les résultats de l'échantillonnage. Si la responsabilité des échantillons doit être transférée à un moment ou à un autre, ces renseignements devraient être inscrits sur le formulaire de chaîne de possession pour assurer l'intégrité de l'échantillon.

Tous les échantillons seront envoyés à l'adresse suivante :

Environnement et Changement climatique Canada
Laboratoire national des essais environnementaux (LNEE)
867, chemin Lakeshore, Burlington L7S 1A1, aux soins de Pat Falletta

Il incombe à l'échantillonneur d'aviser le laboratoire que les échantillons sont en transit et de s'assurer que les échantillons sont arrivés intacts et à temps.

7.0 Qualité

7.1 Assurance de la qualité

L'assurance de la qualité consiste en des politiques, mesures et procédures établies pour fournir et maintenir un niveau de confiance dans l'intégrité et l'exactitude des

données. Pour recueillir les données de façon uniforme lors d'un échantillonnage, un système d'assurance de la qualité doit être suivi.

7.2 Contrôle de la qualité

Le contrôle de la qualité consiste en un échantillon ou une procédure visant à vérifier les caractéristiques de rendement d'un système. L'objectif des procédures de contrôle de la qualité est de découvrir tout changement significatif dans l'échantillon ou toute contamination de ce dernier en raison des récipients, de la manipulation et du transport. Les composants typiques pour le contrôle de la qualité incluent des blancs de lavage et des doublons des échantillons.

On utilise des objectifs de qualité des données pour établir le type et le nombre d'échantillons de contrôle de la qualité qu'il faut recueillir. Plus élevé est le nombre d'échantillons de contrôle de la qualité, plus grand sera le niveau de confiance dans la fiabilité des résultats.

7.2.1 Blancs de lavage

La contamination de l'échantillon par contact avec le matériel d'échantillonnage est décelée et mesurée à l'aide d'un blanc de lavage. Le blanc de lavage doit être préparé par la personne prélevant les échantillons avant le début de l'échantillonnage, afin de montrer qu'aucun PREPOD n'est introduit dans l'échantillon par le matériel d'échantillonnage. La personne prélevant les échantillons devrait utiliser le matériel d'échantillonnage pour prélever un échantillon d'eau déminéralisée pour l'analyse du PREPOD, tel qu'il est décrit à la partie 5. Un blanc de lavage doit être soumis lors de chaque échantillonnage.

Si l'analyse des échantillons témoins révèle des concentrations élevées des substances cibles à analyser, on devra réaliser un examen minutieux des étapes du plan d'échantillonnage où pourrait survenir une contamination, car cela aura une incidence sur les résultats et les conclusions qui en découlent.

7.2.2 Doublons d'échantillons

Pour contribuer à l'assurance et au contrôle de la qualité des échantillons, au moins un ensemble de doublons d'échantillons doit être prélevé chaque année au point de rejet final de l'installation.

Comparaison des résultats des doublons (s'il y a lieu) : L'écart entre les doublons doit respecter les tolérances prévues de la procédure d'analyse. En règle générale, les différences entre les doublons sont exprimées en différence relative en pourcentage (DRP), qui est calculée à l'aide de la formule suivante :

$$DRP = \left[(R1 - R2) \div \frac{(R1 + R2)}{2} \right] \times 100$$

où R1 est le résultat de l'échantillon et R2 est le résultat des doublons.

Si la DRP est supérieure à 20 %, il faut étudier les causes de cet écart et les documenter.

8.0 Documentation et rapports

8.1 Conservation des dossiers

Les installations doivent conserver leur plan de prévention de la pollution et tous les dossiers qui s'y rapportent pendant la fabrication ou l'utilisation du PREPOD et pendant au moins cinq ans après la fin de ces activités. Veuillez consulter l'Avis obligeant l'élaboration et l'exécution de plans de prévention de la pollution à l'égard du PREPOD dans les effluents industriels publiés par le ministre de l'Environnement et du Changement climatique en vertu de la partie 4 de la LCPE pour obtenir des précisions sur les exigences en matière de tenue de dossiers.

Les installations doivent conserver tous les renseignements à jour et les maintenir accessibles aux fins d'inspection. Les dossiers pertinents à l'échantillonnage et à l'analyse peuvent comprendre :

- le plan de surveillance;
- la date et l'heure des activités d'échantillonnage;
- le type de prélèvement d'échantillons (instantanés ou composés) et la méthode d'échantillonnage;
- le site d'échantillonnage;
- l'identification des membres du personnel d'échantillonnage;
- les défaillances et les mesures correctives prises;
- le journal d'entretien, y compris la fréquence et le type d'entretiens réalisés;
- les registres d'étalonnage, de nettoyage et de réparation;
- les dates auxquelles les échantillons ont été envoyés au laboratoire pour analyse;
- les dates auxquelles l'analyse a été effectuée;
- la méthode analytique du laboratoire, y compris la limite de détection;
- le numéro d'accréditation du laboratoire;
- l'adresse et le numéro de téléphone du laboratoire;
- tout autre renseignement utile.

