

DFO - Library / MPO - Bibliothèque



12030556

GUIDE TECHNIQUE

**POUR L'ETUDE DU SUIVI DES EFFETS SUR
L'ENVIRONNEMENT AQUATIQUE
VISÉS PAR LA *LOI FÉDÉRALE SUR LES PÊCHES***

**ENVIRONNEMENT CANADA
PÊCHES ET OCÉANS CANADA**

VERSION 1.0

AVRIL 1993

QH
545
.W3
T4314

150869

QH
545
-W3
T4314

GUIDE TECHNIQUE

**POUR L'ETUDE DU SUIVI DES EFFETS SUR L'ENVIRONNEMENT
AQUATIQUE VISÉS PAR LA *LOI FÉDÉRALE SUR LES PÊCHES***

**ENVIRONNEMENT CANADA
PÊCHES ET OCÉANS CANADA**

**THE LIBRARY
BEDFORD INSTITUTE OF
OCEANOGRAPHY
BOX 1006
DARTMOUTH, N.S. B2Y 4A2**

Department of Fisheries
& Oceans
APR 5 1993
Ministère des Pêches et des
Océans
OTTAWA

**VERSION 1.0
AVRIL 1993**

also available in English

THE CANADIAN
DEPARTMENT OF
FISH AND OCEANOGRAPHY
OCEANOGRAPHY
OCEANOGRAPHY

TABLE DES MATIÈRES

1. INTRODUCTION	1
1.1 But du guide technique	1
2. DESCRIPTION D'UNE ZONE D'ÉTUDE ET DE RÉFÉRENCE	2
2.1 Échantillonnage exploratoire	3
2.2 Délimitation de la zone de mélange de l'effluent	4
2.2.1 Méthodes	4
2.2.2 Utilisation de traceurs	5
2.2.3 Utilisation de modèles prédictifs	9
2.2.4 Considérations propres au milieu	9
2.3 Inventaire et classification des habitats	13
2.3.1 Considérations propres à l'environnement	15
2.3.2 Classification des habitats	15
2.3.3 Délimitation des zones de dépôt	19
2.4 Inventaire des ressources	19
2.5 Cartographie détaillée de l'emplacement	20
2.6 Données antérieures sur le milieu récepteur	20
2.7 Qualité de l'effluent, historique et exploitation des installations	24
2.7.1 Qualité et caractérisation de l'effluent	24
3. CONCEPTION DE L'ÉCHANTILLONNAGE	27
3.1 Position des stations d'échantillonnage	27
3.2 Calendrier de l'étude	27
3.3 Plan d'échantillonnage	28
3.4 Nombre de stations d'échantillonnage	28
3.5 Comparaisons spatiales	32
3.6 Comparaisons temporelles	33
3.7 Composantes de la variation	34
3.7.1 Allocation d'effort	35
3.7.2 Tolérance au biais	35
4. EXIGENCES GÉNÉRALES RELATIVES À L'ASSURANCE ET AU CONTRÔLE DE QUALITÉ (AQ/CQ) EN VUE DE LA TENUE DES ESEE	36
4.1 Gestion de la qualité	41
4.1.1 Procédures opérationnelles standardisées	41
4.1.2 Objectifs de qualité des données	42
4.2 Fonctions de l'assurance de la qualité	42
4.3 Opérations sur le terrain	43
4.4 Activités de laboratoire	44
4.4.1 Laboratoires de biologie	44
4.4.2 Laboratoires de toxicologie	45

4.4.3 Laboratoires de chimie	47
4.4.4 Laboratoires de microbiologie	48
5. PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LES ANALYSES PHYSIQUES, CHIMIQUES, BACTÉRIOLOGIQUES ET TOXICOLOGIQUES	51
5.1 Échantillonnage de l'effluent	51
5.1.1 Mesure du débit	51
5.1.2 Expédition et stockage	53
5.1.3 Appareils automatiques d'échantillonnage composé	55
5.1.4 Subdivision des échantillons	56
5.1.5 Méthodes de nettoyage du matériel	56
5.1.6 Échantillonnage en vue des essais de toxicité	56
5.2 Plans d'eau récepteurs	57
5.2.1 Chimie	57
5.2.2 Toxicité	58
5.3 Sédiments	58
5.4 Résidus dans les tissus	59
6. ANALYSES CHIMIQUES, PHYSIQUES ET BACTÉRIOLOGIQUES	62
6.1 Assurance de la qualité des analyses	62
6.1.1 Manipulation et suivi des données	62
6.1.2 Bonnes pratiques de laboratoire	64
6.1.3 Mise au point des chromatographes gazeux (CG)/spectromètres de masse (SM) et vérification du rendement	65
6.1.4 Caractérisation des substances organiques	65
6.1.5 Vérification de la réponse des instruments	65
6.1.6 Critères d'étalonnage des appareils	72
6.1.7 Documentation analytique	72
6.2 Contrôle de la qualité des analyses	73
6.2.1 Contrôle de l'étalonnage	76
6.2.2 Précision	77
6.2.3 Exactitude et biais	77
6.2.4 Récupération	78
6.2.5 Limites de détection	79
6.3 Conventions pour la présentation des rapports de données	80
6.4 Principes des méthodes physiques et chimiques	80
6.4.1 Acides résineux et gras dans les effluents	81
6.4.2 Dioxines et furannes chlorés dans les sédiments et les tissus	81
6.4.3 Analyse des lipides	81
6.4.4 Catéchols, phénols et gaïacols chlorés	82
6.5 Principes de méthodes bactériologiques	82
7. RECENSEMENT DES POISSONS ADULTES	83
7.1 Sélection des espèces sentinelles en vue du suivi	83
7.2 Populations de poissons de référence	85

7.3	Évaluation de la population piscicole	87
7.3.1	Prise de poissons et traitement des échantillons	87
8.	ÉVALUATION DE LA COMMUNAUTÉ BENTHIQUE	92
8.1	Échantillonnage et enregistrement des données	92
8.1.1	Conception de l'échantillonnage : recensements extensifs ou intensifs	92
8.1.2	Période d'échantillonnage	93
8.1.3	Méthodes d'échantillonnage	93
8.1.4	Tamissage	99
8.1.5	Conservation	99
8.2	Tri de l'échantillon, sous-échantillonnage et préparation des spécimens	101
8.3	Taxonomie	101
8.4	Évaluation de la communauté intertidale	103
9.	ÉVALUATION DE L'ALTÉRATION	104
9.1	Prise et préparation des échantillons	104
9.2	Test avec jurys	105
9.2.1	Composition et sélection du jury	105
9.2.2	Test de comparaison par paires	105
9.2.3	Test en triangle	105
9.2.4	Méthodes utilisant des échelles hédoniques	106
10.	ESSAIS DE COMPORTEMENT	107
11.	ESSAIS DE TOXICITÉ SUBLÉTALE	108
11.1	Tests de développement des poissons aux premiers stades de la vie	109
11.2	Tests de reproduction des invertébrés	111
11.3	Tests de toxicité pour les plantes	112
11.4	Tests de génotoxicité	112
11.5	Échantillonnage des eaux réceptrices pour des tests de toxicité sublétales	112
11.6	Tests de toxicité des sédiments	112
11.7	Tests de létalité in situ pour les poissons	114
12.	TRACEURS CHIMIQUES/BIOCHIMIQUES	117
12.1	Traceurs pour les recensements de poissons adultes	117
12.2	Traceurs pour les recensements d'invertébrés benthiques	118
	GLOSSAIRE	119
	RÉFÉRENCES	124

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 : Paramètres applicables aux habitats	14
Tableau 2.2 : Sous-classes de substrats et types de dominance	18
Tableau 2.3 : Modifications de salinités	18
Tableau 2.4 : Modifications du régime hydrologique	21
Tableau 2.5 : Exemple de renseignements relatifs à l'inventaire des ressources	21
Tableau 2.6 : Exemple : liste de pointage des opérations de la fabrique de pâtes et papiers	25
Tableau 2.7 : Tableau cumulatif annuel des caractéristiques de l'effluent de la fabrique	26
Tableau 4.1 : Exemple : liste de pointage d'assurance de la qualité pour les études de biologie aquatique	37
Tableau 4.2 : Exemple : liste de pointage d'assurance de la qualité pour les essais de toxicologie sur des organismes aquatiques	38
Tableau 4.3 : Exemple : liste de pointage d'assurance de la qualité pour les analyses physiques et chimiques	39
Tableau 4.4 : Exemple : liste de pointage d'assurance de la qualité pour les analyses bactériologiques	40
Tableau 5.1 : Échantillonnage des effluents : critères recommandés	52
Tableau 5.2 : Recommandations relatives à la manipulation : échantillons d'effluent et d'eau du plan récepteur	54
Tableau 5.3 : Caractéristiques des carottiers	60
Tableau 6.1 : Résumé des méthodes d'analyse pour les effluents et les eaux réceptrices	66
Tableau 6.2 : Résumé des méthodes d'analyse pour les sédiments et les tissus	70
Tableau 6.3 : Recommandations pour le contrôle de la qualité (QC): substances inorganiques	74
Tableau 6.4 : Recommandations pour le contrôle de la qualité (QC) : substances organiques	75
Tableau 6.5 : Méthodes recommandées pour les analyses bactériologiques	82

Tableau 7.1 : Critères recommandés de sélection d'espèces sentinelles	85
Tableau 7.2 : Emplacements candidats pour les sites de référence dans les études sur le poisson adulte	86
Tableau 7.3 : Calendrier des prises de poissons: facteurs à considérer	88
Tableau 7.4 : Équipement pour la prise des poissons	89
Tableau 7.5 : Structures anatomiques communément utilisées pour la détermination de l'âge	90
Tableau 8.1 : Considérations pour l'évaluation et le rapport du recensement des communautés benthiques intertidales	94
Tableau 8.2 : Résumé des critères relatifs aux bennes échantillonneuses	96
Tableau 8.3 : Résumé des critères relatifs aux échantillonneurs à filet	98
Tableau 8.4 : Résumé des critères relatifs aux échantillonneurs à substrat artificiel	100
Tableau 8.5 : Niveau général de précision taxonomique visé dans des échantillons de macroinvertébrés benthiques	102
Tableau 11.1 : Paramètres AQ/CQ recommandés pour les essais de toxicité	109
Tableau 11.2 : Méthodes préférées pour les essais sur les effluents et les eaux réceptrices	110
Tableau 11.3 : Démarche proposée pour la comparaison des zones au moyen d'essais de toxicité des eaux réceptrices et des sédiments	113
Tableau 11.4 : Méthodes recommandées pour les essais de sédiments	115
LISTE DES FIGURES	
Figure 2.1 : Hiérarchie de la classification des habitats de milieux humides et d'eaux profondes, indiquant les systèmes, les sous-systèmes et les classes	16
Figure 2.2 : Carte de l'emplacement	22
Figure 3.1 : Risque pour la fabrique (α) et risque pour l'environnement (β)	30
Figure 3.2 : Nombre de stations (n) requis dans chaque zone afin de pouvoir distinguer des moyennes de zones qui diffèrent par $\Delta\mu$	31
Figure 6.1 : Registre de transmission des échantillons	63
Figure 7.1 : Régions du corps où les écailles des poissons de diverses espèces peuvent être enlevées	91

1. INTRODUCTION

Le programme d'étude du suivi des effets sur l'environnement (ESEE) a été élaboré afin d'évaluer l'efficacité de la réglementation sur les effluents qui découle de la *Loi sur les pêches*. Ce programme a été conçu en vue d'assurer l'uniformité du suivi à l'échelle nationale tout en considérant les facteurs spécifiques par site. Les exigences du programme sont données dans le document intitulé «Exigences en matière de surveillance des incidences environnementales sur le milieu aquatique» (SPE 1/RM/18; Environnement Canada et Pêches et Océans Canada, 1992a). Les exigences par secteur industriel sont précisées en annexe de ce document. Celles qui s'appliquent aux pâtes et papiers sont données à l'annexe 1 : «Suivi des effets sur l'environnement aquatique par les fabriques de pâtes et papiers et les installations extérieures de traitement visées par le *Règlement sur les effluents de fabriques de pâtes et papiers* de la *Loi sur les pêches* (Environnement Canada et Pêches et Océans Canada, 1992b).

1.1 But du guide technique

Le présent guide fournit une conduite générale et des recommandations sur les techniques et méthodes requises pour répondre aux exigences du programme de suivi des effets sur l'environnement. La liste n'est pas exhaustive et peut aussi comprendre des techniques qui ne sont pas requises dans tous les secteurs industriels. Ce document ne fournit pas une description complète des techniques acceptables; des techniques qui ne figurent pas dans ce document peuvent être utilisées pourvu que leur validité ait été établie sur le plan scientifique et qu'elles répondent aux objectifs et aux critères de performance du programme. La validité scientifique sera déterminée par l'officier régional d'autorisation (ORA).

2. DESCRIPTION DES ZONES D'ÉTUDE ET DE RÉFÉRENCE

La définition et la délimitation des zones d'étude et des zones de référence ainsi qu'une description de l'habitat relatif aux pêches sont nécessaires à la détermination des stations d'échantillonnage.

Les *zones d'étude* sont définies comme étant relativement homogènes en ce qui a trait au principal type d'habitat et au degré d'exposition aux rejets de la fabrique. Dans la plupart des cas, les limites des zones d'étude sont déterminées par la zone de mélange de l'effluent. La zone d'étude est composée du milieu récepteur qui est exposé aux effluents. Dans la zone d'étude, il y aura des sous-zones d'échantillonnage voisines et éloignées du déversement du rejet. Les premières sont situées près du déversement du rejet et sont davantage exposées à l'effluent que les sous-zones éloignées. Au moins une des sous-zones voisines devrait être située le plus près possible du site de déversement tout en étant localisée à l'extérieur de ce site. Les sous-zones éloignées sont situées à l'extérieur des lieux pour lesquels des résultats indiquent tout effet létal aigu. Il est recommandé de les positionner près de la limite du mélange de l'effluent. Des stations d'échantillonnage multiples dans chacune des sous-zones définies devraient servir à déterminer les variations spatiales.

En pratique, il y aura probablement presque toujours une ou plusieurs sous-zones éloignées pour les échantillonnages autres que ceux du poisson (ex. ; eau, sédiments, benthos). Le choix de l'emplacement des sous-zones éloignées devrait se fonder sur l'exposition à l'effluent. Toutes les sous-zones éloignées devraient être situées, si possible, de façon à éviter ou minimiser l'exposition à des rejets ne provenant pas de la fabrique.

La plupart des effluents sont rejetés de façon telle qu'au point de rejet, leur vitesse excède celle des plans d'eau récepteurs. La zone où cela se produit et où l'effluent flotte est appelée la *zone primaire de rejet (ZPR)*. Celle-ci est souvent caractérisée par une turbulence apparente et ne s'étend généralement pas sur plus de 5 à 50 m en aval de l'émissaire.

Les *zones de référence* sont situées idéalement dans le plan d'eau qui reçoit l'effluent de la fabrique, mais sont soustraites à toute influence possible du rejet (c.-à-d. qu'elles ne sont pas exposées à l'effluent). Lorsque le poisson peut se déplacer facilement entre les zones exposées et les zones non exposées, il peut être nécessaire de situer les zones de référence dans un autre plan d'eau. Les zones de référence devraient comporter des habitats naturels dont les caractéristiques sont semblables à celles des zones d'étude. Des zones de référence séparées devraient être choisies lorsqu'on a plusieurs types d'habitat identifiés dans la zone d'étude. On n'établira de comparaisons qu'à l'intérieur des grandes catégories d'habitats naturels. Des considérations d'ordre environnemental sont exposées ci-dessous pour le choix des zones de référence dans les cours d'eau, lacs, océans et estuaires.

Dans les *cours d'eau*, on doit, de préférence, situer les zones de référence en amont de la fabrique. Dans les cas où il se fait en amont des rejets importants d'effluents industriels ou municipaux, les zones de référence devraient être situées le plus loin possible de ces rejets, mais en amont de l'émissaire de la fabrique. Ceci permettra de déterminer toute concentration de «bruit de fond» de substances chimiques attribuables à des rejets produits en amont. À certains endroits, il peut être impossible de créer une zone de référence entre l'émissaire concerné et un émissaire situé en amont (ex. ; lorsque les deux émissaires sont

situés à très grande proximité). Dans de telles circonstances, il peut être particulièrement difficile de délimiter une zone de référence applicable aux poissons car, compte tenu de leur mobilité, il est peu probable qu'une population soit exposée uniquement au rejet d'amont sans l'être à celui de l'effluent concerné. Lorsque c'est le cas, il peut être nécessaire de déterminer une zone de référence distincte qui est située elle-même en amont de l'émissaire d'amont ou encore dans un bassin hydrographique différent.

Dans les lacs et océans, les zones de référence peuvent être situées, soit selon la direction du courant prédominant, soit contre celle-ci ou préférablement aux deux endroits, pour autant que ces zones se trouvent au-delà de l'influence possible de tout autre rejet de source industrielle ou municipale, et qu'elles soient par ailleurs semblables aux zones d'étude en ce qui a trait à l'habitat naturel et au potentiel biotique. Au besoin, la zone de référence d'une fabrique située sur les rives d'un lac peut se situer dans un autre lac qui présente des caractéristiques limnologiques similaires.

Les estuaires présentent des gradients naturels qui sont en relation avec la salinité et peut-être l'apport cumulatif des contaminants transportés par les tributaires. Dans certains cas, la rive opposée d'un estuaire peut constituer une zone de référence adéquate dans la mesure où elle présente des mêmes gradients de profondeur et de salinité sans être exposée à l'effluent. Dans d'autres cas, il peut être nécessaire d'utiliser un autre estuaire semblable.

L'information à obtenir pour les zones d'études et de référence est explicitée ci-dessous en sept catégories :

- 2.1 Échantillonnage exploratoire
- 2.2 Délimitation de la zone de mélange de l'effluent
- 2.3 Inventaire et classification des habitats
- 2.4 Inventaire des ressources
- 2.5 Cartographie détaillée des lieux
- 2.6 Données antérieures sur le milieu récepteur
- 2.7 Qualité de l'effluent, historique et exploitation

2.1 Échantillonnage exploratoire

Un échantillonnage exploratoire pourrait être utile aux endroits pour lesquels on n'a pas d'informations antérieures suffisantes en vue de localiser les zones d'étude et de référence. Cet échantillonnage exploratoire peut aussi servir à identifier les caractéristiques d'habitat pour un choix efficace des sites d'échantillonnage. Une équipe de terrain expérimentée peut évaluer l'étendue du panache d'après des mesures de la conductivité spécifique ou encore d'après des résultats d'une étude préliminaire avec colorants. Il lui est souvent possible de déterminer l'emplacement probable de lieux de dépôt en s'appuyant sur l'observation du débit et de la configuration des courants dans le plan récepteur. De cette façon, il est généralement possible de choisir des emplacements appropriés pour l'échantillonnage de l'eau et des sédiments. L'échantillonnage exploratoire du milieu récepteur peut être complété, au cours d'une seule campagne, par l'étude du panache et du transport des sédiments ainsi que par l'inventaire des ressources et des habitats essentiels.

2.2 Délimitation de la zone de mélange de l'effluent

2.2.1 Méthodes

Dans la plupart des plans d'eau récepteurs, l'emplacement et les gradients de dilution de la zone de mélange de l'effluent ne sont pas statiques car ils sont influencés par les changements du milieu récepteur lui-même et du déversement de l'effluent rejeté. La but de la délimitation de la zone est de définir la zone d'étude et la zone de référence où seront placées les stations d'échantillonnage. Il est recommandé que cette zone de mélange d'effluent soit délimitée, lorsque c'est possible ou applicable, en fonction des conditions dilution minimale, d'étendue maximale et des conditions moyennes à long terme. Les points dans la zone de dilution minimale sont affectés par l'exposition courte à la plus grande concentration d'effluent. Les points hors de l'étendue maximale ne sont pas affectés par le rejet, et ils peuvent être acceptables comme stations de référence. Les conditions moyennes permettent d'évaluer les incidences du rejet à long terme (les effets de toxicité chronique).

Les méthodes générales de délimitation de la zone de mélange de l'effluent seront examinées. Les variations de ces méthodes en fonction de différents types de plans d'eau récepteurs seront discutées à la section intitulée "Considérations propres au milieu" (section 2.2.4). La plupart de ces considérations ont trait au moment où sont faites les études de délimitation du panache par rapport aux caractéristiques des plans d'eau récepteurs.

La zone de mélange de l'effluent sera le plus souvent déterminée au moyen d'une étude de délimitation du panache. L'étendue de cette zone est déterminée par le choix d'une concentration donnée d'effluent. Par exemple, pour les études de l'effluent des pâtes et papiers, on utilise une limite de 1 % (dilution de 1:100). Les résultats d'essais de toxicité sublétales (décrits à la section 11) peuvent servir à redéfinir la concentration voulue de l'effluent. Les renseignements sur l'utilisation des études de délimitation du panache sont décrits plus loin au paragraphe a) et une explication sur la façon d'utiliser les résultats des essais sublétaux afin de déterminer la limite de concentration de l'effluent est donnée au paragraphe b). Dans certains cas, il peut ne pas être possible ou pratique de délimiter une zone de mélange de l'effluent à partir des méthodes susmentionnées. On doit alors considérer d'autres solutions. Certaines situations sont présentées ci-après à ce sujet.

Lorsque la position du panache d'effluent est très changeante (c.-à-d. que le panache change rapidement d'endroit, de volume ou de direction d'écoulement) ou lorsqu'il y a une dilution très élevée (c.-à-d. lorsque l'effluent est dilué très rapidement à proximité de l'émissaire et qu'il serait très difficile de choisir des stations d'échantillonnage), on est amené à penser à d'autres façons de déterminer la zone d'étude. D'autres méthodes devraient alors être proposées à l'officier régional d'autorisation et elles devraient s'accompagner d'une description détaillée ou d'une référence à une description détaillée. En général, une telle solution de rechange passerait par une caractérisation spatiale du milieu récepteur en fonction de la qualité des sédiments ou de l'eau ou bien de la toxicité, ou encore par la cartographie de la structure de la communauté benthique.

a) Études de délimitation des panaches : il est recommandé que la plage de variation de la zone de mélange soit définie en fonction des périodes d'étiage et de crue ou de marée haute et de marée basse.

