



Environnement
Canada

Conservation
et Protection

Centre Saint-Laurent

Environment
Canada

Conservation
and Protection

St. Lawrence Centre

TD
428
.M47
485
1993

RAPPORT DE CARACTÉRISATION

ACIER INOXYDABLE ATLAS
DIVISION DE SAMMI-ATLAS inc.

Tracy



préparé dans le cadre
du programme de caractérisation des effluents industriels
du Plan d'action Saint-Laurent

par

Laboratoire C&P (CSL)
Environnement Canada

Avril 1993



PLAN D'ACTION SAINT-LAURENT
ST. LAWRENCE ACTION PLAN

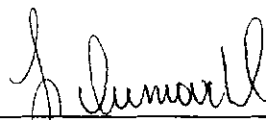
Canada

CARACTÉRISATION DES EFFLUENTS INDUSTRIELS

**ACIER INOXYDABLE ATLAS
DIVISION DE SAMMI-ATLAS
Tracy**

Rapport soumis au groupe d'intervention St-Laurent

par

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'F. Dumouchel', written over a horizontal line.

François Dumouchel, biochimiste

Avril 1993

TABLE DES MATIÈRES

Liste des tableaux.....	iv
1.1 INTRODUCTION	1
1.2 ÉCHANTILLONNAGE	1
1.3 RÉCEPTION ET CONSERVATION DES ÉCHANTILLONS	2
1.4 MÉTHODOLOGIE ANALYTIQUE	2
1.5 RÉSULTATS	2
1.6 CONTRÔLE DE LA QUALITÉ	4
1.6.1 Limite de détection méthodologique	4
1.6.2 Évaluation de la précision	4
1.6.3 Évaluation de l'exactitude	5

LISTE DES TABLEAUX

1.1 Point #3 Collecteur ouest	3
1.2 Point #7 Laminoir à chaud, sortie du séparateur	3
1.3 Données de contrôle de la qualité	7

1.1 INTRODUCTION

Ce rapport présente les résultats des substances chimiques inorganiques analysées dans le cadre de la caractérisation des effluents de l'usine Acier Inoxydable Atlas, une division de Sammi-Atlas inc. située à Tracy, effectuée le 20 février 93. Deux paramètres ont été analysés sur 2 différents points d'échantillonnage et cela pour deux périodes de prélèvement. De plus, les procédures d'évaluation de la qualité ont requis la préparation et l'analyse d'échantillons de contrôle dont les résultats apparaissent à ce rapport. Ces échantillons sont des duplicata, des matériaux de référence certifiés (MRC), des solutions contrôles (MR) et des échantillons enrichis.

Ce rapport regroupe les résultats et évalue la précision et l'exactitude qui s'y rattachent.

1.2 ÉCHANTILLONNAGE

L'échantillonnage a été réalisé par une personne du groupe de l'EISL. Voici une brève description des points, dates et fréquences d'échantillonnage.

POINT 3	Collecteur ouest	20-02-93	Pige 1 à 11:00 Pige 2 à 12:40	Instantané Instantané
POINT 7	Laminoir à chaud, Sortie du séparateur	20-02-93	Pige 1 à 11:22 Pige 2 à 12:30	Instantané Instantané

1.3 RÉCEPTION ET CONSERVATION DES ÉCHANTILLONS

Les échantillons ont été préservés sur le terrain, transportés au laboratoire régional d'Environnement Canada dans les plus bref délais et conservés à 4°C jusqu'au moment des analyses.

1.4 MÉTHODOLOGIE ANALYTIQUE

L'ensemble des analyses des substances chimiques inorganiques ont été réalisées par le personnel du laboratoire régional d'Environnement Canada. Les méthodes analytiques utilisées sont celles recommandées dans le devis de caractérisation des effluents industriels et sont citées dans un tableau en annexe (voir annexe 1: *Effluents industriels: Principes méthodologiques et références des méthodes à utiliser pour l'analyse des paramètres requis*).