8.2 Étiquetage et identification

Les échantillons doivent être étiquetés pour faciliter leur identification en tout temps. Les étiquettes doivent être durables et pouvoir rester sur les récipients même lorsqu'ils sont mouillés. L'encre utilisée pour écrire sur les étiquettes des récipients ne doit pas être soluble dans l'eau.

L'étiquetage des échantillons doit contenir autant de renseignements que possible. Les étiquettes doivent porter un code d'identification clair et unique qui renvoie au site et à la date de l'échantillonnage. Les étiquettes doivent également comporter les renseignements suivants :

- date et heure de l'échantillonnage;
- nom et emplacement du site d'échantillonnage;
- numéro de travail ou de projet;
- nom de l'échantillonneur;
- traitement préalable du récipient et agents de conservation ajoutés;

- observations qui peuvent avoir une incidence sur la méthode ou les résultats d'analyse.

Les renseignements mentionnés ci-dessus doivent également être consignés sur la fiche de données d'échantillonnage et conservés comme données permanentes.

8.3 Chaîne de possession

Les procédures et la documentation relatives à la chaîne de possession garantissent l'intégrité des échantillons. La documentation de la chaîne de possession est un dossier utilisé pour retracer la possession et la manutention d'un échantillon, du prélèvement, de l'analyse, de la déclaration jusqu'à l'élimination.

Le contrôle de la chaîne de possession repose sur le principe voulant qu'un échantillon soit toujours en la possession d'une personne qui en assume la responsabilité. Si l'échantillon est loin de l'emplacement du laboratoire d'analyse, l'échantillonneur peut recourir à un service de messagerie pour livrer les échantillons au laboratoire. L'échantillonneur doit s'assurer que les échantillons ne sont pas altérés en scellant avec du ruban adhésif le couvercle de la glacière contenant les échantillons d'une manière qui révélera toute tentative d'altération du contenu. Cela permettra d'assurer l'intégrité de la chaîne de possession. Lorsque les échantillons changent de possession, la nouvelle personne qui en devient responsable apposera sa signature et la date sur une étiquette sur la glacière, afin que l'on puisse facilement remonter la chaîne de possession.

Avant d'emballer les échantillons, la personne les prélevant doit remplir le formulaire de chaîne de possession. Le formulaire d'origine reste avec les échantillons en tout temps afin qu'on puisse y inscrire les renseignements détaillés de la possession à chaque étape, soit le transport, l'analyse et les rapports.

Afin de confirmer la réception des échantillons ainsi que leur transfert et leur manutention appropriés, une copie finale du formulaire de chaîne de possession doit être obtenue du laboratoire. Le laboratoire doit également inclure une copie du formulaire de chaîne de possession rempli dans son rapport d'analyse.

9.0 Bibliographie

Le présent document d'orientation est basé sur les références suivantes :

Environnement et Changement climatique Canada, *Guide d'échantillonnage et d'analyse du bisphénol A dans les effluents industriels*. En ligne : <https://www.canada.ca/fr/environnement-changement-climatique/services/prevention-pollution/publications/guide-echantillonnage-analyse-bisphenol-a-industriels.html> [Consulté en mars 2018].

Pour de plus amples renseignements et pour connaître les pratiques exemplaires, l'échantillonneur pourrait consulter les références suivantes :

Kim M., P. Guerra, M. Theocharides, K. Barclay, S.A. Smyth et M. Alaei. 2013. « Parameters affecting the occurrence and removal of polybrominated diphenyl ethers in twenty Canadian wastewater treatment plants ». *Water Research* vol. 47, p. 2213-2221.

Stratégie municipale et industrielle de dépollution (SMID) *Protocole sur l'échantillonnage et l'analyse des eaux usées industrielles et municipales*. Ministère de l'Environnement, gouvernement de l'Ontario.

Ort, C., M.G. Lawrence, J. Rieckermann et A. Joss. 2010. « Sampling for pharmaceuticals and personal care products (PPCPs) and illicit drugs in wastewater systems: are your conclusions valid? A critical review ». *Environmental Science and Technology*, vol. 44, p. 6024–6035.