Les études de délimitation du panache reposent sur la mesure de la concentration de traceurs dans l'effluent (voir à la section 2.2.2). Chaque type de milieu récepteur a ses propres caractéristiques dont il faut tenir compte lors de la conception des tests (se reporter aux "Considérations propres au milieu" à la section 2.2.4). Idéalement, le panache devrait être détecté jusqu'à l'atteinte de la concentration du «bruit de fond».

Les limites de la zone primaire de rejet ou sa bordure peuvent être identifiées sur le terrain comme étant les points où le panache de l'effluent et l'eau du plan récepteur se déplacent à la même vitesse.

La façon recommandée de vérifier les prévisions de dilution de l'effluent est de mesurer sa concentration au milieu de la zone primaire de rejet à partir d'échantillonnages à la profondeur où est observée la plus forte concentration (la couleur peut indiquer celle-ci). Cela peut être fait en prélevant trois ou quatre échantillons. La dilution initiale peut être calculée à partir de la concentration maximale mesurée du traceur, divisée par la concentration du traceur dans l'effluent avant le rejet.

Dans certains cas particuliers, il peut être impossible de mesurer le panache jusqu'à la limite spécifiée de résolution. L'étendue de la zone d'étude devrait être limitée ou élargie selon les besoins, selon le meilleur jugement professionnel possible. Par exemple, dans une rivière au débit insuffisant ou un plan d'eau récepteur où de nombreux autres rejets se font à proximité de celui de la fabrique, ces facteurs auront pour effet de compliquer les mesures de concentration et de confondre les résultats.

b) Utilisation des résultats d'essais de toxicité sublétales à la redéfinition de la concentration de l'effluent dans la zone de mélange de l'effluent : les fabriques peuvent utiliser les résultats des tests de toxicité sublétales pour redéfinir la concentration de l'effluent dans sa zone de mélange. Ce serait le cas lorsque le dixième de la concentration inhibitrice à 25 % (CI_{25}) ou la concentration minimale avec effet observé (CMEO) est supérieure à la limite précisée de résolution de l'étude de délimitation du panache. La section 11 fournit des indications sur les essais de toxicité sublétales (la CI_{25} est la concentration qu'on calcule pour une réduction de 25 % d'une mesure biologique qualitative relativement à un témoin).

2.2.2 Utilisation de traceurs

a) Types de traceurs : idéalement, le traceur du panache a un «bruit de fond» de concentration presque égal à zéro et un taux de décomposition à peu près nul (substance stable). Il peut être facilement mesuré à de faibles concentrations et peut aussi être libéré à taux constant. Ces conditions sont souhaitables car l'étendue du panache au moment où les mesures sont faites devrait refléter des conditions pratiquement stables au cours de la période de mesure et car la détection à de faibles concentrations est nécessaire pour obtenir les degrés de dilution requis.

- i) **Traceurs ajoutés** - Le traceur préféré est un colorant fluorescent. Le colorant recommandé est la Rhodamine WT. En effet, on a prouvé que ce produit n'est pas mutagène (Douglas et al., 1983) et risque peu d'être toxique et d'avoir des effets nuisibles sur le milieu aquatique (Parker, 1973). Il est sécuritaire lorsqu'il est manipulé avec attention. Il est généralement disponible et peut être facilement mesuré sur le terrain à une concentration de l'ordre de quelques $\mu\text{g/L}$. Il peut être considéré comme étant stable dans la plupart des cas et sa concentration de bruit de fond s'avère quasiment nulle. D'autres traceurs, tels que ceux cités ci-dessous, peuvent également être utilisés pourvu qu'ils soient valides scientifiquement.
- ii) **Contaminants contenus dans l'effluent** - Les effluents de la plupart des fabriques contiennent différents contaminants qui pourraient être utilisés comme traceurs pour délimiter la zone de mélange de l'effluent. Certains de ces contaminants peuvent beaucoup varier en masse déversée dans des plans d'eau récepteurs et ne sont pas facilement mesurés dans le milieu. Toutefois, la couleur de l'effluent et ses teneurs en sodium, chlorures, lignines et tannines ou chloroforme ont été utilisées.
- iii) **Traceurs naturels** - Dans le cas de rejets dans une eau douce, on pourrait utiliser un traceur naturel de l'effluent (ex.; conductivité) s'il est stable. Sa valeur dans l'effluent et sa valeur de bruit de fond ne sont pas très variables et ses mesures auraient l'exactitude voulue afin d'obtenir les dilutions de l'effluent requises, indépendamment des niveaux de bruit de fond.

b) Mélange : pour assurer un mélange complet avec l'effluent avant que celui-ci n'atteigne le plan d'eau récepteur, l'addition du traceur doit généralement se faire bien en amont dans l'émissaire. Lorsque le colorant est «injecté» dans un émissaire existant, la turbulence qui est produite dans l'émissaire en aval du point d'injection suffit à assurer le mélange complet du colorant partout dans l'effluent. Dans l'émissaire, la dilution du colorant est telle que tout changement de densité de l'effluent attribuable à l'addition du colorant est négligeable. On ne doit ajuster la densité du colorant que lorsque le colorant est appliqué à partir d'un bateau (ex.; à un endroit proposé pour la sortie de l'émissaire). Des petits écarts de température ($2\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $3\text{ }^{\circ}\text{C}$) entre l'effluent et le colorant sont suffisants pour créer une différence de densité significative. Lorsque le traceur n'a pas la même densité que l'effluent, il peut se séparer de ce dernier dans les plans d'eau récepteurs. La densité de la Rhodamine WT devrait être ajustée à l'aide d'hydrate de méthyle ou d'un solvant semblable (liquide de dilution) dont la densité est inférieure à 1. Faute d'avoir des liquides de dilution, on peut ajuster la densité du colorant à celle de l'effluent en mélangeant le colorant à l'effluent dans un rapport de 1 à 5.

c) Dégradation des traceurs : les traceurs fluorescents tels que la Rhodamine WT peuvent subir l'attaque d'agents oxydants (ex.; les agents de blanchiment, les sulfures, la lumière solaire, l'eau salée et les micro-organismes). Il est recommandé de procéder à des essais préliminaires sur l'interaction entre le colorant et l'effluent afin de vérifier la stabilité du traceur et de déterminer le coefficient de perte à appliquer au traceur.

Les effets de la lumière solaire et des micro-organismes sur la dégradation du traceur peuvent être déterminés par la mesure de la perte de concentration dans des échantillons exposés à la lumière solaire et par le maintien aux dilutions appropriées du mélange traceur-effluent et de l'eau du plan récepteur durant des observations préalables. Si le colorant se dégrade trop pour être utile, un autre colorant plus stable pourra être requis. L'hexafluorure de soufre a été utilisé à cette fin; il peut être détecté en très petites concentrations par chromatographie en phase gazeuse.

d) Système d'injection : pour simuler le fonctionnement d'un émissaire à taux de rejet continu, il est souhaitable d'utiliser un système d'injection à débit continu et à taux constant. Cette façon de procéder accroît la fiabilité des mesures sur le terrain. Il est recommandé d'utiliser une pompe volumétrique à débit constant (ex.; pompe à commande numérique Masterflex L/S). Un dispositif à charge constante constitue aussi une bonne méthode d'injection d'un colorant. Le débit devrait être vérifié au moins au commencement et à la fin de la période d'injection par mesure directe. La détermination du panache peut être répétée et on peut procéder à des vérifications du bilan de masse sur des «transects» traversant le panache. Dans le cas d'un traceur auquel n'est associé aucun «bruit de fond» (ex.; un colorant), le taux d'injection peut être calculé de la façon suivante :

$$q_{inj} = q_{eff} \cdot C_x \cdot 100 / [\%_{eff} \cdot C_o]$$

où :

- q_{inj} est le taux d'injection du traceur
- q_{eff} est le débit de l'effluent
- C_x est la concentration limite de détection du traceur
- $\%_{eff}$ est la limite du panache en % d'effluent
- C_o est la concentration du traceur dans le mélange injecté.

La concentration du traceur devrait être prise en compte dans le calcul du taux d'injection. La concentration du colorant dans la solution mère fournie par le fabricant est connue et toute dilution de cette solution devrait être prise en compte dans le calcul du taux d'injection afin de déterminer quelle est la concentration du colorant dans le mélange injecté.

Au moyen de l'équation susmentionnée, l'injection à taux constant du traceur est déterminée par la mesure du débit de l'effluent et ensuite par la détermination du taux d'injection applicable du traceur, compte tenu des limites de détection de la technique de mesure de la concentration du traceur. Par exemple, si la limite de détection du traceur est de $1 \mu\text{gL}^{-1}$, si le panache doit être déterminé à une dilution de 1 % d'effluent, si le débit de l'effluent est de 1000 L sec^{-1} et si la concentration du traceur dans le mélange d'injection est de $1 \times 10^9 \mu\text{gL}^{-1}$, on peut alors calculer, à l'aide de l'équation, que le taux requis d'injection est de $0,0001 \text{ L sec}^{-1}$.

e) Mesures sur le terrain : cette section suppose l'utilisation de la Rhodamine WT comme traceur. Si un autre traceur est employé, des modifications appropriées seront requises par rapport à la méthode préconisée ici. Les détails sur l'utilisation de la Rhodamine WT sont disponibles auprès des manufacturiers des fluoromètres ainsi qu'auprès de U.S. Geological Survey (1986, 1989). Lorsqu'il s'agit d'une fabrique qui compte plusieurs rejets d'eaux de procédé, il est recommandé que chaque rejet soit étudié séparément à l'aide d'un colorant afin de déterminer sa propre configuration.

La méthode recommandée est la suivante :

- i. Relever avec soin la position des stations de mesure de la concentration du traceur dans le panache. La précision du système de positionnement devrait être déterminée selon une spécificité de site.
- ii. Mesurer la concentration du traceur le long de lignes perpendiculaires à la direction de déplacement du panache en traversant le panache à bord d'un bateau équipé d'un fluoromètre enregistreur à débit continu et un système d'échantillonnage à pompe ou encore, de préférence, d'un fluoromètre immerisible *in situ*. Il est recommandé d'utiliser un fluoromètre *in situ* remorqué avec un système de positionnement exact en temps réel. Ce type de dispositif pourrait être remorqué plusieurs fois à différentes profondeurs dans la colonne d'eau pour obtenir rapidement une image en trois dimensions de la concentration de l'effluent. Les fluoromètres *in situ* règlent bon nombre des problèmes associés à un système de prélèvement par pompe moins coûteux; ces problèmes sont notamment le mélange dans le tuyau d'échantillonnage, le délai qui résulte du transport du liquide dans ce tuyau et le décalage subséquent de la réponse par rapport au gradient de concentration. Lorsque les profils de concentration du colorant sont mesurés *in situ*, le point où se fait la mesure et la position du bateau sont les mêmes, ce qui n'est pas le cas avec une pompe d'échantillonnage. Il est recommandé de procéder par échantillons instantanés qui seront analysés en laboratoire seulement si le panache n'est pas accessible par bateau. Il faut alors prélever au moins 12 échantillons à chaque "transect" dans le panache afin de définir avec une exactitude suffisante la configuration du panache. Cette méthode est plus lente, donne une faible définition spatiale et ne fournit pas un profil continu de la concentration du traceur. Par conséquent, il est alors difficile d'explicitier un bilan de masse du traceur.
- iii. La profondeur de l'échantillonnage doit refléter la distribution en profondeur du traceur. La profondeur de la concentration maximale du traceur est utilisée pour tracer les profils de concentration du traceur. En utilisant un traceur constitutif de l'effluent, les effets de la stratification de l'effluent dans les plans d'eau récepteurs sont directement mesurés. Lorsque l'effluent n'est pas bien mélangé en fonction de la profondeur, son profil vertical devrait être défini. Le remorquage devrait se faire à la profondeur de la concentration maximale et s'accompagner de vérifications périodiques pour s'assurer que le remorquage se fait dans la zone de concentration maximale.
- iv. Échantillonner le panache à différentes distances en aval, en doublant à peu près la distance entre les "transects" progressivement vers l'aval; cela permet de déterminer des caractéristiques inhabituelles du panache. Celles-ci pourraient comprendre des concentrations élevées à certains endroits au-delà de la distance où la concentration de l'effluent est tombée sous la concentration spécifiée (ex.; par accumulation dans une anse, une baie, etc.). Ou bien un courant de fond a transporté l'effluent en aval ou au large et l'a ramené en surface.

- v. Procéder à la mesure et au relevé de la bathymétrie (le recours aux techniques sonar donnent généralement de bons résultats) aux stations utilisées pour la délimitation du panache du traceur. Déterminer les positions des transects au moyen d'un système de positionnement avec des repères optiques situés sur la rive. Lorsqu'il existe des cartes hydrographiques détaillées, il peut ne pas être nécessaire de procéder à un relevé bathymétrique. Il est recommandé que les données bathymétriques du plan d'eau récepteur soient portées sur une carte de la région d'étude.
- vi. Si le panache est influencé par d'autres panaches situés dans les environs, il faut planifier le programme d'échantillonnage de la qualité de l'eau de façon à tenir compte de ces derniers. Pour les autres rejets situés en amont, on prélève un échantillon pour déterminer la qualité de l'eau en amont de l'émissaire étudié et pour le considérer comme concentration de bruit de fond en vue de l'étude de la qualité de l'eau dans le panache.

2.2.3 Utilisation de modèles prédictifs

L'emploi de modèles de prévision des panaches rend possible une caractérisation plus complète du panache à partir d'échantillons prélevés durant l'étude sur la délimitation du panache. La modélisation constitue un moyen d'extrapoler des résultats à partir de mesures du panache pour définir l'étendue des secteurs éloignés de la zone primaire de rejet et pour simuler l'injection continue d'effluent typique des conditions d'exploitation des fabriques. Les modèles de panaches aident aussi à l'interprétation des données prélevées lorsque la configuration du panache est fortement influencée par la direction des courants ambiants (ex.; lacs et mers) et lorsque le plan d'eau récepteur est caractérisé par une longue période de renouvellement (ex.; eaux stagnantes).

Lorsque des courants ambiants modifient la configuration du panache, les caractéristiques de ce dernier peuvent être établies par analyse statistique des données recueillies par les courantomètres. Lorsque la période de renouvellement est longue, les concentrations mesurées de colorant servent à calibrer un modèle numérique de diffusion par transport. Le modèle peut alors servir à simuler l'accumulation les characteristics des effluents et de delineation d'un rejet continu. Le modèle se prête à différentes conditions (ex.; variations saisonnières des vents et des mouvements des masses d'eau); on peut ainsi surmonter les limites associées à des conditions particulières enregistrées au cours d'une seule étude sur le terrain. Les "extrants" du modèle peuvent être analysés statistiquement pour déterminer correctement les régions cherchées d'étendue maximale, de conditions moyennes et de dilution minimum. Une discussion de modèles appropriés de panaches pour ces calculs peut être trouvée dans les articles de U.S. Army Corps of Engineers (1986) et de Liu et Leendertse (1987).

2.2.4 Considérations propres au milieu

Aux fins de cet ouvrage, le type d'eau réceptrice est basé sur les caractéristiques suivantes qui prédominent le plus :

- a. cours d'eau - courant d'eau douce dans une direction seulement avec écoulement variable selon la saison;
- b. lac - courants d'eau douce dans plusieurs directions;
- c. estuaire - eau douce et eau marine stratifiées avec marées;
- d. fjord - alimentation en eau douce assez restreinte et présence de marées;
- e. océan - marées et courants d'eau marine dans plusieurs directions.

Des méthodes recommandées selon les différents types de plans d'eau sont présentées ci-dessous .

a) Cours d'eau : pour englober la gamme des conditions prévues, les études de délimitation du panache devraient être faites en période d'étiage annuel et de crue annuelle. Si l'une ou l'autre de ces situations se produit sous une couche de glace, on devrait utiliser le débit d'étiage ou de crue maximum noté au cours de la période exempte de glace pour des raisons opérationnelles et sécuritaires. La technique d'injection continue d'un traceur à taux constant devrait être utilisée (section 2.2.2d). Le nombre de mesures sera particulier au site. Il est recommandé que les concentrations soient mesurées à divers endroits en aval et que soit déterminée l'étendue spatiale du panache. Les essais par doses massives (slug tests) constituent également une technique opportune pour assurer le suivi le mélange dans les cours d'eau.

Le flux du cours d'eau pour des conditions moyennes à long terme peut être «interpolé» à partir des configurations mesurées du panache en conditions d'étiage annuel et de crue annuelle (U.S. EPA, 1987). Des calculs et des modélisations peuvent être utilisés pour cette interpolation.

b) Lacs : la méthode recommandée pour délimiter le panache d'un effluent déversé dans un lac est celle de l'injection continue de traceur. Le «slug test» constitue également une technique acceptable pour assurer le suivi du mélange dans les lacs. Voici les grandes considérations dont il faut tenir compte dans la conception de l'étude :

- i. le sens de l'écoulement et les caractéristiques de dilution du panache varient selon les courants dominants;
- ii. il n'y a peut-être pas de mélange efficace de l'effluent en fonction de la profondeur;
- iii. la plupart du temps, le panache de l'effluent se trouve près de la surface;
- iv. le traceur a la même densité que l'effluent.

Les études avec traceur devraient être conçues pour répondre aux exigences générales et pour prendre en considération les variations saisonnières. La durée de chaque étude et le moment choisi pour la faire dépendront en partie des courants dominants.

Parallèlement aux traceurs à base de colorant, on devrait également jeter à l'eau des bouées dérivantes afin de mesurer les courants. Les bouées devraient être placées un mètre et demi sous la surface de l'eau ou à la profondeur de capture de l'effluent, qu'on peut déterminer sur place à partir des travaux exploratoires avec traceurs. Lorsque des grappes de bouées

sont mises à l'eau, la dispersion d'un ensemble peut être définie à partir du parcours de chacune des bouées, par détermination de la variance de chacune autour du centroïde.

Au moins deux courantomètres de sensibilité appropriée et un anémomètre devraient être mis en opération aux environs du point de rejet pour une période d'un mois pendant chaque saison de mesure afin d'établir les variations saisonnières. Les données produites par les courantomètres enregistreurs sont analysées; cela permet de mesurer, en termes statistiques, les caractéristiques du climat actuel aux environs de l'émissaire. Des évaluations visant à déterminer si les données météorologiques fournies par l'aéroport local ou des données météorologiques d'autres sources reflètent bien les conditions locales, devraient être faites pour juger de l'utilité de telles données. La relation statistique entre la dilution et la vitesse de déplacement est alors combinée aux caractéristiques statistiques des courants afin de déterminer des enveloppes spatiales de dilution (graphique montrant la fréquence du facteur de dilution en fonction de deux variables, soit la dilution et le temps de parcours) aux environs de l'émissaire.

Des enveloppes de dilution devraient être développées et leur validité statistique devrait être déterminée et enregistrée. Ces enveloppes devraient montrer la probabilité de la présence d'un panache en n'importe quel point du plan d'eau récepteur, ainsi que la moyenne et l'écart type de la concentration de l'effluent en tout point du plan d'eau. Les enveloppes ne montrent pas la configuration du panache dans des conditions définies de vitesse et de direction du courant. Pour déterminer cette configuration à tout moment donné et donc dans des conditions déterminées de vitesse et de direction du courant, il est nécessaire de procéder à une étude à l'aide d'un traceur.

Contrairement aux rivières, où le panache de l'effluent peut être prévu par des modèles dans des conditions nominales, celles-ci ne peuvent pas être facilement projetées dans le cas d'un lac (se reporter à la section 2.2.3). Certaines agences de réglementation provinciale spécifient les conditions dans lesquelles le panache de l'effluent doit être déterminé. Par exemple, en Ontario, le ministère de l'Environnement exige qu'il soit défini dans des conditions de grande vitesse du courant, normalement supérieure à $20 \text{ cm}\cdot\text{s}^{-1}$ dans les deux directions parallèles aux rives, ainsi que dans des conditions d'écoulement très lent.

c) Estuaires : dans la plupart des cas, les fabriques sont situées vers le fond de l'estuaire, principalement parce qu'elles nécessitent, pour leur fonctionnement, une eau douce de procédé. Il existe certaines exceptions, là où les fabriques puisent leur eau douce dans d'autres sources ou dans des petits cours d'eau. Lorsque c'est le cas, les procédés applicables en milieu océanique doivent prévaloir et des études spéciales sont requises. Celles-ci sont expliquées avec de plus amples détails dans la section ayant trait aux fjords.

Dans la plupart des estuaires, les effets attribuables aux marées ainsi que la distribution de l'effluent en fonction de la profondeur, effluent constitué d'eau douce qui est déversée dans des eaux salées, sont importants. Les courants estuariens sont largement déterminés par le balancement des marées.

À l'intérieur d'un cycle complet des marées, la vitesse des courants tidaux est la plus élevée pendant la marée montante (flux) et pendant la marée descendante (jusant) lors des marées de vive eau. Le panache devrait être mesuré lorsque les courants provoqués par la mer

montante et ceux dus à la mer descendante sont au maximum, ainsi qu'à l'étale intermédiaire, parce que ce sont les conditions extrêmes d'étendue du panache. Les études concernées avec des marées montantes et descendantes devraient être faites lorsque le débit du cours d'eau qui alimente l'estuaire est à l'étiage.

Dans les estuaires, la méthode suggérée pour les études avec traceur est l'injection continue à taux constant d'un traceur pendant une période d'une durée de 4 heures qui commence avec le début de la marée montante ou descendante. Il faut bien mélanger le traceur avec l'effluent avant de l'injecter et mesurer le panache du traceur en se déplaçant perpendiculairement au sens du déplacement du panache et à différentes profondeurs. Pour obtenir une représentation complète du panache, il peut être nécessaire de procéder à plusieurs injections du traceur pendant plusieurs cycles de marée; cependant, on doit veiller à laisser s'écouler, entre les injections, un délai suffisant pour que le traceur de l'injection précédente soit éliminé. Les données de salinité-température-profondeur (STP) devraient aussi être notées lors de l'établissement de chaque profil de traceur. On devrait garder des relevés des courants et des stades de marée dans les secteurs influencés par le panache, lors des études avec traceurs.