1.5 RÉSULTATS

Les résultats d'analyses des substances chimiques inorganiques sont regroupés aux tableaux 1.1 et 1.2. Les résultats sont présentés par point d'échantillonnage pour les différentes périodes de prélèvement. Pour l'analyse des matières en suspension totales (MES), des duplicata fantômes de chacun des échantillons ont été fabriqués et analysés. Les résultats rapportés sont des moyennes des analyses des duplicata accompagnées entre parenthèses de la valeur de la différence entre les duplicata par rapport à la moyenne ($x_1 - x_2 / \bar{X} * 100$). Une différence entre les duplicata par rapport à la moyenne de 100 % est jugée acceptable pour les niveaux de concentration près de la limite de détection. Les données pour lesquelles on ne retrouve pas de différence entre les duplicata par rapport à la moyenne (l'analyse des huiles et graisses totales) proviennent d'une seule analyse par échantillon.

TABLEAU 1.1 POINT # 3 - COLLECTEUR OUEST

PARAMETRE (CODE)	11:00 H	12:40 H
HUILES & GRAISSES TOT. (181)	3.3 mg/L	6.7 mg/L
M.E.S. (110)	164 mg/L (1.4 %)	5.5 mg/L (3.6 %)

**TABLEAU 1.2 POINT # 7 - L'AMINOIR A CHAUD,
SORTIE DU SÉPARATEUR**

PARAMETRE (CODE)	11:22 H	12:30 H
HUILES & GRAISSES TOT. (181)	43.9 mg/L	44.8 mg/L
M.E.S. (110)	9.7 mg/L (104 %)	9.8 mg/L (89.8 %)

1.6 CONTROLE DE LA QUALITÉ

Le tableau 1.3 résume les données de contrôle de la qualité pour chacun des paramètres. En général, pour que la qualité des résultats d'analyse d'un paramètre puisse être évaluée, le laboratoire doit procéder à l'analyse d'échantillons de contrôle en même temps (même séquence d'analyse) que les échantillons prélevés. Ces analyses doivent être effectuées en respectant les limites de détection ainsi que les délais prescrits au devis pour chacun des paramètres.

1.6.1 Limite de détection méthodologique

La limite de détection méthodologique (LDM) est définie comme étant la plus petite mesure détectable d'un paramètre donné par une méthode d'analyse. Elle est calculée en soumettant un échantillon ou un matériau de référence, de concentration 5 à 10 fois supérieure à la limite de détection attendue, à l'analyse complète 7 à 10 fois et en calculant l'écart-type ($LDM = t_{(n-1)} * s$) des résultats obtenus. Il s'agit d'une limite de détection méthodologique et non pas d'une limite de détection instrumentale. Pour les deux paramètres analysés lors de la reprise de la caractérisation des effluents industriels d'Acier Inoxydable Atlas, les limites de détection méthodologiques obtenues rencontrent les exigences du devis.

1.6.2 Évaluation de la précision

La précision est définie comme étant la variabilité des résultats associée à la procédure analytique. Elle a été déterminée pour chacun des paramètres à partir de matériaux de référence certifiés (MRC) et/ou d'échantillons enrichis de différents niveaux de concentration par rapport au domaine d'application de la méthode d'analyse (bas, intermédiaire et haut niveau). Lorsque possible, l'utilisation d'échantillons enrichis permet de se prononcer plus spécifiquement sur la précision analytique pertinente à la matrice

réelle des échantillons. Pour ce qui est des analyses des échantillons des effluents d'Acier Inoxydable Atlas, on peut conclure que la précision est excellente (i.e. C.V. < 10 %) pour l'analyse des M.E.S. et cela pour les niveaux de concentrations étudiés. Pour ce qui de l'analyse des huiles et graisses totales, la précision est excellente (i.e. C.V. < 10 %) pour des MRC de niveau intermédiaire et de haut niveau et faible pour le MRC de bas niveau et l'échantillon enrichi de niveau intermédiaire. Cependant, compte tenu du faible nombre de données de contrôle de la qualité, la précision pour l'analyse des huiles et graisses totales est dans l'ensemble acceptable et cela pour les niveaux de concentrations étudiés.

1.6.3 Évaluation de l'exactitude

Un résultat d'analyse est considéré exact si le biais est faible. Le biais est défini comme étant la différence entre la concentration théorique d'un matériau de référence certifié (MRC) ou d'un échantillon enrichi (EE) et la concentration moyenne obtenue lors de l'analyse.