Les panaches mesurés en période de marée montante et de marée descendante représentent l'étendue maximale du panache en amont et en aval. Ces panaches sont représentés sous la forme de pourcentage de l'effluent. L'étale de mer se produit entre les marées montantes et les marées descendantes; on peut la déterminer en traçant des enveloppes à partir des données recueillies pour cette période.

d) Fjords : dans un fjord, le transport et la dilution de l'effluent sont principalement attribuables aux courants résiduels. Les marées ne contribuent pas au mouvement net de l'effluent, mais elles agissent sur sa dispersion. La configuration des courants résiduels peut être déterminée au voisinage du point de rejet par une injection à débit constant de traceurs dans l'effluent pendant trois cycles successifs et complets de marée et par une mesure du panache de colorant durant l'étale entre le deuxième et le troisième cycle de marée.

Parallèlement aux études avec des traceurs, il est recommandé de placer au moins deux courantomètres enregistreurs à la profondeur de concentration maximale dans le fjord pendant les études avec les traceurs ainsi que durant 60 jours après la fin de ces études. On peut déterminer les enveloppes de dilution à partir des statistiques sur les courants résiduels et à partir des données sur les panaches de colorant.

Certains fjords sont très complexes. L'utilisation de caractéristiques du panache et des courants résiduels mesurés localement peut ne pas suffire à la délimitation du panache de l'effluent, particulièrement dans sa zone éloignée de la ZPR ou lorsque l'effluent est peu concentré. Lorsque c'est le cas, il peut être utile de combiner un modèle de transport par courant résiduel à un modèle des contaminants tel que le "WASP" (U.S. EPA, 1988a).

Normalement, des études faites lors des marées montantes et des marées descendantes en période de marées de vive eau et en période d'étiage du cours d'eau suffisent à la détermination des conditions nominales. Des modèles prévisionnels peuvent être utiles à la détermination du panache. Des modèles de prévision du panache au printemps sont examinés dans le rapport de U.S. Army Corps of Engineers (1986) sur le modèle CE-QUAL-W2.

e) Océans : le milieu marin se distingue du milieu estuarien car il n'y a pas d'eau douce dans le secteur du point de rejet de l'effluent. Le panache est dilué et transporté par des courants produits par les marées, par les courants résiduels et par les vents.

La méthode recommandée est l'injection continue d'un traceur dans l'effluent pendant trois cycles successifs de marée (de préférence, en période de marées de vive eau) et la mesure du panache durant l'étalement entre le deuxième et le troisième cycles. Il est recommandé d'établir les profils de concentration des traceurs du panache dans deux directions perpendiculaires l'une à l'autre. La profondeur des profils est déterminée en établissant des profils de concentration du traceur en fonction de la profondeur et ensuite en choisissant la profondeur qui correspond à la concentration maximale du traceur comme profondeur servant à la détermination des profils de concentration.

Il est recommandé de mettre en place au moins deux courantomètres enregistreurs à la profondeur de concentration maximale ainsi qu'un anémomètre durant les travaux avec traceurs et pendant au moins 60 jours après la fin de ces travaux.

À partir des profils du traceur, on calcule les enveloppes du panache d'effluents, qu'on met en relation avec les courants mesurés. La probabilité de la fréquence d'apparition de ces enveloppes est déterminée par analyse statistique des relevés des courantomètres.

2.3 Inventaire et classification des habitats

La cartographie de tous les secteurs qui peuvent être atteints par le panache (y compris la zone de mélange de l'effluent) est la méthode recommandée de présentation des renseignements sur l'habitat. De la même manière, il faudrait cartographier les zones de référence; la superficie couverte doit correspondre en gros à la superficie cartographiée à l'intérieur de la zone de mélange de l'effluent. Il faudrait aussi cartographier et décrire d'autres zones qui peuvent être touchées par des pratiques passées ou présentes, comme des aires d'estacades, des percolats de décharges contrôlées et d'autres rejets d'effluents.

En plus de la documentation des caractéristiques des habitats physiques, d'autres caractéristiques recommandées, comme les endroits connus de frai, les habitats d'élevage, les zones empruntées par les poissons en migration et les terrains de pêche préférés devraient figurer sur les cartes des habitats, si c'est disponible (voir tableau 2.1).

Les renseignements extraits de l'inventaire et de la classification des habitats servent à localiser des stations d'échantillonnage dans des habitats similaires situés à l'intérieur de la zone de référence et de la zone d'étude; ils sont utiles à l'obtention de renseignements sur d'autres rejets et d'autres facteurs qui pourraient fausser l'interprétation des données recueillies à ces stations.

Les habitats d'importance sont ceux qui sont utilisés pour la ponte, l'élevage, l'alimentation, la migration et d'autres usages pertinents. Les paramètres importants pour les habitats de pêche comprennent des propriétés physiques, chimiques et biologiques. Les paramètres recommandés sont présentés au tableau 2.1.

Tableau 2.1 : Paramètres applicables aux habitats^a

<u>Paramètres</u>	<u>Habitats recommandée</u>	<u>Recueil et présentations des données recommandées</u>
Principaux tributaires et embouchures de cours d'eau	tous les habitats	- carte
Zones de frai et d'alevinage	tous les habitats	- carte
Zones de pêche, zones d'aquiculture, importantes ressources en mollusques et crustacés	tous les habitats lorsque appropriés	- carte
Prises d'eau et décharges	tous les habitats	- carte
Installations de transport maritime, navigation de plaisance, plages publiques	tous les habitats	- carte
Barrages et autres obstacles au déplacement des poissons	tous les habitats	- les ouvrages doivent être indiqués sur la carte
Zones de croissance de végétation (macrophytes et algues)	tous les habitats	- identifier toutes les zones où la croissance des plantes aquatiques semble être réduite ou amplifiée par rapport aux zones d'amont;
Cartographie bathymétrique	tous les habitats	- en m (par rapport au niveau moyen de la mer dans les habitats des zones de marées) - intervalles : de 0 à 5 m de profondeur d'eau : intervalles de 1 m; de 5 à 10 m de profondeur d'eau : intervalles de 2,5 m; > 10 m de profondeur d'eau : intervalles de 5 m
Gradient	fluviaux	- profil de gradient pour l'ensemble du bassin hydrographique à partir de cartes topographiques
Décharge	fluviaux estuariens	- statistiques sommaires du débit (m ³ ·s ⁻¹) déchargé pour données enregistrées chaque mois (bassins hydrographiques jaugés) - estimation justifiée du débit mensuel moyen lorsque les données ne sont pas disponibles
Chimie de l'eau	tous les habitats	- tableau des données historiques disponibles sur la qualité de l'eau
Courants	océaniques estuariens lacustres	- compiler et cartographier les données disponibles
Marées	marins	- présenter sous forme de tableau les données disponibles sur les niveaux des marées à partir des indicateurs gouvernementaux des marées pour la station la plus proche
Note :	Toutes les cartes doivent être faites à une échelle de 1 : ≤ 5000, englobant toutes les zones pouvant être atteintes par le panache ainsi que les zones de référence.	
^a	Il s'agit de renseignements recommandés qui aideraient à la conception de l'étude. Lorsqu'ils ne sont pas disponibles ni faciles à obtenir, c.-à-d. qu'on ne peut pas se les procurer en même temps qu'une autre opération est en cours, alors les responsables des installations pourraient indiquer que les renseignements ne sont pas disponibles et l'ORA jugera s'ils sont essentiels à la conception d'étude.	

2.3.1 Considérations propres à l'environnement

a) Cours d'eau : il est recommandé que les descriptions d'habitats lacustres comprennent des renseignements sur le gradient d'altitude, sur l'emplacement des barrages, des chutes et d'autres obstacles à la migration du poisson, sur le débit annuel moyen et sa plage de variations ainsi que sur les caractéristiques générales du substrat de chaque cours d'eau (présentées sous forme de charte donnant le profil selon un gradient). Les apports d'aval et d'amont (ex. ; eau pluviale, trop-plein d'égout, effluents d'autres emplacements industriels) devraient être cartographiés et décrits.

b) Lacs : les caractéristiques importantes de l'habitat des lacs sont comprennent la bathymétrie, l'emplacement des principaux tributaires et exutoires ainsi que les conditions générales d'oxygénation et de température (stratification thermique, épuisement d'oxygène en profondeur).

c) Rivages : des paramètres additionnels de cartographie sont suggérés dans le cas des rivages (le long de la mer ou des Grands Lacs); ils incluent les isobathes, les caractéristiques du substrat à proximité des côtes, la configuration du rivage ainsi que l'emplacement des cours d'eau tributaires et autres rejets et activités indiqués sur une carte.

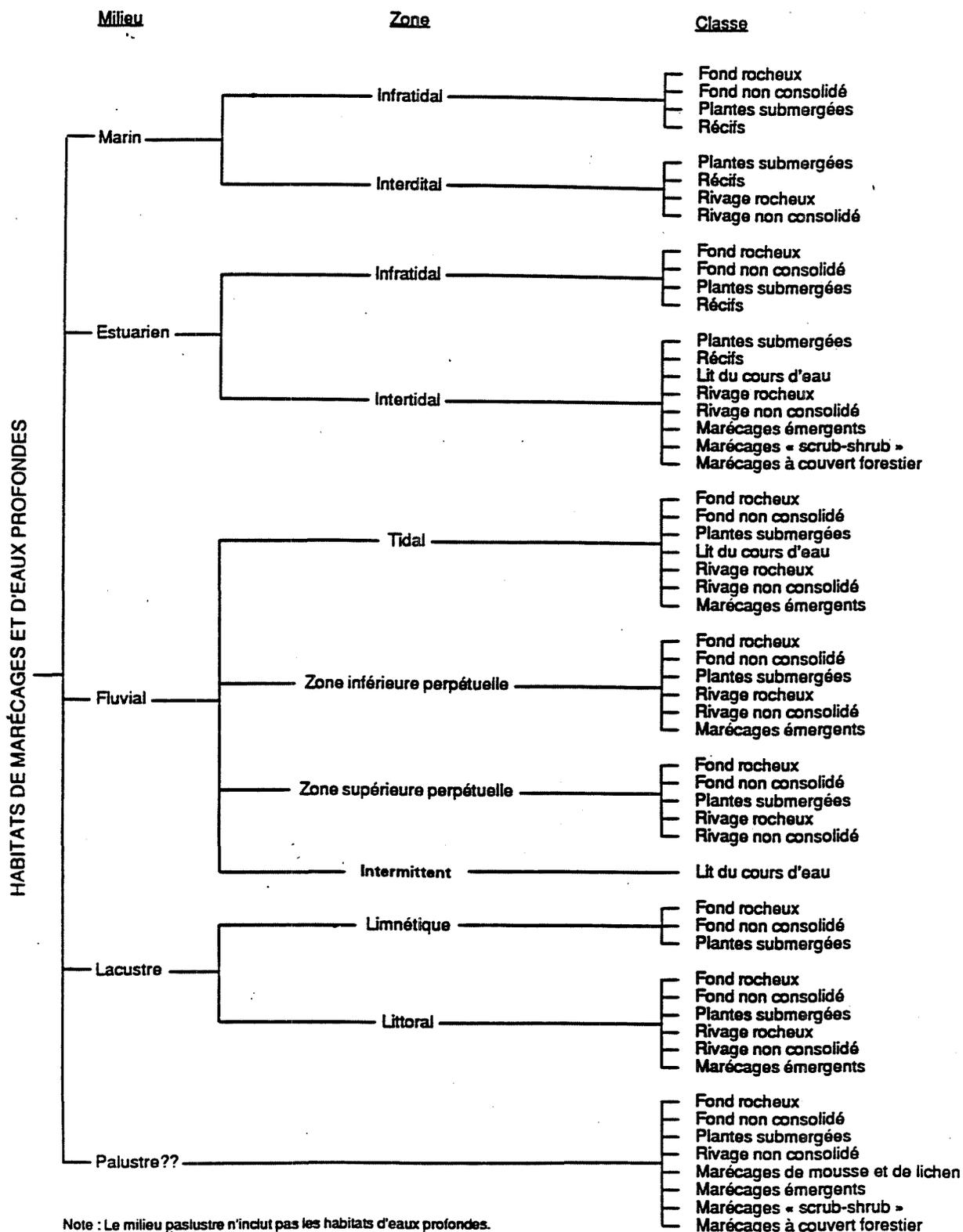
d) Estuaires : les estuaires sont le mieux décrits par leurs gradients généraux de salinité, les débits, la bathymétrie et les grandes caractéristiques de leur substrat. Une description des cycles de marées est recommandée dès qu'il s'agit de mer ou d'estuaire. La plupart des caractéristiques susmentionnées peuvent être extraites de cartes maritimes, de cartes topographiques, de publications gouvernementales sur les marées et les débits classés des cours d'eau; elles peuvent être obtenues aussi au moyen d'entrevues auprès de fonctionnaires locaux et de personnes informées.

2.3.2 Classification des habitats

Le cadre général à adopter pour la classification et la cartographie des caractéristiques aquatiques devrait être celui du système de classification élaboré par le U.S. Fish and Wildlife Service (FWS), «Classification of Wetlands and Deepwater Habitats of the United States» (Cowardin et al., 1979; Busch et Sly, 1992). Le système est conçu de façon à permettre la classification d'un vaste éventail d'habitats aquatiques et semi-aquatiques du continent.

Le système de classification FWS est hiérarchique et, au niveau le plus large, divise les habitats en cinq milieux principaux : marin, estuarien, fluvial, lacustre et palustre (figure 2.1).

Figure 2.1 : Hiérarchie de la classification des habitats de milieux humides et d'eaux profondes indiquant les systèmes, les sous-systèmes et les classes



Source : Cowardin et al. 1979

Ces systèmes sont eux-mêmes divisés en zones qui reflètent les conditions hydrologiques (ex.; littoral par opposition à limnétique dans le système lacustre); toutefois, le système palustre n'a pas de zone. Le niveau inférieur à celui de la zone est celui de la classe : il décrit l'apparence de l'habitat en fonction de la végétation (ex.; milieux humides émergents, milieux submergés, marécages boisés) ou bien de substrat lorsque la végétation est peu apparente ou absente (ex.; rivage non consolidé, rives rocailleuses, lit de cours d'eau). Chaque classe peut ensuite être subdivisée en sous-classes et ces dernières en types de dominance.

Aux fins des ESEE, il est recommandé d'utiliser le système de classification jusqu'au niveau de la classe, comme on le voit à la figure 2.1, et qu'en outre, la sous-classe et les types de dominance du FWS pour les substrats et les modifications soient utilisés pour le régime salinité et le régime hydrologique (tableaux 2.2 à 2.4). Étant donné que le système FWS ne permet que peu ou pas de précision dans le cas des mesures verticales (profondeur), il est recommandé de recueillir des renseignements sur les profils de température et d'oxygène au cours des périodes de l'année où l'on note certaines contraintes à ce sujet (généralement l'été ou peut-être sous la glace en hiver).

Lorsque le panache est très étendu et qu'il n'est pas réaliste de procéder à une cartographie complète jusqu'au niveau des sous-classes et des types de dominance des substrats, il est suggéré de procéder à une classification détaillée à proximité du point de rejet de l'effluent (dans la ZPR ainsi que dans la partie voisine de la ZPR) et là où la dilution de l'effluent est supérieure aux concentrations spécifiées. On trouvera dans Cowardin et al. (1979) d'autres renseignements sur les méthodes descriptives des habitats en milieux côtiers et estuariens. En outre, il est recommandé que des substrats benthiques soient décrits lorsqu'appropriés selon des paramètres spécifiques qui sont applicables au secteur industriel pertinent. Par exemple, dans le cas des pâtes et papiers, on utilise le degré de dépôt (l'épaisseur) des fibres et des débris ligneux.

On peut trouver d'autres guides sur l'évaluation des habitats, tels que ceux publiés par les ministères de Pêches et Océans Canada et de l'Environnement et des Parcs de la Colombie-Britannique (1987), le ministère des Ressources naturelles de l'Ontario (1989), Orth (1989), Plafkin et al. (1989) ainsi que par Pêches et Océans Canada (1990).

Tableau 2.2 : Sous-classes de substrats et types de dominance

Classe de substrats	Sous-classe/ type de dominance	Classe de substrats	Sous-classe/ type de dominance
Fond rocheux	Roche-mère Gravier	Fond non consolidé	Galets et graviers Sable Vase Organique
Plantes submergées	Algues Mousses aquatiques Plantes vasculaires enracinées Plantes vasculaires flottantes	Récifs	Mollusques
Lit du cours d'eau	Roche-mère Gravier Galets et gravier Sable Vase organique	Rivage rocheux	Roche-mère Gravier

Source : Cowardin et al. (1979)

Tableau 2.3 : Modifications de salinités

Milieux	Salinités (parties par mille)	Gammes de conductivité (μ mhos à 25 °C)
Hyperhalin	> 40	> 60 000
Euhalin	30-40	45 000-60 000
Mixohalin (saumâtre)	0,5-30	800-45 000
Polyhalin	18,0-30	30 000-45 000
Mésohalin	5,0-18	8000-30 000
Oligohalin	0,5-5	800-8000
Eau douce	< 0,5	< 800

Source : Cowardin et al. (1979)

2.3.3 Délimitation des zones de dépôt

Les zones de dépôt se forment aux endroits où le courant ralentit, ce qui permet la décantation des particules; les plus fines sédimentent dans les courants les plus lents. Les données historiques sur les contaminants ou les communautés benthiques, utilisées avec les résultats de la délimitation du panache d'effluent, peuvent aider à identifier les zones d'étude. Pour obtenir un point de comparaison pour les communautés d'invertébrés benthiques résidentes, il faudrait choisir des secteurs semblables (mais non contaminés) de dépôt de sédiments dans la zone de référence.

Il est recommandé que les zones de dépôt contiguës à l'émissaire (zones proches) et plus en aval (zones éloignées) devraient être cartographiées et caractérisées. L'étendue, la profondeur et les caractéristiques de ces dépôts peuvent être déterminées lors de campagnes d'échantillonnage spécifiques aux emplacements au moyen de méthodes faisant appel à des échantillons instantanés, des carottages, des dragages, des pièges à sédiments mis en place par des plongeurs ou d'autres méthodes appropriées. L'épaisseur des dépôts devrait être mesurée directement, si possible, ou être estimée par sondage mécanique, sonar ou méthodes géophysiques. Les contenus échantillonnés devraient être décrits selon les termes suivants: texture de la couche sédimentaire, couleur, faune et débris. Une photographie couleurs de l'échantillon est utile également.

2.4 Inventaire des ressources

Il faut des renseignements sur l'inventaire des ressources pour identifier les ressources aquatiques potentiellement touchées par le rejet d'effluent, ainsi que pour choisir les espèces sentinelles appropriées au recensement des poissons adultes.

Ces renseignements comprennent notamment l'identification des poissons ou des moules et crustacés qui sont rares ou menacés ou qui ont de l'importance pour le commerce, la récréation ou la subsistance. Il est recommandé que ce type de renseignements soit obtenu auprès des biologistes des pêches des districts en question qui sont au service d'organismes de réglementation fédéraux ou provinciaux, auprès d'agents de la conservation locaux, auprès des associations de pêche locales ainsi que dans les rapports d'inventaire et de surveillance publiés. La présence d'installations d'aquiculture devrait également être notée. Lorsque ces renseignements ne sont pas disponibles, on ne s'attend pas à ce que l'industrie ou les installations visées par la réglementation les développent.

On s'attend à ce que les installations visées par la réglementation choisissent des espèces sentinelles (mollusques et crustacés ou poissons) qui répondent aux critères du recensement

des poissons adultes (section 7.1). Normalement, ce choix se ferait après examen des renseignements obtenus sur les espèces des ressources locales qui peuvent être considérées candidates, comme décrit ci-dessus, ou après consultation de la documentation de référence sur la distribution des espèces de poisson au Canada. Il faut assez de renseignements sur l'abondance des espèces sentinelles pour confirmer que l'espèce choisie est appropriée. Par exemple, des renseignements de caractère anecdotique sur l'abondance dans les eaux locales pourraient être adéquats, tout comme les renseignements obtenus par des relevés de paniers de pêches.

Il peut être nécessaire de procéder à des dénombrements préliminaires s'il n'y a pas assez de renseignements pour choisir des espèces sentinelles candidates (tableau 7.1). Ces dénombrements pourraient demander des pêches minimales à l'électricité ou au filet maillant, d'obtenir des estimations de la présence et de l'abondance des espèces. Le tableau 2.5 donne une suggestion de présentation des renseignements sur les espèces ressources et sentinelles.

2.5 Cartographie détaillée de l'emplacement

Il est recommandé de tracer une carte de l'emplacement; celle-ci doit illustrer l'étendue approximative des lieux connus pour les ressources sensibles et les habitats de valeurs ainsi que l'emplacement des sites d'échantillonnage antérieurs. La carte de l'emplacement sert à illustrer l'intégration des données disponibles et à justifier la sélection de futurs emplacements et variables de surveillance (figure 2.2).

2.6 Données antérieures sur le milieu récepteur

Les données actuelles et antérieures de surveillance qui ont été recueillies à des fins autres que l'ESEE peuvent révéler des effets sur le milieu et aider au choix des zones d'étude et de référence. Ces données peuvent contenir des informations utiles pour la conception de l'ESEE ou pour des préoccupations et des problèmes passés tels que l'altération de la chair du poisson, les fermetures de zones coquillières, des fermetures de zones de pêche et la contamination bactérienne.