L'exactitude a été évaluée pour chacun des paramètres à l'aide de MRC et, lorsque possible, à l'aide d'échantillons enrichis c'est-à-dire avec des échantillons de l'effluent auxquels une quantité connue de(s) l'analyte(s) a été ajouté. Cette dernière technique permet d'évaluer l'exactitude sur la matrice des échantillons de l'effluent et par conséquent donne une évaluation plus réelle de l'exactitude des résultats. De plus, cette évaluation a été réalisée sur trois différents niveaux de concentration par rapport au domaine d'application de la méthode (bas, intermédiaire et haut niveau).

L'exactitude, évaluée à l'aide d'un MRC, s'exprime généralement sous forme de biais, c'est-à-dire l'écart du résultat obtenu par rapport à la valeur théorique.

Avec la technique des échantillons enrichis, l'exactitude s'exprime sous forme de pourcentage de récupération c'est-à-dire de la capacité de l'analyse à recouvrer la quantité ajoutée de(s) l'analyte(s).

Pour ce qui est des analyses des échantillons des effluents d'Acier Inoxydable Atlas, on peut conclure que l'exactitude est excellente (i.e. biais généralement < 15 %) pour les deux paramètres et cela pour les niveaux de concentrations étudiés, à l'exception du biais obtenu avec le MRC de bas niveau dans l'analyse des huiles et graisses totales.

TABLEAU 1.3 DONNÉES DE CONTROLE DE LA QUALITÉ

PARAMETRE (CODE)	LDM	PRÉCISION		EXACTITUDE	
		MRC	EE	MRC BIAS	EE RÉCUPÉRATION
HUILES & GRAISSES TOT. (181)	0.2 mg/L	+/- 20.4, 0.0 et 0.0 %	+/- 28.6 % (i)	39.9, 15.1 et - 8.3 %	114 % (i)
M.E.S. (110)	0.1 mg/L	+/- 4.5, 1.1 et 0.2 %	-----	- 5.2, - 11.3 et - 8.2 %	-----

N.B.: 1- LDM: LIMITE DE DÉTECTION MÉTHODOLOGIQUE

2- MRC: MATÉRIAU DE RÉFÉRENCE CERTIFIÉ

3- EE: ÉCHANTILLON ENRICHI

4- LES CONCENTRATIONS DES MRC ET DES EE PEUVENT ÊTRE DE TROIS NIVEAUX:

(b): BAS NIVEAU

(i): NIVEAU INTERMÉDIAIRE

(h): HAUT NIVEAU

ON PEUT RETROUVER UNE ÉVALUATION DE LA PRÉCISION ET DE L'EXACTITUDE
POUR CHACUN DES TROIS NIVEAUX

Annexe I

**Effluents industriels: Principes méthodologiques et références
des méthodes à utiliser pour l'analyse des paramètres requis**

Effluents industriels : Principes méthodologiques et références des méthodes à utiliser pour l'analyse des paramètres requis

Paramètre(s)	Principe méthodologique	Référence(s)	Limite de détection	Délai maximal de conservation
Acides gras et résiniques	Un volume d'échantillon est extrait avec du chlorure de méthylène. Les acides présents dans le concentré final sont convertis en ester triméthysilyl à l'aide de BSTFA. Ceux-ci sont analysés par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse (CPG/SM). <i>Pour les papellères:</i> Les acides résiniques sont extraits au diéthyléther à pH=9, concentrés et dérivés au diazométhane. L'analyse se fait par CPG/SM.	MENVIQ 88.01/414 - Aci. R1.3 Pâtes et Papiers - Détermination des acides gras et résiniques. Dosage par chromatographie gazeuse couplée à un spectromètre de masse après dérivation avec du BSTFA. <i>Pour les papellères:</i> Environnement Ontario et Environnement Canada, Pacific & Yukon Region, RESIN ACID (GC/MS) V 2.0 April, 1988.	Selon le contaminant	7 jours pour l'extraction 40 jours pour l'analyse
Acidité totale (pH = 8,3)	Capacité d'une eau à réagir avec une base forte.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 2310.	5 ppm	14 jours
Acidité libre (pH = 3,7)	Capacité d'une eau à réagir avec une base forte.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 2310.	5 ppm	14 jours
Alcalinité totale	Une portion de l'échantillon est titrée avec une solution étalonnée d'acide sulfurique. Le point d'inflexion de la courbe de titrage (point équivalent) est déterminé à l'aide de la technique utilisant les volumes du titrant aux pH = 4,50 et 4,20.	1. <i>Manuel des méthodes analytiques.</i> Environnement Canada. Qualité de l'eau. Région du Québec. 2. <i>Standard Methods</i> 17^e édition 1989. Méthode 2320.	0,5 ppm	14 jours

Effluents industriels : Principes méthodologiques et références des méthodes à utiliser pour l'analyse des paramètres requis (suite)

Paramètre(s)	Principe méthodologique	Référence(s)	Limite de détection	Délai maximal de conservation
Azote ammoniacal (N-NH ₃)	Réaction de l'ammoniaque avec le phénol et l'hypochlorite de sodium. Donne le complexe de bleu d'indophénol qui permet le dosage colorimétrique de l'azote ammoniacal.	1. <i>Analyse de l'azote ammoniacal par la méthode automatisée de la réaction de Berthelot</i> . Environnement Canada, Conservation et Protection, Région du Québec. 2. <i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthodes 4500-NH ₃ B, C et H.	0,05 ppm	28 jours
Azote Kjeldahl total (NKT)	Une portion de l'échantillon est digérée en présence de sulfate de mercure, sulfate de potassium et d'acide sulfurique. La réaction de l'ammoniaque avec le phénol et l'hypochlorite de sodium donne le complexe de bleu d'indophénol qui permet le dosage colorimétrique de l'azote ammoniacal.	1. <i>Analyse de l'azote ammoniacal par la méthode automatisée de la réaction de Berthelot</i> . Environnement Canada, Conservation et Protection, Région du Québec. 2. <i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthodes 4500-N B, C et 4500-NH ₃ H.	0,5 ppm	28 jours
Biphényles polychlorés (BPC)	L'échantillon est extrait avec du chlorure de méthylène. L'extrait est analysé par CPG avec un détecteur à capture d'électrons.	MENVIQ 1985, BPC.	Selon le contaminant	7 jours pour l'extraction 28 jours pour l'analyse
Chlorures (Cl ⁻)	La méthode est basée sur la libération de l'ion thiocyanate (SCN ⁻) qui réagit en présence de l'ion ferrique pour former le complexe coloré de thiocyanate ferrique. La concentration du complexe est proportionnelle à la concentration des ions chlorures.	1. <i>Manuel des méthodes analytiques</i> . Environnement Canada. Qualité de l'eau. Région du Québec. 2. <i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 4500-Cl-E.	0,4 ppm	28 jours
Chlore libre	Méthode colorimétrique utilisant le DPD comme indicateur produisant une couleur rouge.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 4500-Cl G.	-	30 minutes

Effluents industriels : Principes méthodologiques et références des méthodes à utiliser pour l'analyse des paramètres requis (suite)

Paramètre(s)	Principe méthodologique	Référence(s)	Limite de détection	Délai maximal de conservation
Carbone total (CT)	1. Combustion et dosage à l'aide d'un analyseur infrarouge. 2. Oxydation du carbone organique par le persulfate de potassium et la lumière U.V. Dosage à l'aide d'un analyseur infrarouge.	1. <i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 5310 B. 2. <i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 5310 C.	0,3 ppm	7 jours
Carbone organique total (COT)	1. Combustion et dosage à l'aide d'un analyseur infrarouge. 2. Oxydation du carbone organique par le persulfate de potassium et la lumière U.V. Dosage à l'aide d'un analyseur infrarouge.	1. <i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 5310 B. 2. <i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 5310 C.	0,3 ppm	28 jours
Carbone inorganique total (CIT) CIT = CT - COT	Voir COT et CT.	Voir COT et CT.	Voir COT 0,3 ppm	28 jours
Chrome hexavalent (Cr ⁺⁶)	Méthode colorimétrique. Réaction du chrome hexavalent avec le diphényle carboxyde en solution acide. La lecture du complexe rouge-violet se fait à 540 nm.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 3500 D.	0,05 ppm	24 heures
Couleur filtrée	Une portion de l'échantillon est préalablement filtrée sur une membrane de 0,45 µm. La couleur du filtrat est déterminée par spectrophotométrie à 455 nm.	<i>Manuel des méthodes analytiques</i> , Environnement Canada. Qualité de l'eau. Région du Québec.	-	48 heures
Cyanates	Réaction de l'ammoniaque avec le phénol et de l'hypochlorite de sodium qui donne le complexe de bleu d'indophénol qui permet le dosage colorimétrique des cyanates.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 4500-CN L.	0,5 ppm	14 jours