Tableau 2.4 : Modificateurs du régime hydrologique

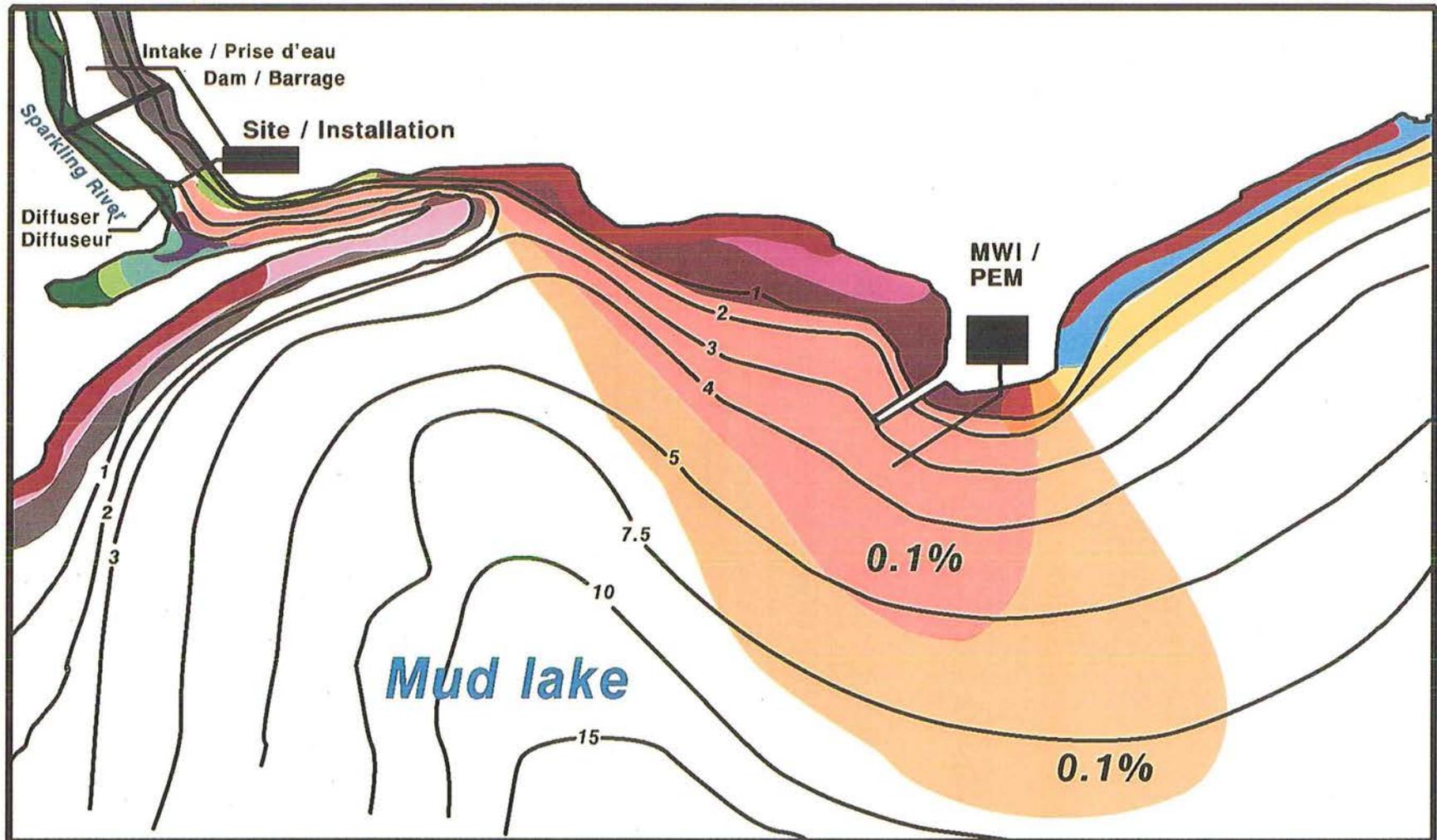
Sous-classe	Modifications	Sous-classe	Modifications
Soumis aux marées	Infratidal Exposé de façon irrégulière Submergé de façon régulière Submergé de façon irrégulière	Non soumis aux marées	Submergé de façon permanente Exposé de façon intermittente Submergé de façon semi-permanente Submergé de façon saisonnière Submergé de façon temporaire Submergé de façon intermittente

Source : Cowardin et al. (1979)

Tableau 2.5 : Exemple de renseignements relatifs à l'inventaire des ressources

ESPÈCES RESSOURCES ET ABONDANCE RELATIVE (SI CONNUES)				
Pêche commerciale	Pêche sportive	Pêche de subsistance	Rares ou menacées	Autres
ESPÈCES CANDIDATES SENTINELLES ET RÉFÉRENCES AUX HABITATS				
Espèce	Frai	Alevinerie	Fourrage	Migration
RAPPORTS D'ÉVALUATION DES COMMUNAUTÉS (l'indiquer s'il n'y en a pas)				
Auteur	Titre	Citation	Conclusions	
RAPPORTS PORTANT SUR LES CONTAMINANTS DÉCELÉS CHEZ LES POISSONS (l'indiquer s'il n'y en a pas)				
Auteur	Titre	Citation	Conclusions	

FIGURE 2.2
Site Map / Carte de l'emplacement



Scale / Échelle 1: < 5000

Depth Contours in Meters
Contour bathymétrique en mètres

Legend/Légende

System	Milieu	Subsystem	Zone	Class	Classe	Overlap of Areas	Subclass	Sous-classe
Riverine (Sparkling River)	Fluvial	Lower Perennial	Zone intérieure perpétuelle	Rock Bottom	Fond rocheux		Bedrock	Roche-mère
				Unconsolidated Bottom	Fond non consolidé		Rubble	Gravier
				Aquatic Bed	Plantes submergées		Rooted Vascular Plants	Plantes vasculaires enracinées
							Floating Vascular Plants	Plantes vasculaires flottantes
				Emergent Wetland	Terres humides émergentes			
				Lacustrine (Mud Lake)	Lacustre	Limnetic (>2m Depth)	Limnétique (>2m de profondeur)	Unconsolidated Bottom
			Mud					Vase
Rock Bottom	Fond rocheux		Bedrock					Roche-mère
Littoral (>2m Depth)	Littoral (>2m de profondeur)	Unconsolidated Bottom	Fond non consolidé				Sand	Sable
							Mud	Vase
		Rock Bottom	Fond rocheux				Bedrock	Roche-mère
				Site Effluent Plume Panache de l'effluent du site			Fisheries Pêche	
				Average Conditions Conditions moyennes			Perch Spawning Grounds Frayère et zone de reproduction de la perchaude	
				Low Dilutions Conditions Conditions sous faible débit			Whitefish Spawning Grounds Frayère à grand corégone	
							Commercial Whitefish Fishery Pêche commerciale du grand corégone	

MWI - Municipal Water Intake

PEM - Prise d'eau municipale

2.7 Qualité de l'effluent, historique et exploitation des installations

L'examen des données d'exploitation actuelles et antérieures de la fabrique permettront à l'opérateur d'identifier les problèmes environnementaux qui peuvent être attribués à des pratiques actuelles ou passées. Un exemple d'une liste de pointage d'éléments précis pour une fabrique de pâtes et papiers est donné au tableau 2.6.

En vue de faciliter la compréhension des opérations en cours, on pourrait tracer un schéma simple des principaux branchements d'égouts et des débits correspondants.

2.7.1 Qualité et caractérisation de l'effluent

Il est possible de caractériser un effluent à partir de différents paramètres tels que le pH, la conductivité, les tests de létalité et la mesure de la concentration de contaminants connus. Le tableau 2.7 donne un exemple, dans le cas des fabriques de pâtes et papiers, de la façon de présenter un résumé annuel des données sur la chimie et la toxicité des effluents. Les données peuvent aussi être présentées sous forme graphique. On peut indiquer les changements importants dans les procédés ou les traitements des effluents et des données relatives aux opérations courantes de l'usine.

Tableau 2.6 : Exemple: liste de pointage des opérations de la fabrique de pâtes et papiers (cocher lorsque complété)¹

Information	Exploitation historique	Exploitation actuelle
Sources d'eau de procédé et autres		
Milieu récepteur		
Procédé de réduction en pâte		
<ul style="list-style-type: none"> • description générale • description des substances chimiques qui, en bout de ligne, se retrouvent dans le réseau d'égouts • volume et taux d'utilisation de toutes les substances chimiques déversées dans les égouts collecteurs 		
Description de la fourniture		
<ul style="list-style-type: none"> • type (bois rond, copeaux, ou autre) • espèces • volumes et âge de chaque type et de chaque espèce (feuillus, résineux) 		
Procédé de blanchiment		
<ul style="list-style-type: none"> • description générale • agent(s) de blanchiment • volume et taux d'utilisation de toutes les substances chimiques déversées 		
Installations de traitement		
<ul style="list-style-type: none"> • description générale, notamment le temps de rétention • volume et taux d'addition de toute substance chimique • déversement ou étang de stabilisation et durée de rétention 		
Pertes (de fibres, de liqueur de lavage de la pâte brune, de soude)		
<ul style="list-style-type: none"> • quantités • types • dates 		
Diagramme montrant :		
<ul style="list-style-type: none"> • l'emplacement et le débit de tous les principaux égouts où sont déversées l'eau de procédé et l'eau de refroidissement • l'emplacement des installations de traitement • l'emplacement des dispositifs de mesure du débit • des renseignements sur la collecte du lixiviat et sur la décharge contrôlée • les points de rejet de l'eau de ruissellement 		
Dispositifs de mesure du débit		
<ul style="list-style-type: none"> • emplacement et type • date de l'étalonnage 		
Données relatives à la surveillance de l'effluent		
Débordements dans le plan récepteur³ (type, volumes et dates)		

¹ La documentation à l'appui devrait être incluse dans le rapport de l'ESEE.

² Documenter tous les changements significatifs ainsi que les dates où ces changements sont survenus.

³ Documenter tous les débordements ayant eu ou ayant pu avoir un impact sur l'environnement.

Tableau 2.7 : Tableau cumulatif annuel des caractéristiques de l'effluent de la fabrique¹

Données relatives à la chimie² :

Année	Production quotidienne moyenne	Débit d'étiage (m ³)	Débit quotidien moyen (m ³)	Débit maximum (m ³)	Nombre d'échantillons analysés	Gamme des concentrations	Concentration moyenne des échantillons au-delà de LDM ³	Écart type	Commentaires (changements dans le traitement de l'effluent)
-------	--------------------------------	----------------------------------	---	---------------------------------	--------------------------------	--------------------------	--	------------	---

Données relatives à la toxicité⁴ :

Année	Production quotidienne moyenne	Débit quotidien moyen (m ³)	Nombre d'échantillons analysés	Point de virage mesuré	Gamme des points de virage	Point de virage moyen des échantillons	Écart type	Commentaires (changements dans le traitement de l'effluent)
-------	--------------------------------	---	--------------------------------	------------------------	----------------------------	--	------------	---

¹ Compléter des formulaires différents pour chaque rejet d'effluent.

² Remplir séparément pour chaque substance chimique ou paramètre analysé.

³ Les données tronquées (celles qui sont exprimées par «<» ou «>», comme <0,05 mg/L ou > effluent à 100 %) devraient être intégrées à la moyenne, en tant que limite de quantification (0,05 ou 100 pour les exemples cités ci-dessus); toutefois, il faudrait indiquer la proportion des données qui étaient tronquées lors du calcul de la moyenne indiquée au tableau.

⁴ Remplir séparément pour chaque type d'essai de toxicité.

3. CONCEPTION DE L'ÉCHANTILLONNAGE

3.1 Position des stations d'échantillonnage

La méthode recommandée pour la description des emplacements des stations d'échantillonnage, dans les zones d'étude et de référence, relativement à la position de l'émissaire emploie un système de coordonnées globales. Il y a diverses façons d'obtenir la longitude et la latitude. Dans certains cas, les coordonnées sont exprimées en distance franchie sur le cours d'eau (ex.; km de rivière) pour des raisons de commodité. L'exactitude recommandée du positionnement devrait être déterminée selon chaque emplacement industriel. Dans certains cas, où existent de multiples émissions, les fabriques peuvent choisir de collaborer pour leurs études. Des numéros de station Envirodat seront attribués par l'officier régional d'autorisation.

Voici les spécifications recommandées pour le positionnement et l'enregistrement des stations d'échantillonnage : 1) les coordonnées devraient être exprimées selon les transversales universelles de Mercator (UTM) ou selon les transversales modifiées de Mercator (MTM), en prenant comme élément de base du canevas planimétrique celui du Système géodésique nord-américain (SGNA) de 1983; 2) il ne faudrait utiliser un quadrillage local de base pour levés de terrain à champ plat que lorsqu'il a été référencé à au moins trois éléments de base géographiques, UTM, MTM ou SGNA 1983; 3) les relevés bathymétriques aux points de rejet des effluents situés sur les Grands Lacs devraient être référencés en profondeurs sous l'élément de base du système de référence international des Grands Lacs (SRIGL), en utilisant le niveau de référence le plus récent. De plus, les jauges du niveau de l'eau, fédérales ou provinciales, devraient être vérifiées régulièrement pendant toute la durée des relevés de manière à ce que la profondeur de l'eau soit ajustée avec exactitude en fonction des profondeurs du SRIGL.

On peut également accroître le nombre de stations pour obtenir une meilleure représentation des configurations spatiales à l'intérieur d'une zone très étendue de dilution de l'effluent. On peut penser, par exemple, à un emplacement couvert par des "transects" (droit, central, gauche), à des emplacements qui recoupent des habitats importants (ex.; étang, rapides), à des zones proches et éloignées de la ZPR ainsi qu'à des zones de référence. Il faut des sous-échantillons (traités séparément) pour chaque station, tel qu'indiqué dans l'annexe concernée.

3.2 Calendrier de l'étude

Il est recommandé que : 1) les études portant sur la qualité de l'eau des plans récepteurs et sur la toxicité aquatique ou encore sur la sensibilité d'une forme de vie supérieure soient

faites pendant les saisons qui correspondent en gros à une faible capacité assimilatrice, et que soient obtenues assez de données sur la chimie de l'eau pour permettre l'estimation de l'exposition aux contaminants à partir d'échantillons utilisés pour les essais de toxicité; 2) les relevés des communautés benthiques ainsi que les études de la chimie et de la toxicité des sédiments soient programmés de façon à correspondre à peu près avec le maximum de diversité benthique, mais au moins un mois après tout apport important d'eau douce; 3) les dénombrements de poissons et les études sur les résidus dans les tissus soient faits pendant la période de séjour et d'exposition au panache la plus longue, à l'exclusion de la saison du frai.

3.3 Plan d'échantillonnage

Les zones d'étude seront à l'intérieur d'une zone à peu près homogènes quant aux niveaux d'exposition définis par l'étude du mélange de l'effluent. Les zones de référence seront comparées aux zones d'étude en considérant la valeur moyenne ou médiane des variables pertinentes. Les zones d'étude et les zones de référence devraient être relativement homogènes pour leur type d'habitat naturel. La position des stations d'échantillonnage devrait être déterminée de façon aléatoire à l'intérieur des zones. À l'intérieur d'une zone d'étude et après leur cueillette, on devrait examiner les données pour vérifier s'il y a un gradient spatial. S'il existe un fort gradient, la zone devrait être redéfinie de manière à le minimiser au cours de l'étude suivante. On considérera que le prélèvement des poissons dans une zone donnée s'est fait de manière aléatoire, à moins que les données ne permettent de croire qu'il pourrait en être autrement (voir section 7). Des méthodes non paramétriques peuvent aussi être utiles dans certains cas.

3.4 Nombre de stations d'échantillonnage

L'unité d'échantillonnage est l'unité fondamentale de la population qu'on choisit d'observer, comme par exemple un poisson, un échantillon instantané unique de sédiments, ou encore une quantité définie d'un effluent. Le nombre de stations d'échantillonnage requis pour atteindre la sensibilité voulue dans la comparaison de deux zones ou de deux périodes, peut être déterminé statistiquement. Le plan d'échantillonnage statistique (analyse de puissance) requiert des estimations préliminaires de la variation du milieu (spatiale ou temporelle) et des mesures pour toutes les variables qui présentent un intérêt.

Statistiquement, nous devons choisir entre une hypothèse nulle et une hypothèse contraire (H_0 et H_1), tel qu'illustré à la figure 3.1. La probabilité de rejeter H_0 , lorsque H_0 est vraie, est désignée par le symbole α . C'est la probabilité d'en arriver à une fausse conclusion positive

en ce qui a trait à l'impact : elle représente donc un risque pour la fabrique. La probabilité de ne pas rejeter H_0 , quand en fait H_0 est fautive, est désignée par le symbole β . C'est la probabilité d'en arriver à une fautive conclusion négative affirmant l'absence d'impact, alors qu'il existe vraiment un impact, d'une ampleur Δ ; elle représente donc un risque pour l'environnement. La puissance ($1-\beta$) du test statistique, pour tout Δ , est la probabilité de déceler un véritable impact de cette ampleur.

Au cours d'une étude, on peut tester l'hypothèse nulle en ce qui a trait aux moyennes dans les zones d'étude et de référence (μ_e et μ_r) :

$$H_0: \mu_e - \mu_r \leq 0$$

Par opposition, l'hypothèse contraire stipule:

$$H_1: \mu_e - \mu_r > 0$$

Il est recommandé que le test ait les caractéristiques de probabilité suivantes (Pr) liées aux conclusions vraies et fautes possibles :

1. Pr (rejet de H_0 quand $\mu_e - \mu_r \leq 0$) $\leq \alpha$
2. Pr (non rejet de H_0 quand $\mu_e - \mu_r \leq 0$) $\geq 1 - \alpha$
3. Pr (rejet de H_0 quand $\mu_e - \mu_r \geq \Delta$) $\geq 1 - \beta$
4. Pr (non rejet de H_0 quand $\mu_e - \mu_r \geq \Delta$) $\leq \beta$

Les conclusions 1 et 4 sont fautes tandis que les conclusions 2 et 3 sont vraies.

À mesure que nous augmentons le nombre d'échantillons par zone (n) pour tout α et β et un écart type S , on peut déceler un Δ de plus en plus petit (c.-à-d. que nous pouvons obtenir une meilleure décision).

Des formules énoncées plus loin peuvent être utilisées pour trouver n en fonction de α , β , Δ et S ; elles fournissent des nomogrammes tels que celui qu'on retrouve à la figure 3.2. Les formules supposent que les stations d'échantillonnage sont indépendantes. Si, en moyenne, des paires de stations d'échantillonnage présentent une corrélation positive, le n requis peut être plus grand (Gilbert, 1987). Toutefois, le postulat d'indépendance donne généralement une bonne approximation initiale de l'effort d'échantillonnage requis. Borenstein et Cohen (1988) offrent un programme informatisé qui peut guider l'utilisateur dans les calculs.

Figure 3.1 : Risque pour la fabrique (α) et risque en matière d'environnement (β)

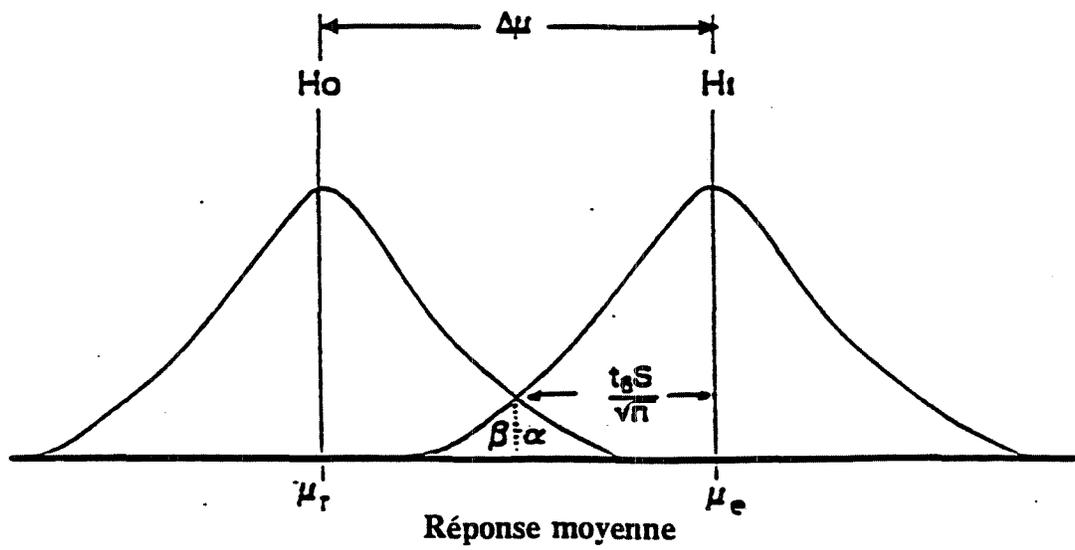
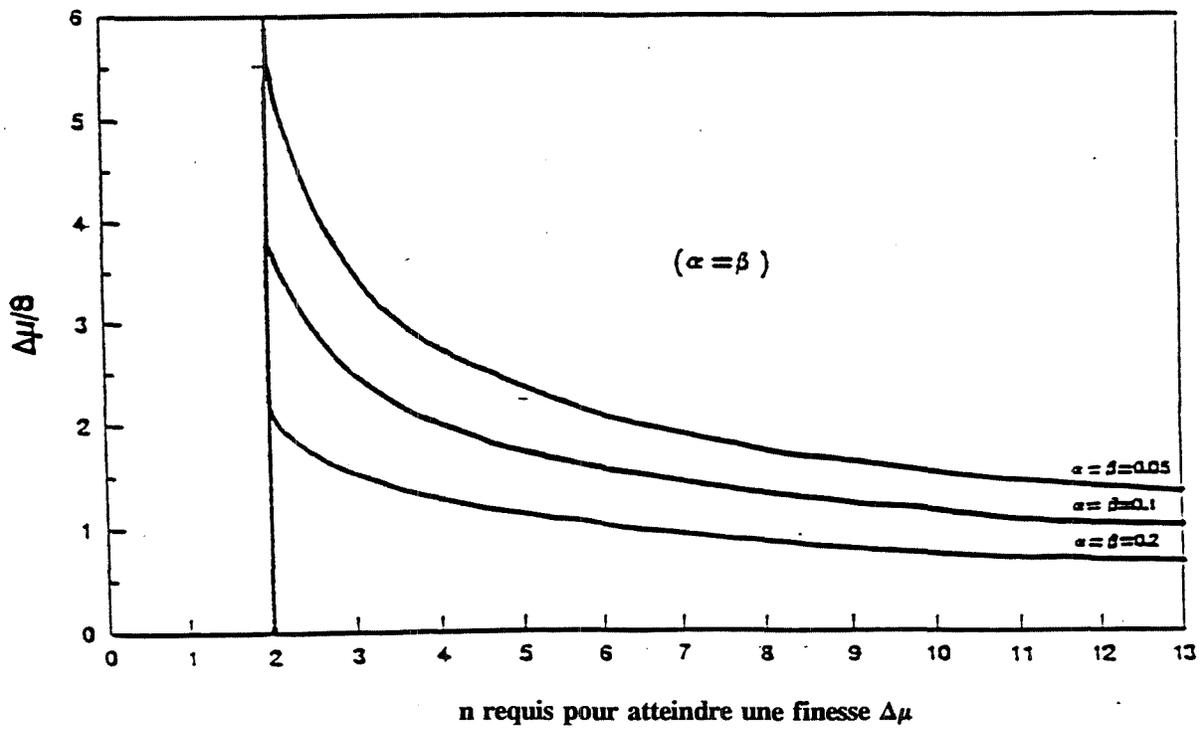
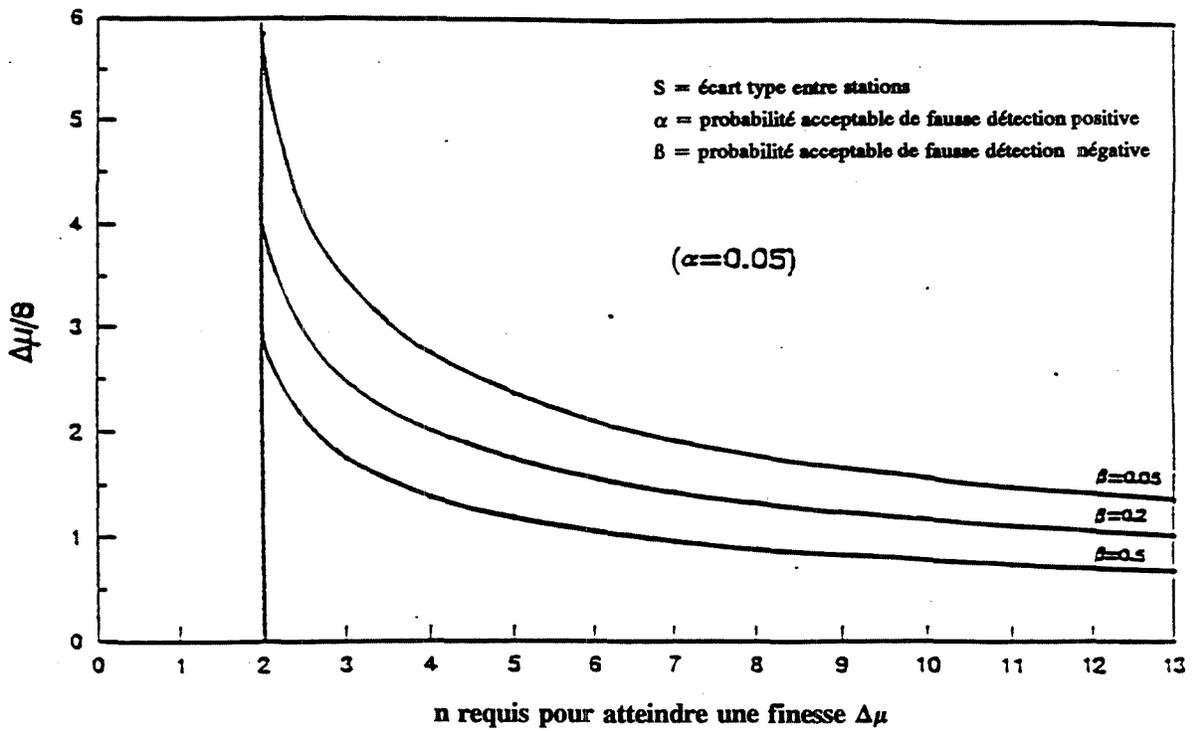