Effluents industriels : Principes méthodologiques et références des méthodes à utiliser pour l'analyse des paramètres requis (suite)

Paramètre(s)	Principe méthodologique	Référence(s)	Limite de détection	Délai maximal de conservation
Cyanures totaux (CN ⁻)	Distillation en milieu acide avec capture des cyanures en milieu basique.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthodes 4500-CN B, C, E et F.	0,009 ppm	14 jours
Cyanures dissociables	Distillation en milieu faiblement acide avec capture des cyanures en milieu basique.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 4500-CN I.	0,009 ppm	14 jours
Demande biologique en oxygène 5 jours (DBO ₅) totale	L'échantillon est incubé pendant cinq jours dans une bouteille hermétiquement fermée et dans des conditions spécifiques. L'oxygène dissous (OD) est mesuré avant et après incubation. La différence entre les deux mesures correspond à la DBO.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 5210 B.	5 ppm	24 heures ou congélation
Demande biologique en oxygène 5 jours filtrée	Le principe est le même que pour la DBO ₅ totale sauf que l'échantillon est préalablement filtré sur une membrane de 0,45 µm.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 5210 B.	5 ppm	24 heures ou congélation
Demande chimique en oxygène (DCO) totale	Distillation sous réfrigérant à reflux en milieu acide et dosage titrimétrique.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 5220 B.	4 ppm	28 jours
Demande chimique en oxygène (DCO) filtrée	L'échantillon est filtré (0,45 µm) avant l'ajout de l'agent de conservation. Distillation à reflux en milieu acide et dosage titrimétrique.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 5220 B.	4 ppm	28 jours
Dioxines et furannes	L'échantillon auquel un mélange de solutions étalons internes a été ajouté est extrait avec du chlorure de méthylène. L'extrait est concentré, purifié sur une colonne acide-base et alumine et analysé par CPG/SM en basse résolution.	<i>Méthode de référence</i> . SPE 1/RM/3 (révisée). Environnement Canada, mai 1990.	Selon le contaminant	7 jours pour l'extraction 28 jours pour l'analyse

Effluents industriels : Principes méthodologiques et références des méthodes à utiliser pour l'analyse des paramètres requis (suite)

Paramètre(s)	Principe méthodologique	Référence(s)	Limite de détection	Délai maximal de conservation
Dureté totale	1. L'échantillon est titré à pH tamponné avec une solution d'EDTA et forme un complexe avec les ions calcium et magnésium. La fin du titrage est indiquée par le virage de l'indicateur noir d'ériochrome T préalablement ajouté. 2. La dureté est déterminée par l'analyse du calcium et du magnésium par spectrométrie d'absorption atomique à la flamme ou par I.C.P.	1. <i>Manuel des méthodes analytiques</i>. Environnement Canada. Qualité de l'eau. Région du Québec. 2. <i>Standard Methods</i> 17^e édition 1989. Méthodes 3111 B et 3120 B.	1 ppm	24 heures 6 mois
Éthylène-glycol	Réaction colorimétrique et dosage par spectrométrie.	Méthode MENVIQ 89.11/404-E.G. 1.1.	-	-
Analyse de substances organiques: - Extraction acide - Extraction basique - Extraction neutre	Extraction liquide-liquide d'un volume connu de l'échantillon à pH >11 et pH <2 avec le chlorure de méthylène. Concentration de l'extrait à 1 ml. Séparation par CPG couplée à la spectrométrie de masse.	Méthode 8270 (GC/MS), EPA 1986.	Selon le contaminant	7 jours pour l'extraction 40 jours pour l'analyse
Fluorures (F ⁻)	Mesure des fluorures en solution par électrode sélective.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthodes 4500-F ⁻ B et C.	0,06 ppm	28 jours
Huiles et graisses minérales	Extraction liquide-liquide avec solvant organique. L'extrait d'huiles et graisses est mélangé à du gel de silice pour absorber les acides gras. La solution d'huiles et graisses minérales restante est analysée par spectrophotométrie infrarouge.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthodes 5520 B, C et F.	0,2 ppm	28 jours
Huiles et graisses totales	Extraction liquide-liquide avec solvant organique. L'extrait est analysé par spectrophotométrie infrarouge.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthodes 5520 B et C.	0,2 ppm	28 jours

Effluents industriels : Principes méthodologiques et références des méthodes à utiliser pour l'analyse des paramètres requis (suite)

Paramètre(s)	Principe méthodologique	Référence(s)	Limite de détection	Délai maximal de conservation
Hydrocarbures poly-aromatiques (HPA)	Un volume d'échantillon est extrait au chlorure de méthylène. Après concentration de l'extrait et purification sur gel de silice, l'extrait est injecté et analysé par CPG/SM.	Méthode 8270 (GC/MS), EPA 1986. Purification: Méthode 3630, EPA.	Selon le contaminant	7 jours pour l'extraction 40 jours pour l'analyse
Matières en suspension (MES)	Filtration d'un volume homogène connu de l'échantillon et détermination gravimétrique.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 2540 C.	0,1 ppm	7 jours
Matières en suspension volatiles	MES calcinées à 550 °C.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 2540 E.	0,1 ppm	7 jours
Mercure (Hg) total	Digestion à l'acide nitrique/acide sulfurique (2:1) en présence de permanganate de potassium et de persulfate de potassium et dosage par spectrophotométrie d'absorption atomique avec génération de vapeur froide.	1. <i>Méthode d'analyse du mercure dans les eaux usées et les sédiments</i> . Environnement Canada, Conservation et Protection, Région du Québec. 2. <i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 3112.	0,0003 ppm	28 jours
Métaux: As Se	Digestion à l'acide nitrique et l'acide chlorhydrique. Analyse par spectromètre d'absorption atomique à la flamme combiné à un générateur d'hydrures ou par spectrophotométrie d'absorption atomique avec four au graphite.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthodes 3113, 3114 et 3030 F.	As: 0,003 ppm Se: 0,005 ppm	6 mois

Effluents industriels : Principes méthodologiques et références des méthodes à utiliser pour l'analyse des paramètres requis (suite)

Paramètre(s)	Principe méthodologique	Référence(s)	Limite de détection	Délai maximal de conservation	
Métaux totaux:					
Ag	Digestion avec HNO ₃ / HCl. Analyse par spectrophotométrie d'absorption atomique à la flamme ou par I.C.P.	1. <i>Méthode d'analyse des métaux dans les eaux usées d'effluents domestiques et industriels.</i> Environnement Canada, Conservation et Protection, Région du Québec. 1988. 2. <i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthodes 3111 B, C et D.	Ag 0,2 ppm	Al 0,5ppm	6 mois
Ba			Be 0,05 ppm		
Ca			Cd 0,05 ppm		
Co			Cr 0,1 ppm		
Cu			Fe 0,1 ppm		
K			Mg 0,025 ppm		
Mn			Na 0,1 ppm		
Ni			Pb 0,5 ppm		
Sb			Si 0,1 ppm		
Sn			Ti 0,05 ppm		
Tl			V 0,5 ppm		
Zn					
Métaux filtrés:					
Ag	Filtration de l'échantillon sur une membrane de 0,45 µm et ajout de l'agent de conservation. Analyse par spectrométrie d'absorption atomique à la flamme ou par I.C.P.	1. <i>Méthode d'analyse des métaux dans les eaux usées d'effluents domestiques et industriels.</i> Environnement Canada, Conservation et Protection, Région du Québec. 1988. 2. <i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthodes 3111 B, D et 3114.	Ag 0,2 ppm	Al 0,5 ppm	6 mois
Ba			Be 0,05 ppm		
Ca			Cd 0,05 ppm		
Co			Cr 0,1 ppm		
Cu			Fe 0,1 ppm		
K			Mg 0,025 ppm		
Mn			Na 0,1 ppm		
Ni			Pb 0,5 ppm		
Sb			Si 0,1 ppm		
Sn			Ti 0,05 ppm		
Tl			V 0,5 ppm		
Zn					

Effluents industriels : Principes méthodologiques et références des méthodes à utiliser pour l'analyse des paramètres requis (suite)