Figure 3.2 : Nombre de stations (n) requis dans chaque zone afin de pouvoir distinguer des moyennes de zones qui diffèrent par $\Delta\mu$



3.5 Comparaisons spatiales

La formule suivante d'analyse de puissance de Green (1989) :

$$n = 2(t_{\alpha} + t_{\beta})^2 (S/\Delta u)^2$$

donne le nombre de stations par zone (n) qu'il faut pour déceler une différence Δu entre les zones de référence et les zones d'étude lorsque $\alpha = 0,05$ et lorsque β prend plusieurs valeurs (de 0,05 à 0,5). Il s'agit d'une comparaison (spatiale) simple. Les valeurs de t_{α} et de t_{β} sont prises dans les tables de t de Student à une entrée, avec $2(n-1)$ degrés de liberté. L'écart type S pour la zone est calculé à partir de relevés antérieurs ou préliminaires; il représente la variation entre les stations et est présumé être le même dans les zones de référence et d'étude (cela ne serait généralement pas vrai s'il y a un gradient spatial dans la zone d'étude). Il est généralement approprié d'avoir recours à un plan expérimental équilibré (c.-à-d. un nombre égal de stations par zone) (Clarke et Green, 1988).

Puisque les valeurs t utilisées pour calculer n dépendent également de n, il est nécessaire de trouver la valeur de n par itération, en commençant par les valeurs maximales de t, et de prendre la valeur n obtenue pour déterminer une nouvelle valeur de t et ensuite répéter le calcul de n. La solution converge vers une valeur stable de n après quelques itérations.

La finesse de la résolution peut être définie comme une différence exprimée en pourcentage de la moyenne de référence, plutôt qu'une différence absolue entre les zones. Si l'obtention de cette finesse dans les résultats constitue l'objectif de l'étude, alors le terme $S/\Delta u$ susmentionné peut être remplacé par $D/\Delta z$, où D est le coefficient de variation (CV) préliminaire (en pourcentage) et Δz est la finesse désirée en unités de pourcentage de la moyenne. Un exemple est donné ci-après.

Dans les conditions de départ X, le milieu pourrait tolérer une augmentation de $\Delta = 50 \%$:

Le coefficient de variation dans la zone est de 30 %; alors, $CV = \Delta$.

Afin de détecter une différence entre zones de $\Delta = 50 \%$:

lorsque $\alpha = \beta = 0,05$ ($t_{16} = 1,746$),

alors $n = 2 (5,492)^2 (0,6)^2 = 9$ stations par zone

lorsque $\alpha = \beta = 0,10$ ($t_{10} = 1,372$),

alors $n = 2 (2,744)^2 (0,6)^2 = 6$ stations par zone

lorsque $\alpha = \beta = (0,20 (t_a = 0,941),$
alors $n = 2 (1,882)^2 (0,6)^2 = 3$ stations par zone

Lorsque les transformations de données (ex.; log) servent à se conformer aux postulats de l'analyse statistique paramétrique, alors S, D et Δ devraient être définis en unités transformées aux fins de la conception de l'étude. Clarke et Green (1988) ont publié une synthèse sur la sélection des transformations optimales de données.

Allredge (1987) donne des tableaux de puissance de la grandeur de l'échantillon nécessaire pour comparer les moyennes ou bien les proportions entre les zones, sur la base de formules semblables à celles de Green (1989). Les points de virage tels que la mortalité *in situ* ou la fréquence d'apparition des tumeurs devraient être exprimés en termes de proportions. Green (1989) donne des équations pour la conception des comparaisons multivariées des zones qui sont analogues à la formule univariée décrite ci-dessus.

3.6 Comparaisons temporelles

Lorsque le nombre et la position des stations peuvent être organisés selon un plan par paires, il est possible d'obtenir une approximation du nombre requis de stations par zone, en vue de comparaisons temporelles, au moyen de l'équation suivante :

$$n = (t_a + t_b)^2 (S_d/\Delta u)^2$$

où t_a et t_b (avec n-1 degrés de liberté) sont obtenus à partir des tables de t de Student, S_d est l'écart type des changements de stations d'une fois à l'autre et Δu est l'ampleur du changement d'une fois à l'autre (Green, 1989).

Green (1989) examine également la question du plan statistique requis pour déterminer si la différence mesurée dans une zone de référence en comparaison à la différence mesurée dans une zone d'étude a changé d'une fois à l'autre (c.-à-d. interaction de la zone et du temps dans l'analyse factorielle). Si les stations ne coïncident pas entre les périodes, le nombre requis de stations par zone est approximativement le suivant :

$$n = 4 (t_a + t_b)^2 (S/\Delta u)^2$$

où t_a et t_b ont 4(n-1) degrés de liberté, S constitue l'écart type entre les stations, qu'on suppose égal entre les zones et les périodes, et Δu est l'ampleur du changement dans la différence à l'intérieur de la zone que nous cherchons à déceler. Si la coïncidence des

stations d'une fois à l'autre est possible dans les deux zones, alors S_d peut remplacer S et l'équation et les degrés de liberté sont divisés par deux.

En ce qui a trait aux comparaisons entre les zones, $S/\Delta u$ peut être remplacé par $D/\Delta z$ afin de concevoir le plan statistique en fonction de la finesse désirée en unités de pourcentage de la moyenne et, si les transformations de données sont prévues, S , D et Δ peuvent alors être définis en unités transformées.

Lorsqu'il n'y a pas assez de renseignements sur la distribution spatiale des communautés benthiques pour étayer le choix de la position de la zone de référence ainsi que des zones proches et éloignées de la ZPR, il peut être utile de procéder par relevé. Les stations sont généralement situées le long de "transects" qui vont d'un point situé à proximité de l'émissaire jusqu'aux zones où l'on s'attend à trouver des concentrations de fond, y compris les emplacements possibles de référence.

3.7 Composantes de la variation

Le terme écart type (S) utilisé dans tous les calculs précédents de la taille des échantillons correspond à la variation totale que l'on prévoit trouver associée aux estimations des moyennes de zones. Dans le cadre de plans d'échantillonnage réalisés en une seule étape, il est calculé comme s'il s'agissait d'un pool de valeurs prises par S à l'intérieur des zones, à partir d'un ensemble de mesures (une par station) dans chaque zone. Il comprend trois composantes hiérarchiques, peu importe si toutes les composantes ont été estimées ou pas :

- variation d'une station à l'autre à l'intérieur de chaque zone (égale à la variation totale s'il n'y a pas de duplication);
- variation d'un échantillon à l'autre (échantillons répliqués de terrain) à chaque station; et
- variation analytique (entre les échantillons répliqués de laboratoire).

Si l'une ou l'autre de ces composantes augmente de façon substantielle entre le moment où l'étude est conçue et son exécution, la finesse désirée dans les résultats peut ne pas être atteinte. Par conséquent, il est utile d'évaluer les composantes individuelles à l'étape de la conception et, après exécution, de vérifier si des changements sont survenus dans le système (Steel et Torrie, 1980).

Normalement, la variation d'une station à l'autre à l'intérieur d'une même zone est la composante la plus importante de la variation totale. La variation d'un échantillon à l'autre à une station donnée échappe ordinairement au contrôle de l'échantillonneur et la seule façon

de réduire la contribution de cette composante de la variation totale est d'augmenter le nombre d'échantillons par station. Il arrive souvent que cette source de variation est moins importante que la variation entre les stations. La variation analytique (variation des répliqués entre des laboratoires) est souvent une composante sans importance de la variation totale et elle peut être contrôlée.

3.7.1 Allocation d'effort

La variation totale de la moyenne d'une zone dépend de l'importance de chaque composante de la variation et du niveau d'effort (importance de l'échantillon) à chaque étape du plan d'échantillonnage (c.-à-d. des stations à l'intérieur des zones et des échantillons répliqués à une même station). Si on a en main des estimations des composantes de la variation totale et que les coûts inhérents à chaque étape peuvent être raisonnablement estimés, alors l'allocation optimale d'échantillons à chaque étape de l'échantillonnage peut facilement être calculée de façon à minimiser le coût pour une variation totale déterminée (Snedecor et Cochran, 1967; Saita et al., 1976).

3.7.2 Tolérance au biais

Taylor (1987) recommande également qu'une tolérance au biais analytique soit incluse dans le plan de l'étude. Le carré de cette tolérance peut être ajouté à l'estimation préliminaire de S^2 afin d'obtenir un nouveau S^2 qui correspond à l'incertitude globale qu'on prévoit être associée à la mesure des moyennes des zones. Généralement, le biais analytique devrait être petit à comparer à la mesure de l'incertitude globale (imputable à l'échantillonnage, à l'analyse et au milieu). Le laboratoire peut suggérer une tolérance raisonnable au biais qui peut servir dans l'élaboration du plan statistique et qui peut servir d'objectif de qualité des données.

4. EXIGENCES GÉNÉRALES RELATIVES À L'ASSURANCE ET AU CONTRÔLE DE QUALITÉ (AQ/CQ) EN VUE DE LA TENUE DES ESEE

L'assurance de la qualité (AQ) comprend une vaste gamme de pratiques internes et externes de gestion et de modalités techniques; elles sont conçues dans le but d'assurer un produit final de qualité connue qui soit conforme à l'utilisation prévue des données.

Le contrôle de la qualité (CQ) constitue un aspect interne de l'assurance de la qualité. Il comprend les techniques utilisées pour mesurer et évaluer la qualité des données ainsi que les mesures de correction à prendre lorsque les objectifs de qualité des données (OQD) ne sont pas atteints. Dans le contexte d'une étude particulière, une qualité suffisante des données n'est seulement possible que lorsque des OQD ont été préalablement définis. Les utilisateurs des données ont un rôle primordial dans la définition des OQD d'une étude donnée; ils doivent également voir à ce que les limites de contrôle des données en laboratoire soient conformes à ces objectifs.

Les activités extérieures relatives à l'assurance de la qualité comprennent la participation à des études comparatives inter-laboratoires ainsi que la vérification par des agences extérieures. Les vérifications extérieures peuvent être fondées sur le rendement de l'analyse de substances de référence normalisées ou sur un examen général des pratiques de laboratoire tel que décrit dans les renseignements relatifs à l'échantillonnage, aux méthodes d'analyse et d'AQ/CQ, aux résultats des essais et aux données d'appui.

La gestion de la qualité totale est l'un des objectifs de l'AQ/CQ. Cette notion met l'accent sur l'importance des objectifs de qualité des données qui englobent tous les éléments d'incertitude associés à la production de données ainsi que des contrôles de la qualité des données à toutes les étapes, de la planification du projet à l'échantillonnage, l'analyse et l'interprétation des données. Elle nécessite l'intégration de ces activités avec des vérifications de la qualité lors des procédures et des mesures de correction.

Les concepts et éléments fondamentaux nécessaires à un bon système de mesures ont été expliqués dans d'autres ouvrages (ex.; OCDE, 1981 et 1989; ASTM, 1988; Environnement Canada, 1991). On présente des listes de pointage pour l'évaluation de l'AQ/CQ des études de biologie aquatique (tableau 4.1) et de la toxicité pour les organismes aquatiques (tableau 4.2) ainsi que des analyses physico-chimiques (tableau 4.3) et bactériologiques (tableau 4.4).

Tableau 4.1 : Exemple : liste de pointage d'assurance de la qualité pour les études de biologie aquatique

(Cocher ou inscrire un numéro de note infrapaginale pour une addition de détails ou une description de lacunes.)

Gestion de la qualité

- Procédures opérationnelles standardisées (POS) disponibles (méthodes d'échantillonnage, de traitement et d'AQ, révisions).
- Plan de gestion de la qualité propre à l'établissement (peut faire partie des POS).
- Responsabilités, pouvoirs, compétences définis pour chaque poste.
- Responsable de l'assurance de la qualité ayant les pouvoirs voulus pour apporter des correctifs.
- Objectifs de qualité des données pour le projet (sensibilité, exactitude, précision).

Fonctions d'assurance de la qualité assurées

- Examen des résultats des échantillons de CQ (registre permanent, sous-échantillons, échanges, vérifications).
- Examen de l'évaluation du rendement (échantillons de concentration connue mais cachés dans le lot analysé : "blind samples").
- Vérification des connaissances et séances de formation (sur le terrain et en laboratoire).
- Examen des données des échantillons étudiés (contrôles de la transcription et du transfert logique effectués).
- Mécanismes d'approbation des rapports (signatures).
- Rapports d'assurance de la qualité (correctifs indiqués).
- Études interlaboratoires et d'accreditation (registre des activités de participation).

Activités sur le terrain

- Échantillonnage préliminaire (rendement, strates environnementales, variabilité).
- Plan d'échantillonnage (fondé sur des objectifs, sous-échantillonnages adéquats).
- Étalonnage et entretien des instruments (registres, méthodes disponibles).
- Formation et évaluation du personnel (documents "vidéo", comparaisons).
- Équipement d'échantillonnage (approprié, uniforme, avec registre de nettoyage et d'entretien).
- Prélèvement, conservation, expédition, stockage (méthodes, étiquettes adéquates, dossiers de conservation).
- Contrôles relatifs à l'effort additionnel (confirmation du rendement infime d'un effort supplémentaire).

Traitement des échantillons, contrôle de la qualité et rapports

- Tri et sous-échantillonnage (méthodes, dossiers adéquats, estimation des erreurs).
- Vérification du tri (confirmation de l'omission de peu d'organismes).
- Taxonomie et dénombrement (clés d'interprétation appropriées, dossiers, collection de référence).
- Traitement des sous-échantillons (par les mêmes employés et par différents employés, estimation des erreurs).
- Échanges d'échantillons (entre laboratoires, évaluation de la comparabilité).
- Vérification taxonomique (par des experts reconnus).
- Vérification de l'âge des poissons (par des experts reconnus).
- Archives (échantillons, spécimens justificatifs).
- Traitement et présentation des données (contrôles de la saisie, codes de valeurs manquantes, méthodes, données de CQ).

Détails/lacunes

Note infrapaginale n° Description

Tableau 4.2 : Exemple : liste de pointage d'assurance de la qualité pour les essais de toxicologie sur des organismes aquatiques

(Cocher ou inscrire un numéro de note infrapaginale pour une addition de détails ou une description de lacunes.)

Gestion de la qualité

- Procédures opérationnelles standardisées (POS) disponibles (méthodes d'échantillonnage, de traitement et d'AQ, révisions).
- Plan de gestion de la qualité propre à l'établissement (peut faire partie des POS).
- Responsabilités, pouvoirs, compétences définis pour chaque poste.
- Responsable de l'assurance de la qualité ayant les pouvoirs voulus pour apporter des correctifs.
- Objectifs de qualité des données pour le projet (sensibilité, exactitude, précision).

Fonctions d'assurance de la qualité assurées

- Examen des résultats des échantillons de CQ (registre permanent, sous-échantillons, substances toxiques de référence).
- Examen de l'évaluation du rendement (échantillons de concentration connue mais cachés dans le lot analysé : "blind samples").
- Vérification des connaissances et séances de formation (sur le terrain et en laboratoire).
- Examen des données des échantillons étudiés (contrôles de la transcription et du transfert logique effectués).
- Mécanismes d'approbation des rapports (signatures).
- Rapports d'assurance de la qualité (correctifs indiqués).
- Études interlaboratoires et d'accréditation (registre des activités).

Activités sur le terrain

- Échantillonnage préliminaire (rendement, strates environnementales, variabilité).
- Plan d'échantillonnage (fondé sur des objectifs, sous-échantillonnages adéquats).
- Étalonnage et entretien des instruments (dossiers, méthodes disponibles).
- Formation et évaluation du personnel (documents "vidéo", comparaisons).
- Équipement d'échantillonnage (approprié, uniforme, avec registre de nettoyage et d'entretien).
- Prélèvement, conservation, expédition, stockage (méthodes, étiquettes adéquates, dossiers de conservation).

Activités de laboratoire

- Étalonnage et entretien des instruments (dossiers, méthodes disponibles).
- Soins aux animaux et acclimatation (dossiers, méthodes disponibles, matériaux constituant les réservoirs).
- Réactifs et solutions de travail (étiquettes, acquisition, préparation, dates d'expiration).
- Nettoyage adéquat de la verrerie.
- Séparation des zones (réception, stockage, préparation, essais, plan d'implantation du laboratoire).
- Contrôle de la température, de l'éclairage et de la ventilation (dossiers, dispositifs appropriés).
- Approvisionnement en eau de dilution (source, traitement, dossiers des vérifications chimiques).
- Approvisionnement en éléments nutritifs (source, dossiers des vérifications chimiques).
- Système d'information sur les échantillons (enregistrement, méthodes d'étiquetage, inscription des temps de conservation).
- Procédures de sécurité adéquates.

Essais, contrôle de la qualité et rapports

- Relevés des résultats d'essai (concentrations, réactions quotidiennes, conditions d'essai).
- Directives visant la sélection des concentrations (essais par gammes, intervalles de concentration).
- Vérification des concentrations (fréquence, méthodes de mélange).
- Contrôles visant l'eau de dilution (utilisation des données, critères d'acceptation des essais).
- Répétition des essais (fréquence, limites de contrôle des étendues).
- Essais au moyen de substances toxiques de référence (type, fréquence, limites de contrôle).
- Graphiques ou tableaux de mise en garde (détermination des limites, actions incontrôlées).
- Sélection des méthodes avec directives pour les calculs des mesures terminales.
- Traitement et présentation des données (limites de confiance, méthodes, conditions d'essai, données de CQ).

Détails/lacunes

Note infrapaginale n°	Description
-----------------------	-------------

Tableau 4.3 : Exemple : liste de pointage d'assurance de la qualité pour les analyses physiques et chimiques

(Cocher ou inscrire un numéro de note infrapaginale pour une addition de détails ou une description de lacunes.)

Gestion de la qualité

- Procédures opérationnelles standardisées (POS) disponibles (méthodes d'échantillonnage, de traitement et d'AQ, révisions).
- Plan de gestion de la qualité propre à l'établissement (peut faire partie des POS).
- Responsabilités, pouvoirs, compétences définis pour chaque poste.
- Responsable de l'assurance de la qualité ayant les pouvoirs voulus pour apporter des correctifs.
- Objectifs de qualité des données pour le projet (sensibilité, exactitude, précision).

Fonctions d'assurance de la qualité assurées

- Examen des résultats des échantillons de CQ (registre permanent, sous-échantillons, échantillons témoins, étalons).
- Examen de l'évaluation du rendement (échantillons de concentration connue mais cachés dans le lot analysé : "blind samples").
- Vérification des connaissances et séances de formation (sur le terrain et en laboratoire).
- Examen des données des échantillons étudiés (contrôles de la transcription et du transfert logique effectués).
- Mécanismes d'approbation des rapports (signatures).
- Rapports d'assurance de la qualité (correctifs indiqués).
- Études interlaboratoires et d'accréditation (registre des activités de participation).

Activités sur le terrain

- Échantillonnage préliminaire (rendement, strates environnementales, variabilité).
- Plan d'échantillonnage (fondé sur des objectifs, sous-échantillonnages adéquats).
- Étalonnage et entretien des instruments (dossiers, méthodes disponibles).
- Formation et évaluation du personnel (documents "vidéo", comparaisons).
- Équipement d'échantillonnage (approprié, uniforme, avec registre de nettoyage et d'entretien).
- Prélèvement, conservation, expédition, stockage (méthodes, étiquettes adéquates, dossiers de conservation).

Activités de laboratoire

- Étalonnage et entretien des instruments (dossiers, méthodes disponibles).
- Réactifs et solutions de travail (étiquettes, acquisition, préparation, dates d'expiration).
- Nettoyage adéquat de la verrerie.
- Séparation des zones (réception, stockage, préparation, analyses, plan d'implantation du laboratoire).
- Contrôle de la température, de l'éclairage et de la ventilation (dossiers, dispositifs appropriés).
- Système d'information sur les échantillons (enregistrement, méthodes d'étiquetage, inscription des temps de conservation).
- Procédures de sécurité adéquates.

Analyse, contrôle de la qualité et rapports

- Relevés des résultats d'analyse (dilutions, pré-concentrations, lectures, calculs).
- Échantillons témoins ("blancs") sur le terrain et en laboratoire (utilisation des données, critères d'acceptation).
- Échantillons répliqués sur le terrain et en laboratoire (fréquence, limites de contrôle des étendues).
- Substances de référence normalisées (type, fréquence, limites de contrôle).
- Graphiques ou tableaux de contrôle (détermination des limites, actions incontrôlées).
- Échantillons témoins ("blancs") et échantillons avec concentration ajoutée pour l'effet de matrice (types, fréquence, utilisation des données).
- Traitement et présentation des données (échantillons témoins, correction pour la récupération, décimales significatives, remarques, données de CQ).

Détails/lacunes

Note infrapaginales n° Description

Tableau 4.4 : Exemple : liste de pointage d'assurance de la qualité pour les analyses bactériologiques

(Cocher ou inscrire un numéro de note infrapaginale pour une addition de détails ou une description de lacunes.)

Gestion de la qualité

- Procédures opérationnelles standardisées (POS) disponibles (méthodes d'échantillonnage, d'analyse et d'AQ, révisions).
- Plan de gestion de la qualité propre à l'établissement (peut faire partie des POS).
- Responsabilités, pouvoirs, compétences définis pour chaque poste.
- Responsable de l'assurance de la qualité ayant les pouvoirs voulus pour apporter des correctifs.
- Objectifs de qualité des données pour le projet (sensibilité, exactitude, précision).

Fonctions d'assurance de la qualité assurées

- Examen des résultats des échantillons de CQ (registre permanent, sous-échantillons, échantillons témoins, étalons).
- Examen de l'évaluation du rendement (échantillons de concentration connue mais cachés dans le lot analysé : "blind samples").
- Vérification des connaissances et séances de formation (sur le terrain et en laboratoire).
- Examen des données des échantillons étudiés (contrôles de la transcription et de transfert logiques effectués).
- Mécanismes d'approbation des rapports (signatures).
- Rapports d'assurance de la qualité (correctifs indiqués).
- Études interlaboratoires et d'accréditation (registre des activités de participation).

Activités sur le terrain

- Échantillonnage préliminaire (rendement, strates environnementales, variabilité).
- Plan d'échantillonnage (fondé sur des objectifs, sous-échantillonnages adéquats).
- Étalonnage et entretien des instruments (dossiers, méthodes disponibles).
- Formation et évaluation du personnel (documents "vidéo", comparaisons).
- Équipement d'échantillonnage (approprié, uniforme, avec registre de nettoyage et d'entretien).
- Prélèvement, conservation, expédition, stockage (méthodes, étiquettes adéquates, dossiers de conservation).

Activités de laboratoire

- Étalonnage et entretien des instruments (dossiers, méthodes disponibles).
- Conservation et entretien des cultures (dossiers, méthodes, vérification de la pureté).
- Réactifs et solutions de travail (étiquettes, acquisition, préparation, dates d'expiration).
- Nettoyage adéquat de la verrerie.
- Séparation des zones (réception, stockage, préparation, analyses, plan d'implantation du laboratoire).
- Contrôle de la température, de l'éclairage et de la ventilation (dossiers, dispositifs appropriés).
- Approvisionnement en eau (source, traitement, vérifications chimiques et microbiologiques).
- Préparation des substrats (préparation, dates d'expiration, dates de stérilisation, température, pH).
- Système d'information sur les échantillons (enregistrement, méthodes d'étiquetage, inscription des temps de conservation).
- Procédures de sécurité adéquates.

Analyse, contrôle de la qualité et rapports

- Relevés des résultats d'analyse (dilutions, pré-concentrations, numérations, calculs).
- Contrôles de la stérilité (utilisation des données, critères d'acceptation).
- Échantillons replicats sur le terrain et en laboratoire (fréquence, limites de contrôle de la gamme).
- Essais au moyen de cultures de référence (types, fréquence).
- Graphiques ou tableaux de contrôle (détermination des limites, actions incontrôlées).
- Essais de vérification (types, fréquence).
- Traitement et présentation des données (limites de confiance, méthodes, conditions expérimentales, données de CQ).

Détails/lacunes

Note infrapaginale n°	Description
-----------------------	-------------

4.1 Gestion de la qualité

Une structure organisationnelle clairement définie constitue un élément essentiel d'un programme d'AQ/CQ. Des fonctions d'AQ/CQ sont attribuées aux diverses personnes qui prennent part à l'étude; des canaux sont établis afin de faciliter l'acheminement des données et une autorité est identifiée pour des mesures spécifiques de correction au cas où les limites de rendement et les objectifs de qualité des données établis ne sont pas respectés.

La méthode suggérée pour décrire cette structure est un plan de gestion de la qualité dans un plan d'assurance de la qualité, (QAMS, 1980). Les plans de gestion de la qualité doivent normalement inclure un énoncé de politique d'AQ signé par un directeur ayant une autorité budgétaire.

Des plans de gestion de la qualité peuvent être élaborés pour des établissements ou des laboratoires pris isolément (ex.; OMOE, 1985) ou encore pour des programmes inter-agences (ex.; LRATP, 1986; IJC, 1988). Ils sont particulièrement importants dans le cas de programmes inter-agences. De la même façon, des plans d'assurance de la qualité peuvent être élaborés pour un établissement ou pour un projet.

4.1.1 Procédures opérationnelles standardisées

Les procédures opérationnelles standardisées (POS) sont des méthodes écrites et détaillées qu'on doit suivre lors de chaque prélèvement ou analyse d'échantillons. Un document de POS comprend généralement de plus amples détails techniques que les plans d'AQ en ce qui a trait aux méthodes précises; de plus, il cite des manuels de méthodes publiés (le cas échéant). Les POS peuvent être citées en référence dans le plan d'assurance de la qualité.

Chaque POS doit être une méthode écrite accessible à chaque analyste. Les POS doivent être fondées sur les méthodes mises au point par des organismes normalisateurs comme Environnement Canada, U.S. EPA, l'American Society for Testing and Material (ASTM) et l'American Public Health Association (APHA). Lorsque les méthodes n'ont pas été validées de façon appropriée, elles doivent s'accompagner de références à la documentation pertinente et contenir tous les éléments décrits dans Canadian Association for Environmental Analytical Laboratories CAEAL Inc. (1991) selon les cas. Des données de "validation maison" devraient être annexées aux POS et inclure les méthodes d'assurance et de contrôle de la qualité. Celles-ci comprennent les types et les fréquences pour les échantillons de contrôle de la qualité devant être analysés, les niveaux prévus de fidélité, d'exactitude et de récupération ainsi que les limites de détection des méthodes.

Tandis que les méthodes relatives aux analyses chimiques sont généralement assez bien documentées, les méthodes d'échantillonnage et le plan d'échantillonnage en particulier sont souvent négligés. Les erreurs d'échantillonnage constituent généralement un élément important, souvent l'élément principal, à la base de l'incertitude dans les mesures environnementales. Les procédures opérationnelles standardisées qui concernent les méthodes de terrain contribueront à réduire cette incertitude ou au moins permettre qu'elle soit quantifiée.

4.1.2 Objectifs de qualité des données

Des objectifs de qualité de données (OQD) sont précisés en fonction de l'utilisation prévue des données (vérification d'hypothèses, résumé des méthodes statistiques utilisées et incertitude totale qui peut être tolérée), on peut définir un ensemble d'objectifs de qualité des données. L'incertitude totale comprend l'imprécision (attribuable à l'échantillonnage, à l'analyse ou au milieu) ainsi que tout biais analytique qui peut survenir (Taylor, 1987). Des objectifs peuvent être établis pour chaque élément ainsi que pour l'incertitude totale. Ils devraient être intégrés aux plans d'AQ. Les différents éléments relatifs à l'imprécision peuvent être évalués en ayant recours à des données d'échantillons répliqués de terrain et d'échantillons répliqués de laboratoire.

4.2 Fonctions de l'assurance de la qualité

Le plan de gestion de la qualité devrait comprendre la description des fonctions de l'assurance de la qualité, du personnel responsable de chacune de ces fonctions ainsi que les mesures de correction qui doivent être prises lorsque les limites de rendement ne sont plus respectées.

Les activités du contrôle de la qualité définissent les limites de rendement acceptables du système de mesure; elles comprennent des vérifications routinières (mesures de la qualité des données) qui indiquent si le système fonctionne selon les spécifications prévues. La transmission des données est généralement interrompue lorsqu'on perd le contrôle du système; des corrections sont alors mises en oeuvre. Des méthodes décrivant des moyennes et des gammes de contrôles ont été décrites ailleurs (OMOE, 1984; ASTM, 1985, 1986; Dux, 1986).

Les mesures de la qualité des données devraient être définies selon les mêmes termes que les objectifs de qualité des données, de façon à ce qu'ils puissent être comparés lors de l'évaluation du projet (QAMS, 1986).

Les principes régissant la gestion et l'assurance de la qualité sont applicables à tous les systèmes de mesure pour lesquels des points de contrôle du rendement de l'échantillonnage et de l'analyse sont définis. Toutefois, certaines sources d'erreur sont particulières à des systèmes de mesures écologique, toxique, physico-chimique ou bactériologique et peuvent exiger des vérifications particulières de la qualité des données.

4.3 Opérations sur le terrain

Les méthodes de travail sur le terrain devraient préciser quels protocoles et quel équipement d'échantillonnage conviennent à l'étude. L'uniformité dans l'utilisation d'équipement d'échantillonnage atténue les biais relativement à l'efficacité de la prise et au type d'organismes capturés. Les méthodes devraient aussi préciser l'emploi approprié de l'équipement, l'emplacement des stations, les contenants d'échantillonnage, l'étiquetage et la conservation des échantillons, ainsi que toute contrainte relative au stockage des échantillons (ex.; Tetra Tech Inc., 1987). Enfin, il faudrait spécifier les fréquences de prélèvement des échantillons replicats de terrain.

On doit vérifier s'il y a contamination en cours de prélèvement d'échantillons pour fins d'analyses chimiques. On procède avec des échantillons témoins sur le terrain et des solutions de rinçage de l'équipement. Les premiers sont préparés en laboratoire, apportés sur le terrain, traités comme des échantillons réguliers et retournés au laboratoire pour analyse. Les solutions de rinçage sont des échantillons d'eau ou de solvant qui ont passé dans les dispositifs de prélèvement des échantillons sur le terrain juste avant l'échantillonnage. De tels échantillons fournissent la concentration chimique du "bruit de fond". Les problèmes de contamination peuvent être minimisés par application des méthodes appropriées de contrôle et de lavage des contenants d'échantillons et des dispositifs d'échantillonnage, ou encore au moyen de méthodes de stérilisation de l'équipement de l'échantillonnage microbiologique.

Des contrôles additionnels de l'effort sont faits sur le terrain pendant l'échantillonnage et permettent de confirmer si on atteint le rendement par effort que les travaux préliminaires sur le terrain avaient permis d'espérer. Par exemple, lorsqu'il a été estimé que trois échantillons instantanés par station sont suffisants pour atteindre un objectif de qualité de données fixé à 95% de récupération des espèces benthiques présentes à toute station, on peut prélever et analyser davantage d'échantillons instantanés à certaines stations choisies. En déterminant le plateau du nombre d'espèces trouvées dans ces échantillons, on peut savoir si les trois premiers prélèvements sont suffisants pour l'atteinte de l'objectif de 95%. Stevenson et Lowe (1986) donnent un exemple qui traite de l'échantillonnage du périphyton.

4.4 Activités de laboratoire

4.4.1 Laboratoires de biologie

Le traitement d'échantillons servant à des mesures écologiques peut comprendre, comme première étape, le tri des organismes trouvés dans les débris et éventuellement le sous-échantillonnage des organismes triés afin de pousser l'identification. On devrait utiliser des méthodes écrites pour le traitement des échantillons; des registres devraient être conservés et les erreurs (c.-à-d. la variance) reliées à ces activités devraient être estimées (ex.; Kreis, 1986, 1989). Une telle estimation de l'erreur implique nécessairement un certain type de duplication du traitement, que ce soit la division de l'échantillon ou un nouveau mélange d'un même échantillon et un nouveau traitement (Peck et al., 1988). Chacune de ces deux approches présente certains problèmes (ex.; difficulté d'obtenir une division exacte ou un mélange uniforme), mais ceux-ci ne devraient pas nous empêcher de tenter de caractériser l'erreur chez une même personne ou entre différents membres du personnel. Lorsque plusieurs laboratoires participent à l'étude, on peut procéder à l'échange d'échantillons entre les laboratoires pour une duplication du traitement.

On peut facilement vérifier l'efficacité du tri au moyen de vérifications au hasard si les débris restants d'un échantillon sont conservés. On peut appliquer des colorants pour faire apparaître des organismes qu'on aurait manqués. Cette méthode est particulièrement utile dans le cas des échantillons d'organismes benthiques, qui contiennent généralement de grandes quantités de débris.

Les méthodes de classement taxonomique devraient utiliser des clés récemment publiées. On devrait aussi décrire les techniques de coloration et de fixation employées pour l'identification. Des clés adaptées à la région d'étude sont recommandées. Il existe maintenant des clés taxonomiques informatisées. Chaque laboratoire de taxonomie devrait conserver des collections de référence et, lorsque plusieurs laboratoires régionaux participent à une étude, des collections centrales sont recommandées. Des photographies ont aussi été avantageusement employées (Camburn et al., 1984-1986). Ces collections sont utiles pour confirmer l'identification, assurer un classement taxonomique uniforme et former le personnel.

Il est recommandé que des experts reconnus vérifient les travaux de taxonomie de façon ponctuelle et la classification de tout nouveau spécimen pour une collection de référence. Des musées sont aptes à fournir ce service lorsque l'étude se fait dans des régions éloignées et lorsque de nouvelles espèces ou de nouvelles données sur les distributions sont recueillies. Ils vont parfois archiver des échantillons choisis ou des spécimens de référence ("voucher

specimens"). Toutefois, puisque l'entretien à long terme du matériel biologique préservé nécessite un effort considérable, il est souvent nécessaire de limiter le plus possible la quantité de matériel soumis.

Les études sur l'écologie des communautés produisent généralement des matrices de données très vastes puisqu'elles peuvent porter sur des centaines d'espèces et que des observations relatives à chacune d'entre elles sont notées à chaque station d'échantillonnage. L'utilisation d'ordinateurs et de programmes statistiques multivariés aide généralement à synthétiser les données et à élucider les distributions spatiales et temporelles de l'état de santé des communautés (ex.; Hensler, 1984; Ludwig et Reynolds, 1988). Étant donné leur nature et leur quantité, les données doivent être manipulées avec beaucoup d'attention pour éviter les erreurs de transcription ou l'utilisation erronée de ces données. Des systèmes à double inscription ainsi que des contrôles de la transcription par support aux registres de données originales sont tous deux très utiles dans les techniques de CQ. Il faut établir nettement la distinction entre les données manquantes et celles qui correspondent à l'absence d'une espèce par le recours à un code autre que zéro pour désigner l'absence; en outre, la définition des codes doit être intégrée à chaque dossier. Finalement, en ayant des dossiers seulement réservés à la consultation (sans possibilité de correction), on aide à protéger l'intégrité des données.

4.4.2 Laboratoires de toxicologie

MacGregor et Doe (1987) ont étudié certaines sources d'erreurs propres aux essais de toxicité, lesquelles nécessitent une attention particulière.

La sensibilité des organismes peut varier en fonction de leur provenance, des antécédents génétiques, de l'âge, du sexe, de l'état de santé ainsi que du stress imputable à des changements environnementaux récents. Les méthodes suivantes sont recommandées : 1) les animaux malades devraient être sacrifiés et les animaux utilisés pour un essai ne devraient jamais être utilisés à nouveau; 2) des relevés détaillés sur les animaux d'expérience et sur les conditions du milieu comme l'éclairage et la température devraient être tenus à jour car ils aident à déterminer si les animaux conviennent aux essais ainsi qu'à déterminer les causes de tout changement observé dans la sensibilité du système qui sert au test; 3) les eaux de dilution utilisées pour les tests varient beaucoup entre les laboratoires pour des facteurs critiques tels que le pH et la dureté qui peuvent influencer considérablement les réponses au cours de l'essai; l'alimentation en eau peut aussi varier périodiquement; des approvisionnements en eau et en nourriture devraient être périodiquement contrôlés afin d'y déceler des traces de contamination; des registres devraient également être tenus de façon à ce qu'on puisse les comparer aux critères d'acceptabilité; 4) les essais biologiques nécessitent

souvent des traitements à différentes concentrations et le choix de la concentration recherchée influence le calcul de la mesure terminale (CL_{50} , CE_{50}) ainsi que l'incertitude qui s'y rattache; des directives concernant la sélection de la concentration devraient être adoptées; en particulier, une mesure terminale calculée qui dépasse la gamme des concentrations possibles pour l'essai serait une extrapolation incertaine et devrait être signalée comme telle.

La vérification des concentrations chimiques, ce qui comprend des fréquences de vérification et des méthodes pour les mélanges durant un essai, est toujours souhaitable. Les meilleurs moments pour la vérification sont le début et la fin de l'expérience. Toutefois, cela accroît le coût de l'essai et, par ailleurs, ce n'est pas couramment pratiqué de façon routinière. De plus, lorsque la substance testée est un mélange non caractérisé, un substitut tel que la conductivité ou le carbone organique dissous peut être utilisé à des fins de vérification de la concentration.

Pour tout essai, on s'attend à ce que les contrôles (négatifs) de l'eau de dilution donnent une réponse nulle. On devrait également déterminer une limite supérieure à la réponse acceptable des contrôles. Pour le calcul de la toxicité, la correction se fait à l'aide de la formule d'Abbott (Finney, 1981); on peut décider de procéder à cette correction ou non. Cela n'a probablement pas d'importance lorsque la réponse du contrôle est faible, mais celle-ci ainsi que toute correction due aux contrôles, devraient toujours être décrites avec les résultats.

Les essais de toxicité visant les substances toxiques de référence sont des contrôles positifs. Il est recommandé d'y procéder fréquemment. Des protocoles récemment élaborés par Environnement Canada stipulent qu'on devrait les faire tous les mois (Environnement Canada, 1990a). Les essais visant les substances toxiques de référence ou les échanges d'échantillons divisés peuvent servir à établir une comparaison entre les laboratoires (ex.; Grothe et Kimerle, 1985; PACE, 1989), mais jamais à déterminer quel laboratoire a raison. On peut obtenir plus de détails à ce sujet à Environnement Canada (1990a).

Il existe différentes méthodes pour le calcul de la CL_{50} ou d'autres de mesures terminales (Stephan, 1977). On devrait toujours spécifier la méthode utilisée lors de la présentation des résultats des essais.

Des graphiques présentant la moyenne et la plage de variation peuvent être utilisés pour les systèmes de mesure appliqués à des essais biologiques (U.S. EPA, 1978). Les données relatives aux substances toxiques de référence peuvent être utilisées dans les deux cas si des essais sont réalisés avec des échantillons replicats de référence. Ou encore, on peut à l'occasion diviser des échantillons ordinaires et procéder à des essais sur les

sous-échantillons. On obtient la mesure de l'incertitude (limite de confiance) à partir de la courbe concentration réponse de tout essai donné, même sans répétition de l'essai; toutefois, la reproduction graphique de la plage de variation fournit une vérification de la répétitivité et un indicateur visuel des problèmes de précision lors du développement de l'essai.

4.4.3 Laboratoires de chimie

Dans le laboratoire de chimie, les échantillons de contrôle de la qualité comprennent ordinairement des échantillons témoins, ("blancs"), des échantillons répliqués de laboratoire et des solutions étalons; ils accompagnent chaque lot d'échantillons testé (Taylor, 1987). Les blancs sont préparés à partir de matrices exemptes de contaminants, mais comprennent les réactifs utilisés pour l'analyse des échantillons comme telle. Les blancs permettent de vérifier si des échantillons n'ont pas été contaminés par inadvertance au cours de la préparation ou de l'analyse des échantillons en laboratoire. Ils ne devraient pas donner lieu à une réponse importante. Lors de l'analyse chimique, la variabilité de la réponse aux blancs, ou à des blancs auxquels on ajoute de très faibles concentrations, est utilisée pour déterminer la limite de détection de l'essai (U.S. EPA, 1984; ASTM, 1985; OMOE, 1988). La réponse à un blanc au-delà de cette limite indique qu'il y a eu contamination; ceci peut mener à un rejet de données ou à des actions correctrices.