Paramètre(s)	Principe méthodologique	Référence(s)	Limite de détection	Délai maximal de conservation
Nitrites-nitrates en N ($\text{NO}_2 + \text{NO}_3$)	Réduction des nitrates en nitrites sur colonne de cadmium. Réaction des nitrites avec la sulfanilamide en milieu acide et N (naphtyl-1) éthylène-diamine dihydrochlorée pour former un complexe rouge mesurable par colorimétrie.	<i>Méthode automatisée de réduction au cadmium.</i> Environnement Canada, Conservation et Protection, Région du Québec.	0,02 ppm	24 heures après décongélation
Orthophosphates (o-PO_4)	Les orthophosphates réagissent avec le molybdate d'ammonium et le tartrate de potassium en milieu acide pour former un complexe bleu mesurable par colorimétrie.	1. <i>Méthode d'analyse du phosphore total et/ou orthophosphates par la méthode automatisée de la réduction par l'acide ascorbique.</i> Environnement Canada, Région du Québec. 2. <i>Méthode de P tot. sans autoclave</i> 3. <i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 4500-P.	0,01 ppm	28 jours
pH	Paramètre mesuré sur le terrain lors de l'échantillonnage.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 4500-H B.	—	—
Phénols (4-AAP) (par colorimétrie)	Distillation du phénol sous des conditions acides et réactions subséquentes du distillat avec le ferri-cyanure de potassium et l' amino-4 antipyrine pour former un complexe rouge. Lecture à 500 nm.	1. <i>Méthode standard pour le dosage des phénols dans les eaux usées domestiques et industrielles.</i> Environnement Canada, Conservation et Protection, Région du Québec. 2. <i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 5530 D.	0,007 ppm	28 jours
Phénols chlorés ou non chlorés	L'échantillon est acidifié et extrait avec du chlorure de méthylène. L'extrait est concentré et analysé par CPG/SM. Pour les papetières, un dérivé in-situ avec de l'anhydride acétique est préparé avant l'analyse.	Méthode 8270 (GC/MS), EPA 1986. <i>Pour les papetières:</i> - phénols chlorés : Paprican - phénols non chlorés: méthode 8270, EPA, 1986.	Selon le contaminant	7 jours pour l'extraction 40 jours pour l'analyse

Effluents industriels : Principes méthodologiques et références des méthodes à utiliser pour l'analyse des paramètres requis (suite)

Paramètre(s)	Principe méthodologique	Référence(s)	Limite de détection	Délai maximal de conservation
Phosphore organique total (P org. tot.)	Concentration de phosphore total moins la somme des concentrations des phosphates hydrolysables à l'acide et des phosphates réactifs.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 4500-P.	0,01 ppm	28 jours
Phosphore total (P tot.)	Digestion des différentes formes de phosphates pour les transformer en orthophosphates. Réaction de ceux-ci avec le molybdate d'ammonium et le tartrate de potassium en milieu acide pour former un complexe bleu mesurable par colorimétrie.	1. <i>Méthode d'analyse du phosphore total et/ou orthophosphates par la méthode automatisée de la réduction par l'acide ascorbique</i> . Environnement Canada. Région du Québec. 2. <i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 4500-P.	0,01 ppm	28 jours
Silice réactive (SiO ₂)	Méthode colorimétrique. Dosage des silicates en milieu acide avec le molybdate d'ammonium pour donner le complexe de bleu de méthylène. Lecture à 660 nm.	<i>Manuel des méthodes analytiques</i> . Environnement Canada. Qualité de l'eau. Région du Québec.	0,2 ppm	7 jours
Solides décantables	Un échantillon de 1 litre est transféré dans un cône d'Imhoff. Après un temps de décantation prédéterminé, le volume ou le poids de la fraction sédimentée au fond du cône est évalué par rapport au volume initial d'échantillon dans le cône.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 2540 F.	1 ml/l	7 jours
Solides totaux (ST)	Évaporation au bain-marie d'un volume homogène connu de l'échantillon et détermination gravimétrique.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 2540 B.	1 ppm	7 jours

Effluents industriels : Principes méthodologiques et références des méthodes à utiliser pour l'analyse des paramètres requis (suite)