Les échantillons répliqués de laboratoire sont des échantillons divisés en laboratoire (en prenant soin de voir à ce que l'échantillon soit bien homogène avant de le diviser) et analysés séparément afin d'obtenir une évaluation de la variabilité de la mesure (c.-à-d. la précision de l'analyse). La précision de l'analyse peut s'exprimer sous différentes formes, mais elle est habituellement exprimée en écart type des réponses aux échantillons répliqués de laboratoire (ASTM, 1985). Un écart type restreint indique une grande précision. La précision est presque toujours une fonction de l'intensité de la réponse : l'écart type s'accroît à mesure que la réponse s'accroît. Donc, tandis qu'une fonction de précision peut être définie pour une matrice d'échantillons donnée, il est difficile d'exprimer par une valeur unique la précision d'une méthode de mesure. On peut donner une valeur approximative pour une plage donnée de réponses, mais la plage, les unités et la matrice devraient toujours être mentionnées.

On peut utiliser différents types de solutions étalons pour évaluer la précision des mesures chimiques. Il peut s'agir de matériaux de référence standardisés reconnus comme tels par un organisme officiel (ex.; le Bureau national des normes, Environnement Canada, le Conseil national des recherches du Canada). Des échantillons avec concentration ajoutée sont aussi préparés par chaque laboratoire d'analyse par addition d'une quantité connue de la substance à doser ou d'un substitut à un échantillon naturel (matrice avec concentration ajoutée) ou à

un blanc. Les substances de référence standardisées sont normalement préparées dans une matrice plus simple que celles d'où proviennent les échantillons traités; il est ainsi plus facile de les doser avec précision.

Des échantillons de matrice avec concentration ajoutée sont plus représentatifs de la performance avec des échantillons réels, mais on est moins certain de la concentration réelle de la substance dosée dans des échantillons avec concentration ajoutée qu'on ne l'est de la concentration des substances de référence standardisées. Dans l'un ou l'autre cas, l'erreur systématique inhérente à la mesure est généralement quantifiée en termes de déviation moyenne (positive ou négative) de la valeur réelle et est exprimée en pourcentage de la valeur réelle.

On devrait toujours utiliser des graphiques (ou tableaux) de contrôle afin de surveiller la précision et l'exactitude des analyses au laboratoire. Les techniques de représentation graphique pour les analyses chimiques ont été examinées par l'ASTM (1986) et par Dux (1986) et sont, de façon générale, également applicables à l'analyse biologique. Les graphiques qui donnent les moyennes servent à la vérification de l'exactitude (qu'on appelle souvent la récupération), alors que les graphiques qui donnent les plages de valeurs s'appliquent à la précision. Il y a un problème d'exactitude lorsqu'une valeur moyenne d'une solution étalon se situe à l'extérieur de la plage normale des valeurs. Il peut y avoir une série de graphiques pour chaque système de mesure, selon le type d'échantillon (matrice) et les plages de concentration (réponse). Les limites admissibles sur ces graphiques sont régulièrement mises à jour, mais elles tendent à se stabiliser une fois qu'on a accumulé suffisamment de données de contrôle.

Il est recommandé que soient données, pour chaque lot d'échantillons soumis simultanément à des mesures, des directives concernant ce qui est à faire lorsque des mesures tombent hors de la plage couverte par le graphique de contrôle.

4.4.4 Laboratoires de microbiologie

Dans un laboratoire de microbiologie, il est recommandé d'avoir de bonnes pratiques de laboratoire. Par exemple, toutes les surfaces (ex.; tabourets, planchers, murs), faites d'un matériau de surface approprié, devraient être fréquemment nettoyées et désinfectées de façon à empêcher toute contamination microbienne. Des autres bonnes pratiques recommandées de laboratoire incluent aussi les points suivants:

- a) Une pièce devrait être réservée aux autoclaves pour la stérilisation des milieux et des équipements utilisés pour les essais, en plus d'aires distinctes pour le lavage, la

préparation des milieux et le test. Des procédures opérationnelles standardisées devraient spécifier la durée et la température de fonctionnement des autoclaves pour les milieux et autres produits, ainsi que la vérification du rendement des autoclaves et des filtres à membrane.

- b) L'eau utilisée lors des manipulations microbiologiques devrait être régulièrement vérifiée pour déterminer la conductivité, le pH, la présence de substances potentiellement toxiques et aussi toute contamination bactérienne. Les méthodes utilisées pour ces vérifications ainsi que leur fréquence d'application devraient être incluses dans les procédures opérationnelles standardisées. Les résultats des vérifications devraient être consignés dans un journal d'exploitation. La verrerie devrait faire l'objet de vérifications ponctuelles pour le pH et la présence de traces de gouttes afin de s'assurer qu'il n'y a pas de résidus de détergent ou de substrat; les résultats de ces vérifications devraient être consignés. Le lavage et l'autoclavage devraient être repris si on trouve des résidus.
- c) Tous les tests microbiologiques des lots devraient s'accompagner de contrôle de la stérilité. Ce sont notamment des numérations de colonies faites sur l'appareillage servant aux tests lorsqu'il n'est pas exposé à l'échantillon, notamment les milieux, l'eau, la verrerie et les filtres (tests avec filtration sur membrane). Il y aurait lieu de définir des critères acceptables et les données relatives aux échantillons ne devraient pas être corrigées en fonction du contrôle.
- d) On doit procéder à des tests en réplicats pour au moins 10 % des échantillons microbiologiques ou au minimum pour un échantillon par lot (Bordner, 1985). Il faudrait définir des critères acceptables pour la fourchette des échantillons réplicats, avec des actions de correctrices lorsque les critères sont pas dépassés.
- e) Des cultures de référence positives et négatives devraient être inoculées périodiquement dans les milieux afin de s'assurer que ceux-ci ont un effet normal sur la survie des organismes dénombrés et la non-survie des autres. Chaque nouveau lot de milieu devrait faire l'objet de ce type d'essai au moins une fois. Il est souhaitable que ces essais soient plus fréquents.
- f) Des tests de vérification devraient être inclus dans chaque étude microbiologique. Dans les tests avec filtration sur membrane (FM), au moins dix colonies par mois ou dix colonies par étude (le plus grand des deux nombres) devraient faire l'objet de vérifications biochimiques par culture sur des milieux sélectifs afin de confirmer leur identité taxonomique. Lors des tests NPP (nombre le plus probable), au moins 10 % des

échantillons positifs devraient être vérifiés en leur appliquant complètement les méthodes de Bordner et Winter (1978) ou de l'APHA (1985).

5. PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LES ANALYSES PHYSIQUES, CHIMIQUES, BACTÉRIOLOGIQUES ET TOXICOLOGIQUES

5.1 Échantillonnage de l'effluent

La méthode recommandée de prélèvement d'échantillons d'effluents pour fins d'étude est le recours aux échantillonneurs à composition automatique. Lorsqu'il est impossible de se conformer aux critères donnés dans le tableau 5.1 (la réponse est non) ou que les critères indiqués sont dépassés, des modifications appropriées devraient être considérées avant de procéder à l'étude de l'ESEE.

5.1.1 Mesure du débit

L'exactitude de l'équipement de mesure du débit et la méthode applicable aux installations de pâtes et papiers sont précisées dans les paragraphes 8(1)(d), 8(2) et 8(3) des règlements sur les effluents des fabriques de pâtes et papiers de la loi sur les pêches. Des recommandations générales pour d'autres secteurs industriels suivent.

Il est recommandé de procéder à une inspection, à l'aide des critères du tableau 5.1, au moins six mois avant le début de l'échantillonnage. Il est recommandé de réétalonner au moins une fois par année les dispositifs primaires et secondaires de mesure du débit. Cet étalonnage peut être fait au moyen d'études par traceurs chimiques ou colorants à injection continue, lesquelles sont combinées avec des mesures directes de la profondeur du courant afin d'évaluer la réponse instantanée du dispositif. L'exactitude recommandée est de $\pm 10\%$ du débit mesuré.

Grant (1985) résume la théorie et des méthodes pour les mesures du débit dans des canaux ouverts. Des considérations concernant l'évaluation de l'efficacité d'un dispositif de mesure du débit sont présentées ci-après.

- *Conception et installation* : un dispositif primaire bien conçu et bien installé doit être de niveau, de bonne conception hydraulique et de dimension adéquate en fonction des débits prévus et il ne doit pas présenter des obstructions internes, ni en aval ni en amont, qui peuvent influencer les mesures du débit. Lorsque le dispositif secondaire est un intégrateur mécanique, la came appropriée doit être mise en place; parallèlement, on doit programmer le dispositif électronique en fonction de l'algorithme d'intégration approprié.

Tableau 5.1 : Échantillonnage des effluents : critères recommandés

Facteur	Critère
Station d'échantillonnage	
- d'accès facile au personnel	O/N
- espace de travail suffisant pour la manipulation des bouteilles, bonbonnes, etc.	O/N
- résistante aux intempéries et chauffée pour éviter le gel	O/N
- effluent accessible pour les échantillonnages instantanés (par accès direct à la surface ou par un robinet d'échantillonnage constitué d'un matériau approprié)	O/N
- effluent bien mélangé (c.-à-d. turbulent)	O/N
- chauffage des conduites d'échantillons pour éviter le gel	O/N
- mise en place d'un compartiment d'échantillonnage en acier inoxydable en milieu bien mélangé si l'effluent n'est pas directement accessible	O/N
- protection de la prise d'échantillonnage par une grille pour réduire les colmatages au minimum	O/N
- aménagement de la prise d'échantillonnage à mi-profondeur	O/N
Échantillonneurs automatiques	
- volume minimal d'échantillon de 10 L	O/N
- seuls le téflon, le verre ou l'acier inoxydable entrent en contact avec l'échantillon (y compris la pompe et les conduites jusqu'au compartiment d'échantillonnage)	O/N
- le polyéthylène linéaire de haute densité (PELHD) ou le polypropylène sont les contentants en contact avec l'échantillon (selon le paramètre, ex.; métaux)	O/N
- conduites de tête de pompe en caoutchouc de silicone (si échantillonneur péristaltique)	O/N
- longueur du caoutchouc de silicone	O/N
- débit proportionnel si le débit varie au cours du fonctionnement normal	
- bon état de l'échantillonneur (si échantillonneur péristaltique, vérifier l'usure des rouleaux, la corrosion de la tête; si électronique, vérifier le dessèchant)	O/N
- fiabilité de l'échantillonneur	O/N
- plus d'une bonbonne d'échantillonnage disponible pour le roulement ou le remplacement	O/N
Manipulation des échantillons	
- zone sèche, exempte de poussières, de fumées d'échappement, de vapeurs organiques, etc.	O/N
- entreposage frigorifique (4 °C) disponible pour les échantillons jusqu'au moment de leur expédition	O/N

O= Oui

N= Non

- *Entretien* : le dispositif primaire doit être en bon état, les parois et le fond doivent être lisses et propres et ne présenter aucun dépôt ni accumulation de fibres. Vu que les canaux en béton s'effritent graduellement, il peut être nécessaire de les remplacer ou d'en refaire la surface. Les puits de mesure doivent être propres et exempts de débris. Aucune obstruction telle qu'une sonde à pH ne devrait être présente dans le canal ou à un endroit qui pourrait interférer avec la mesure du niveau; les dispositifs devraient être accessibles. Le dispositif secondaire devrait être exempt de corrosion et d'humidité et il faut qu'il soit bien entretenu.
- *Conditions hydrauliques* : le dispositif primaire devrait être installé de façon à éviter les turbulences excessives en amont et en aval et de façon à avoir une pente appropriée pour les canaux d'admission et de sortie (Grant, 1985). On doit éviter de submerger les canaux et les déversoirs puisque cela nuira considérablement à la fiabilité et à l'exactitude obtenues avec ce dispositif.
- *Étalonnage* : tous les dispositifs de mesure du débit devraient avoir une exactitude de $\pm 10 \%$; par conséquent, il faudrait veiller à un entretien régulier et il est recommandé de les étalonner au moins une fois par année ou plus fréquemment; et d'avoir le relevé des dates d'étalonnage et l'exactitude du dernier contrôle fait et de celui qu'on fait. L'étalonnage comprend la comparaison des mesures manuelles directes de la profondeur (converties en débit) et de la mesure instantanée du débit à partir de l'instrument ainsi que la comparaison du débit total mesuré par le système et du débit mesuré au moyen d'une autre méthode, comme l'emploi d'un colorant ou d'un marqueur chimique. Ces derniers peuvent être utilisés en tenant compte des principes de la fluorométrie à courant continu, lesquels sont présentés par U.S. Geological Survey (1986).
- *Fonctionnement antérieur* : on doit connaître les antécédents de fonctionnement du dispositif afin de pouvoir le remplacer s'il arrivait un problème de fonctionnement persistant ou si un biais ne pouvait être corrigé; la fiabilité peut être déterminée et la nature du problème diagnostiquée.

5.1.2 Expédition et stockage

Le tableau 5.2 présente sous forme sommaire les exigences relatives à la manipulation des échantillons qui sont recommandées pour les différentes variables d'analyse susceptibles d'être incluses dans le programme des ESEE. Comme l'indique ce tableau, il faut différents types de bouteilles pour chaque variable ou chaque groupe de variables. Ces matériaux sont considérés comme les meilleurs pour les groupes de variables en question. Le cas échéant, il faut ajouter des agents de conservation aux bouteilles d'échantillons immédiatement à la fin du prélèvement de l'échantillon composé sur 24 heures. Le volume d'échantillons requis peut varier en fonction des besoins du laboratoire.

Tableau 5.2 : Recommandations relatives à la manipulation : échantillons d'effluent et d'eau du plan récepteur

Analyse	Contenant	Volume ¹	Agent de conservation	Durée maximale de conservation
COT	PELHD ²	100 mL	H ₂ SO ₄ jusqu'à pH 2	10 jours
COD	PELHD	100 mL	Filtrer et ensuite H ₂ SO ₄ jusqu'à pH 2	10 jours
Phénols, gâïacols, catéchols chlorés	Verre ambré	1 L	4 °C, filtrer et ensuite H ₂ SO ₄ jusqu'à pH 2 pour les chlorophénols seulement	7 jours avant l'extraction
Acides résineux et gras (chlorés et non chlorés)	Verre ambré	1 L	4 °C ou 0,5 g d'acide ascorbique plus 2 pastilles de NaOH	7 jours ou 14 jours
Dioxines	Verre ambré	4 L	4 °C	30 jours
pH	PELHD	1 L	4 °C	immédiatement
TMS, DBO ₅	PELHD	1 L	4 °C	4 jours
Substances nutritives (P total, NO ₂ + NO ₃ , N-NH ₃ -ATK)	Verre	250 mL	H ₂ SO ₄ jusqu'à pH 2; 4 °C pour P total seulement	10 jours
Chlorate	PELHD	100 mL	4 °C	28 jours
Toxicité sublétales	Matériau non toxique ³	2 L	supprimer l'air	3 jours

¹ Échantillon suggéré

² Polyéthylène linéaire de haute densité

³ Le polyéthylène ou le polypropylène sont recommandés.

Préparation des bouteilles :

Substances inorganiques : utiliser de nouvelles bouteilles; aucune préparation requise; on doit s'assurer de l'absence de contamination de chaque nouveau lot de bouteilles en choisissant une bouteille par caisse ou partie de caisse, en la rinçant avec l'agent de conservation et l'eau utilisée et en analysant le produit de rinçage en comparaison avec un échantillon témoin ("blanc").

Substances organiques : utiliser de nouveaux contenants; acheter des contenants garantis par le fournisseur ou vérifier la non-contamination d'une bouteille par caisse en rinçant au dichlorométhane et en analysant le produit de rinçage en comparaison avec un échantillon témoin ("blanc") ou bien avoir recours à des récipients de verre non traité qui sont chauffés ou lavés avec un solvant avant utilisation.

Il est recommandé, pour l'expédition et le stockage, de garder les échantillons à 4 °C durant le prélèvement et l'expédition afin de réduire les dégradations. Les échantillonneurs devraient être réfrigérés et les glacières devraient être équipées de contenants réfrigérants ou de glace en sac pour conserver les échantillons au froid. Il est aussi recommandé de s'assurer préalablement d'un transport qui achemine les échantillons rapidement (24-48 h au maximum).

5.1.3 Appareils automatiques d'échantillonnage composé

Pour les effluents de procédé (ex. ; eau de refroidissement ou autres rejets de procédé), il existe deux méthodes pour obtenir des échantillons composés :

- appareil automatique de prélèvement d'échantillons composés proportionnel au débit, si les débits instantanés varient de $\pm 15 \%$ de la moyenne quotidienne; et
- échantillonneur automatique qui prélève et combine des sous-échantillons à volume égal et à des intervalles égaux ne dépassant pas 15 minutes.

Il existe plusieurs modèles et marques d'échantillonneurs automatiques. Cependant, pour tout échantillonneur, il faut éviter que l'effluent n'entre en contact avec une matière susceptible de modifier la concentration des variables à surveiller dans l'échantillon. Celui-ci ne doit entrer en contact qu'avec du téflon, du verre ou de l'acier inoxydable. Les directives suivantes s'appliquent aux échantillonneurs automatiques :

- Le tube d'entrée l'échantillonneur doit être placé dans le flot de l'effluent qui coule librement et qui est représentatif de l'effluent total.
- Des grilles d'entrée en acier inoxydable ou en téflon (5 mm de maille) devraient être placées sur le tube d'entrée afin d'éviter l'obstruction de la ligne d'échantillonnage par de grosses particules solides et afin d'ajouter du poids dans le but de maintenir en place la prise dans le flot de l'effluent. Les grilles devraient être nettoyées régulièrement; pour cela, on doit les démonter et les laver.
- La bouteille réceptrice des échantillons doit être en verre et doit être conservée à une température de 4 °C dans un réfrigérateur ou dans la glace.
- Les bonbonnes réceptrices des échantillons doivent être rincées avec un acétone de qualité (préconisé pour l'analyse des pesticides) et avec de l'effluent avant chaque série d'échantillons. Après usage, elles doivent être nettoyées selon les méthodes décrites dans la section 5.1.5; elles doivent être entreposées avec un bouchon à vis, muni d'un revêtement de téflon, dans un endroit sûr et sec. Les bonbonnes ne devraient pas être entreposées là où elles peuvent être exposées aux gaz d'échappement, à la fumée de cigarette ou à d'autres vapeurs organiques.

5.1.4 Subdivision des échantillons

Le transfert des échantillons des bonbonnes aux bouteilles constitue la plus importante source potentielle de contamination au cours du processus de prélèvement; cette opération peut aussi conduire à l'obtention d'échantillons non représentatifs. Par conséquent, il faut procéder à tout transfert à l'aide d'un matériel adéquatement nettoyé et d'une façon qui permettra d'obtenir un échantillon représentatif. Les méthodes recommandées sont les suivantes :

- mélanger l'échantillon dans la bonbonne à l'aide d'agitateurs magnétiques et de barreaux aimantés enduits de téflon, d'une tige de verre rincée à l'acétone et de mouvements circulaires imprimés à la bonbonne (Note : le liquide doit avoir cessé de tourner avant qu'on ne le verse, sans quoi les solides seront poussés par centrifugation vers les parois);
- remplir partiellement (environ un tiers) chacune des bouteilles d'échantillon, en mélangeant le contenu des bonbonnes fréquemment;
- répéter jusqu'à ce que toutes les bouteilles soient pleines (Note : rincer la tige de verre avec de l'acétone après chaque utilisation si elle a été en contact avec d'autres objets ou matériaux).

5.1.5 Méthodes de nettoyage du matériel

Les méthodes recommandées pour nettoyer tout le matériel ou l'équipement qui entre en contact avec l'échantillon ou qui est réutilisé sont le nettoyage à l'aide d'un détergent inorganique de laboratoire, le rinçage à deux reprises à l'eau courante chaude, le rinçage à deux reprises à l'eau distillée et le rinçage à deux reprises à l'acétone ou au méthanol de qualité (préconisés pour l'analyse des pesticides), puis l'assèchement par écoulement immédiatement avant nouvelle utilisation.

5.1.6 Échantillonnage en vue des essais de toxicité

On peut prélever un seul échantillon instantané ou obtenir un échantillon composé manuellement ou au moyen d'une pompe péristaltique d'échantillonnage composé opérant 24 heures. L'équipement d'échantillonnage devrait être adéquatement nettoyé et rincé trois fois avec l'échantillon à prélever. Les méthodes recommandées d'échantillonnage mentionnent généralement de recueillir au moins 120 L dans un fût ouvert de 45 gallons, muni d'un revêtement en polyéthylène et d'un couvercle flottant ou d'un revêtement replié afin de minimiser l'exposition à l'air. Il est recommandé de refroidir les échantillons jusqu'à

4 °C environ, mais de ne pas les réfrigérer durant la prise et le transport, au moyen de contenants réfrigérants ou de glace.

Les échantillons devraient être livrés au laboratoire dans les trois jours qui suivent le prélèvement de telle sorte que les bioessais puissent être commencés dans ce délai, tel que stipulé dans les protocoles d'essai d'Environnement Canada.

Une fois que l'échantillon composé a été prélevé, il devrait être complètement mélangé et transféré dans des contenants d'expédition munis d'un nouveau revêtement en matière non toxique (ex.; verre, téflon, polyéthylène ou polypropylène). Il est préférable d'utiliser des seaux de plastique de 20 litres et de les revêtir de sacs de polyéthylène de qualité (préconisé pour les aliments), car ils sont faciles à utiliser sur le terrain et pour l'expédition. Le contenant devrait être rempli de façon à minimiser l'espace d'air. L'utilisation de contenants d'essence peut constituer une violation de la *Loi sur le transport de matières dangereuses* en raison des mises en garde moulées sur les contenants.

5.2 Plans d'eau récepteurs

5.2.1 Chimie

Pour le prélèvement d'échantillons dans des plans d'eau récepteurs, il est recommandé d'utiliser des contenants possédant les mêmes caractéristiques que celles décrites pour les échantillons d'effluents à la section précédente (5.1). Avant le prélèvement, il faut rincer chaque contenant d'échantillon et son couvercle trois fois avec l'eau qui doit être échantillonnée.