Paramètre(s)	Principe méthodologique	Référence(s)	Limite de détection	Délai maximal de conservation
Solides dissous (SD)	SD = ST - MES	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthodes 2540 B et C.	1 ppm	7 jours
Substances organiques volatiles (SOV)	On fait barboter un gaz inerte dans 5 ml d'un échantillon. Les composés volatils sont transférés et adsorbés sur une colonne. Quand la purge est terminée, la colonne est chauffée et rincée avec le gaz inerte. Les composés volatils sont alors désorbés et transportés vers une colonne de CPG pour analyse.	Méthode 8240 (GC/MS), EPA 1986.	Selon le contaminant	7 jours pour l'extraction 14 jours pour l'analyse Note: Pour le benzène le toluène ou l'éthylbenzène, le délai d'analyse est de 7 jours
Sulfates (SO_4^{2-})	Élimination des interférences sur colonne échangeuse d'ions et réaction avec le chlorure de baryum à pH = 2,5 pour former le sulfate de baryum. L'excès de baryum forme un complexe avec le bleu de méthyl-thymol. Le bleu de méthyl-thymol non complexé, proportionnel à la quantité initiale de SO_4^{2-} est mesuré par colorimétrie.	1. <i>Méthode d'analyse des sulfates dans l'eau de surface et les eaux usées domestiques et industrielles</i> . Environnement Canada. Région du Québec. 2. <i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 4500- SO_4^{2-} F.	0,4 ppm	28 jours
Sulfures totaux (S^{2-})	Méthode iodométrique. Réaction de l'iode d'une solution titrante avec les ions sulfures en milieu acide. Les ions sulfures sont alors oxydés en soufre.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthodes 4500- S^{2-} C et E.	1 ppm	28 jours
Tannins et lignines	Les tannins et lignines réduisent les acides tungstophosphorique et molybdophosphorique menant ainsi à la production d'une couleur bleue. Dosage par spectrophotométrie.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e Edition 1989. Méthode 5550 B.	acide tannique: 0,1 ppm lignine: 0,3 ppm	—

Effluents industriels : Principes méthodologiques et références des méthodes à utiliser pour l'analyse des paramètres requis (suite)

Paramètre(s)	Principe méthodologique	Référence(s)	Limite de détection	Délai maximal de conservation
Thiocyanates	Le groupe SCN ⁻ forme un complexe fortement coloré en présence d'ion Fe ³⁺ à pH acide. Détermination colorimétrique.	<i>Standard Methods</i> 17 ^e édition 1989. Méthode 4500-CN M.	0,1 ppm	14 jours
Toxicité aiguë micro-organismes - <i>Daphnia Magna</i>	Un nombre connu de <i>Daphnia magna</i> est exposé à différentes concentrations d'un échantillon d'effluent pendant 48 heures. On établit le taux de mortalité des daphnies pour les différentes concentrations et le bain témoin, et la CL ₅₀ pour l'effluent est calculée.	<i>Daphnia Magna acute lethality toxicity</i> . Test protocol. Ontario Ministry of the Environment.	—	48 heures
Microtox	Mesure de l'inhibition de la bioluminescence d'une population bactérienne exposée à des conditions définies. Les résultats sont exprimés en CI ₅₀ -15 minutes.	Bureau de normalisation du Québec. <i>Eaux - détermination de la toxicité</i> .	--	48 heures
Toxicité aiguë - truite (CL ₅₀) - 96 h	Exposition de truites arc-en-ciel à un effluent contenant une concentration donnée d'une ou de plusieurs substances chimiques pendant 96 heures dans des conditions définies.	Environnement Canada. <i>Méthode normalisée de contrôle de la toxicité aiguë des effluents</i> , 1980.	--	48 heures
Toxicité aiguë truite - (TL ₅₀)	Exposition de truites arc-en-ciel à une concentration donnée d'un échantillon de l'effluent et mesure du temps nécessaire pour entraîner la mort de 50 p.100 des sujets exposés.	Environnement Canada. <i>Méthode normalisée de contrôle de la toxicité aiguë des effluents</i> , 1980.	—	48 heures

Remarque : Les limites de détection sont calculées d'après la procédure normalisée du MISA: *Estimation of Analytical Method Detection Limits (MDL)*. Ontario Ministry of the Environment, 1988.