Les méthodes suivantes sont recommandées sur le terrain :

- pour les eaux de surface, les échantillons doivent être recueillis directement dans des bouteilles d'échantillonnage, sous la surface, le goulot de la bouteille faisant face au côté amont loin de la main de l'échantillonneur;
- pour les échantillons prélevés en profondeur, on doit utiliser un échantillonneur péristaltique de préférence à tout autre type. Si d'autres types d'échantillonneurs sont utilisés, ils doivent être munis d'un revêtement en téflon; l'échantillonnage doit se faire de la station la moins contaminée à la plus contaminée, avec deux rinçages complets au méthanol de qualité (préconisé pour l'analyse des pesticides) et à l'eau distillée entre les stations; on devrait s'assurer que l'échantillonneur ne contamine pas les échantillons en faisant passer des échantillons témoins ("blancs") de laboratoire avant et après utilisation.

5.2.2 Toxicité

L'eau des plans récepteurs recueillie en vue des essais de toxicité doit être prélevée par pompage à la profondeur d'échantillonnage appropriée au moyen de conduites propres de polyéthylène et versée dans un contenant propre de polyéthylène ou de polypropylène; habituellement, on place un sac de polyéthylène neuf de qualité (préconisé pour les aliments) à l'intérieur d'un seau de 20 L. Il est recommandé de suivre les instructions d'entreposage et de stockage des effluents données à la section 5.1.

5.3 Sédiments

On utilise très couramment des dragues pour prélever les sédiments (Tetra Tech Inc., 1987; Klemm et al., 1990). Les modalités suivantes sont recommandées lorsqu'on prend, à l'aide de dragues et de bennes, un échantillon représentatif en vue de l'analyse chimique :

- on récupère une couche de 5 cm de sédiments superficiels en eau douce (2 cm en milieu marin), au moyen d'une cuillère d'acier inoxydable rincée au méthanol dans le cas de composés organiques chlorés d'une cuillère en plastique ou en téflon dans le cas de métaux;
- une photographie en couleurs de chaque échantillon instantané ou carotte est faite pour aider l'interprétation.

Pour les carottes, tel que décrit au tableau 5.3, on utilise les mêmes méthodes sauf que l'on doit enlever la partie extérieure «étalée» pour éviter la contamination.

Il se peut que plusieurs carottages ou dragages soient nécessaires afin d'obtenir des échantillons suffisants pour remplir les contenants.

Les échantillons destinés aux analyses chimiques doivent être recueillis dans des bocaux d'échantillonnage à ouverture évasée en verre ambré de 500 mL (voir le tableau 5.2 pour la préparation), munis de couvercle à garniture de téflon. Les échantillons destinés aux essais de toxicité peuvent être recueillis dans des contenants semblables, mais le polytétrafluoroéthylène (PTF) est également acceptable.

Les contenants renfermant les échantillons destinés aux analyses chimiques doivent être remplis aux trois quarts et congelés dès que possible après le prélèvement jusqu'à ce qu'ils soient analysés. Les échantillons destinés aux bioessais de toxicité doivent être réfrigérés à 4 °C (dans des conditions anoxiques, si cela est approprié) jusqu'à ce qu'ils soient analysés,

mais non congelés. Les essais de toxicité devraient commencer, si possible, dans les deux semaines qui suivent le prélèvement.

5.4 Résidus dans les tissus

Cette procédure s'applique spécifiquement aux fabriques de pâtes et papiers qui utilisent le procédé de blanchiment au chlore. Les tissus prélevés en vue du dosage de contaminants spécifiques d'intérêt pour la santé humaine devraient être manipulés de façon à éviter toute contamination d'origine organique par des sources comme l'essence du bateau.

Chez les poissons, les filets devraient être prélevés dans la musculature dorsale sans peau et sans os au moyen d'un couteau d'acier inoxydable rincé à l'hexane et ensuite congelés dans un papier d'aluminium rincé à l'hexane. Chaque échantillon doit avoir au moins 50 g de muscle en poids frais afin qu'il y ait assez de matériel pour les analyses. Chaque échantillon devrait être clairement étiqueté et acheminé au laboratoire d'analyse pour la détermination des données spécifiées.

Dans le cas des mollusques, des organes entiers devraient être prélevés et il peut être nécessaire de constituer des échantillons composés de tissus à partir de plusieurs spécimens afin d'obtenir un échantillon de 50 g. Dans le cas des crustacés, les tissus comestibles (muscle et hépatopancréas) devraient être prélevés. Six échantillons par espèce et type de tissu correspondent au niveau recommandé d'effort pour constituer un échantillon. Les échantillons devraient être manipulés selon la façon décrite pour les tissus de poisson.

Tableau 5.3 : Caractéristiques des carottiers

1. Carottier "KB"

- Habitats et substrats échantillonnés : plans d'eau douce (lacs, rivières et estuaires); sédiments meubles seulement, 40 % d'argile limoneuse.
- Efficacité : permet l'analyse de la stratification des échantillons en termes quantitatifs et qualitatifs; utilise une tige de forage de 5,08 cm (2 pouces); employé dans les eaux peu profondes et de profondeur moyenne jusqu'à environ 30,5 m (100 pieds) ou même plus.
- Avantages : échantillonne une variété de substrats jusqu'à des types plus compactés; le tube d'échantillonnage peut être modifié de façon à présenter un diamètre qui permet de prélever 100 cm² de surface du substrat; crée peu de perturbation à l'interface entre l'eau et le fond; modèles standards et lourds disponibles; vaste gamme de tubes de carottage, de tubes-chemises, d'extracteurs de carottes et de couronnes.
- Limites : fonctionne par gravité; prend des échantillons de superficie limitée; la tête de carottier KB standard, sans le tube de carottage, pèse environ 8 kg (18 livres) mais des poids additionnels peuvent être ajoutés à l'échantillonneur; nécessite l'usage d'un bateau et d'un treuil électrique.

2. Carottier Balchek à tube unique ou à tubes multiples

- Habitats et substrats échantillonnés : les mêmes que pour le carottier KB.
- Efficacité : échantillonne les organismes qui s'enfouissent profondément dans les sédiments meubles, ce qui est particulièrement efficace pour l'échantillonnage des oligochètes; utilise un tube de forage de 5,08 cm (2 pouces) ou de 7,62 cm (3 pouces); employé dans les eaux peu profondes et profondes, soit de 3 m à 183 m (de 10 à 600 pieds); le carottier à tubes multiples pèse environ 38 kg (84 livres); les clapets de retenue sont automatiques et empêchent la perte d'échantillons.
- Avantages : bonne pénétration dans les sédiments meubles; le volume de l'échantillon permet l'analyse d'un plus grand nombre de sous-échantillons dans une période limitée; des carottiers à tube unique ou à tubes multiples (4) sont disponibles; tuyau de 3 pouces disponible pour les carottes les plus grosses ou pour le travail dans les lacs profonds ou la mer; vaste gamme de tubes de carottage, de tubes-chemises, d'extracteurs de carottes et de couronnes.
- Limites : dispositif lourd, environ 38 kg, qui nécessite l'usage d'un bateau et d'un treuil; fonctionne par gravité; ne retient pas le sable à moins que des dispositifs de retenue en bronze soient utilisés, ce qui nécessite un poids additionnel pour assurer la pénétration; peut perturber l'interface entre l'eau et les sédiments en raison de l'onde de choc qu'il projette.

3. Carottier "Phelger"

- Habitats et substrats échantillonnés : les mêmes que pour les carottiers décrits ci-dessus.

Tableau 5.3 : Caractéristiques des carottiers (suite)

- Efficacité : semblable au carottier KB.
 - Avantages : les mêmes que pour le carottier KB.
 - Limites : fonctionne par gravité ou peut être actionné à distance par un mécanisme de suspension à détente; les styles et poids varient d'un fabricant à l'autre; certains utilisent des poids interchangeables, entre 7 et 35 kg tandis que d'autres utilisent des poids fixes pouvant aller jusqu'à 41 kg; la longueur de la carotte prélevée varie en fonction de la texture du substrat.
4. **Carottier à boîte**
- Habitats et substrats échantillonnés : les mêmes que pour les carottiers décrits ci-dessus; fonctionne aussi en milieu océanique.
 - Efficacité : la même que pour les carottiers décrits ci-dessus; permet de prendre des carottes de 100 cm² de superficie jusqu'à une profondeur de 20 cm de sédiments.
 - Avantages : les mêmes que pour les carottiers décrits ci-dessus.
 - Limites : les mêmes que pour les carottiers décrits ci-dessus; également employé à partir de navires ou d'autres plates-formes; il est préférable d'avoir recours à un plongeur pour le prélèvement des carottes.
5. **Carottier actionné à la main**
- Habitats et substrats échantillonnés : les mêmes que pour les carottiers décrits ci-dessus.
 - Efficacité : échantillonné à la main ou à partir d'un bateau ou par un plongeur.
 - Avantages : peut être utilisé en eau peu profonde; peut être utilisé en eau profonde par un plongeur, généralement un biologiste qualifié, qui peut prélever et reconnaître les substrats et les changements dans le fond du plan d'eau afin de stratifier l'échantillonnage; il peut être employé avec des poignées extensibles de 5, 10 ou 15 pieds; des adaptations de la tige de forage permettent de l'actionner à partir d'un bateau ponté, d'un quai ou d'un pont.
 - Limites : ne peut échantillonner qu'une superficie restreinte.
-

(Source : Klemm et al., 1990)

6. ANALYSES CHIMIQUES, PHYSIQUES ET BACTÉRIOLOGIQUES

En adoptant des «principes méthodologiques» généraux, on peut utiliser des méthodes quelque peu différentes pour chaque variable, pourvu que les critères particuliers relatifs au rendement puissent être respectés dans la méthode choisie. Les méthodes d'AQ/CQ sont décrites de façon relativement détaillée dans les sections qui suivent. Pour plus de détails, il faudrait consulter la documentation pertinente. Il est également recommandé que le choix d'un laboratoire contractant mène à un laboratoire accrédité de la Canadian Association for Environmental Analytical Laboratories (CAEAL) Inc., ce qui fournit une seconde vérification de ses capacités.

6.1 Assurance de la qualité des analyses

L'assurance de la qualité analytique définit la façon dont les tâches doivent être exécutées pour que les résultats respectent les objectifs, préalablement définis pour la qualité des données. Ces tâches comprennent non seulement l'analyse en tant que telle, mais également tous les aspects de la manipulation et de la gestion des données. Les exigences d'AQ explicitées par CAEAL (1991) et présentées ci-après sont recommandées à tous les laboratoires d'analyse qui entreprennent des analyses chimiques dans le cadre du programme des ÉSEE.

6.1.1 Manipulation et suivi des données

a) Transmission des échantillons : des registres de transmission doivent être utilisés pour le transport des échantillons, particulièrement dans les cas où de nombreux participants participent à l'échantillonnage, à l'expédition et à l'analyse des échantillons. La figure 6.1 présente un exemple de formulaire de registre de transmission.

b) Inspection des échantillons : l'état de chaque échantillon doit être consigné sur réception. On doit également inscrire dans un carnet ou dans un fichier d'ordinateur toute divergence entre l'état exigé et l'état observé des échantillons. Il faut immédiatement ajouter un agent de conservation aux échantillons non encore préservés; enfin, il faut consigner les méthodes de conservation dans un registre.

c) Suivi des échantillons : il faut attribuer un numéro ou un code unique pour identifier l'échantillon dans un système de suivi des échantillons. Ce système doit identifier l'échantillon, indiquer sa provenance, la date de réception, les analyses, la date d'échéance pour les résultats ainsi que toute autre information pertinente. Il est recommandé d'avoir

recours à un système de gestion de l'information de laboratoire ("LIMS") pour effectuer le suivi des échantillons dans les laboratoires où un grand nombre d'échantillons sont traités pour différents clients.

d) Entreposage des échantillons : les échantillons doivent être entreposés dans un endroit déterminé à l'intérieur d'un réfrigérateur ou dans une aire d'entreposage accessible seulement au personnel autorisé. Les échantillons doivent être réfrigérés à 4 °C et ne seront retirés du réfrigérateur qu'à des fins d'inspection, de consignation de données et d'analyse. La température du réfrigérateur doit être mesurée et inscrite quotidiennement.

6.1.2 Bonnes pratiques de laboratoire

Il est important d'adopter de bonnes pratiques de laboratoire (BPL). La liste ci-dessous présente de bonnes pratiques de laboratoire, telles que recommandées. Une description plus détaillée des BPL se trouve dans ELAP (1988).

- Les données relatives à la préparation des réactifs doivent être consignées dans un registre. Les contenants de réactifs préparés doivent porter des étiquettes indiquant le nom du réactif, la date de préparation, la date d'expiration et le nom de la personne qui en est responsable.
- Les appareils doivent être entretenus ou inspectés régulièrement. Les données d'entretien doivent elles aussi être consignées dans un registre.
- Il faut disposer d'instructions écrites pour tous les appareils.
- Il faut suivre les méthodes normalisées pour le nettoyage de la verrerie et des contenants.
- Il faut vérifier régulièrement la pureté de l'eau distillée et consigner les résultats obtenus. L'eau distillée ou désionisée doit être vérifiée au moins une fois par jour à l'aide d'un conductivimètre.
- Les réactifs chimiques doivent être conformes aux exigences de pureté requises pour chaque méthode d'analyse.
- Les réactifs et les solvants doivent être stockés conformément aux instructions du fabricant.
- Les étalons de travail et les solutions-mères doivent être vérifiés afin de détecter tout changement dans la concentration.
- Les réactifs doivent être préparés et étalonnés en fonction d'étalons de référence primaires.
- La température de tous les réfrigérateurs et incubateurs doit être vérifiée quotidiennement et il faut consigner les écarts de température.

- Chaque four doit avoir son propre thermomètre et la température doit y être vérifiée avant et après utilisation.
- Il faut employer la verrerie volumétrique appropriée.
- La verrerie doit être nettoyée selon les spécifications décrites par la méthode.
- Les bouteilles de gaz doivent être réglées à 700-1 400 kilopascals.
- Le personnel de laboratoire doit avoir une formation pertinente en méthodes d'analyses de laboratoire, notamment dans celle dont il est responsable.

6.1.3 Mise au point des chromatographe gazeux (CG)/spectromètres de masse (SM) et vérification du rendement

Pour les analyses utilisant la détection par spectrométrie de masse, les instruments devraient être mis au point pour fournir une étalonnage de masse à l'appareil spectrométrique (U.S. EPA, 1988b; CAEAL, 1991). Cette mise au point est effectuée lors de l'application de la méthode ou comme action correctrice. La CAEAL (1991) recommande l'utilisation de PFTBA (perfluorotributylamine, FC43) pour la mise au point et a publié des critères de rendement précis. On ne peut procéder aux analyses si ces critères ne sont pas respectés. De plus, les vérifications de rendement du système CG/SM utilisant des composés spécifiques doivent répondre aux critères de rendement décrits dans CAEAL (1991).

6.1.4 Caractérisation des substances organiques

Les tableaux 6.1 et 6.2 présentent les principes méthodologiques pour diverses substances organiques à analyser par différentes techniques analytiques, et pour différents types d'échantillons. Les critères d'acceptation pour la caractérisation de la substance par CG/SM et les autres méthodes d'analyse qualitative par chromatographie en phase gazeuse et chromatographie liquide à haute pression (CLHP) sont décrits dans CAEAL (1991).

6.1.5 Vérification de la réponse des instruments

a) Analyses inorganiques : la réponse des instruments (absorption, comptage, hauteur des pics, etc.) peut être vérifiée, avant l'étalonnage ou l'analyse, en comparant la réponse d'un échantillon de vérification utilisé régulièrement aux données obtenues antérieurement. La réponse des instruments est ensuite portée sur un graphique de vérification, comportant une limite de mise en garde à ± 2 écarts type (ÉT) et une limite de «perte de contrôle» à ± 3 ÉT.

Tableau 6.1 : Résumé des méthodes d'analyse pour les effluents et les eaux réceptrices

Paramètre	Préparation des échantillons	Méthode instrumentale	Limites de détection		Précision ¹	Exactitude ²	Références
			Effluent	Eau			
Chlorates	Filter ou centrifuger l'échantillon pour en extraire les matières solides risquant de colmater le chromatographe d'échange d'ions.	Chromatographie d'échange d'ions faisant appel à une colonne Dionex AS9 ou l'équivalent.	0,5 mg•L ⁻¹	20 µg•L ⁻¹	± 10 %	80-120 %	U.S. EPA 1991a
Dioxines et furannes chlorés	Ajouter aux échantillons des concentrations de substitués de PCDD/F marqués par un isotope; extraire avec solvant et concentrer; fractionner au besoin, y compris par nouvelle extraction à l'acide/base, «perméation» sur gel, alumine, gel de silice, charbon activé; concentrer à un microvolume connu et ajouter des étalons internes marqués par un isotope immédiatement avant l'analyse instrumentale.	Chromatographe gazeux (CG) à haute résolution (HR) couplé à un spectromètre de masse (SM) à haute résolution (HR) avec système de données (SD) informatisées (CGHR/SMHR/SD); minimum de deux caractérisations par groupe de congénères; étalonnage à cinq points sur la plage linéaire du SM.	TCDD/F P5CDD/F H6CDD/F H7CDD/F OCDD/F	2-4 pg•L ⁻¹ 4-8 pg•L ⁻¹ 4-8 pg•L ⁻¹ 6-12 pg•L ⁻¹ 8-16 pg•L ⁻¹	± 20 %	Concentrations ajoutées: Composés naturels 80-120 % Substitués 40-130 % ³	U.S. EPA (1990a) Environnement Canada (1992a)
Chlorophénols, chlorogaiacols, chlorocatéchols	Ajouter aux échantillons des concentrations de substitués appropriés; acétylation <i>in situ</i> suivie d'extraction avec solvant acidification jusqu'à pH2, extraction avec solvant/concentration, acétylation ou méthylation de l'extrait; ajout de l'étalon interne immédiatement avant l'analyse instrumentale.	CGHR/SMFR/SD au mode <i>Selected Ion Monitoring</i> (SIM) en utilisant un minimum de deux ions (1 quantification, 1 confirmation) dans un rapport correct de teneurs à l'intérieur des fenêtres établies de temps de rétention.	0,2-1 µg•L ⁻¹	0,02-0,05 µg•L ⁻¹	± 20 %	70-110 % ³ (phénols et gaiacols) 40-90 % ³ (catéchols)	NCASI (1986) Carron et Afghan (1989) Lee et al. (1989) Alberta Environment (1991) U.S. EPA (1991a) Morales et al. (1992a)

Tableau 6.1 : Résumé des méthodes d'analyse pour les effluents et les eaux réceptrices (suite)

Paramètre	Préparation des échantillons	Méthode instrumentale	Limites de détection		Précision	Exactitude	Références
			Effluent	Eau			
Substances nutritives: ammonium	Pour l'analyse manuelle, les échantillons d'effluent et de certaines eaux nécessiteront une distillation.	Mesure manuelle du bleu d'indophénol à 630 nm <u>OU</u> distillation automatisée, ajout de réactif et mesure de la couleur à 630 nm par analyseur à courant segmenté.	0,05 mg•L ⁻¹	0,005 mg/L	± 10 %	95-105 %	APHA (1989) Environnement Canada (1992b)
Substances nutritives: nitrates plus nitrites	Aucune	Réduction manuelle ou automatisée, ajout de réactifs pour obtenir un colorant azoïque, mesure de la couleur à 520 nm.	0,1 mg•L ⁻¹	0,01 mg•L ⁻¹	± 20 % à 0,5 mg/L	95-105 %	APHA (1989) Environnement Canada (1992b)
Substances nutritives: azote Kjeldhal total (AKT)	Pour l'analyse manuelle, la digestion avec une solution acide sulfurique/sulfate de potassium/oxyde mercurique est requise avant la distillation et l'analyse instrumentale de l'ammoniac.	Mesure manuelle du bleu d'indophénol à 630 nm <u>OU</u> digestion automatisée, distillation, ajout de réactif et mesure de la couleur à 630 nm par analyseur à courant segmenté.	0,02 mg•L ⁻¹	0,02 mg/L	± 10 %	95-105 %	APHA (1989)
Substances nutritives: P total	Pour l'analyse manuelle, digestion par d'acide sulfurique/persulfate de potassium <u>OU</u> acide sulfurique/sulfate de potassium/oxyde mercurique si on analyse l'AKT en même temps.	Mesure manuelle du complexe de bleu de molybdate à 880 nm <u>OU</u> digestion automatisée, ajout de réactif et mesure de la couleur à 380 nm par analyseur à courant segmenté.	0,002 mg•L ⁻¹	0,002 mg/L	± 10 %	95-105 %	APHA (1989) Environnement Canada (1992b)
pH	Aucune	Électrométrie	Sans objet	Sans objet	± 0,05	± 0,1	Environnement Canada (1992b)

Tableau 6.1 : Résumé des méthodes d'analyse pour les effluents et les eaux réceptrices (suite)

Paramètre	Préparation des échantillons	Méthode instrumentale	Limites de détection		Précision	Exactitude	Références
			Effluent	Eau			
Acides résineux et gras	Ajouter aux échantillons des concentrations d'un substitut d'acide o-méthylpodocarpique; régler le pH à 9 et extraire avec méthyle -1-butyle éther; concentrer; méthyler au diazométhane en ayant recours à l'ajout d'acide tricosanoïque pour vérifier la récupération.	CGHR/SMFR en mode SIM en faisant appel à un minimum de deux ions caractéristiques par composé dans des rapports corrects de teneurs à l'intérieur des fenêtres établies de temps de rétention établies.	2-5 µg•L ⁻¹	0,2-0,5 µg•L ⁻¹	± 20 %	60-120 % ³	Voss et Rapsomatiotis (1985) NCASI (1986) Alberta Environment (1990a)
DBO ₅	Traiter l'échantillon pour supprimer les interférences attribuables au chlore et au sulfure résiduels et régler le pH à 6,5-8,3; diluer les échantillons pour obtenir un épuisement minimal d'oxygène dissous à 2,0 mg/L et une concentration minimale d'oxygène dissous à 1,0 mg/L; pour les échantillons des fabriques de pâtes et papiers, utiliser des ensemencements acclimatés.	Mesurer l'oxygène dissous en agitant une sonde à DBO étalonnée selon la méthode Winkler, ou utiliser la méthode Winkler.	5 mg•L ⁻¹	2 mg•L ⁻¹	± 15 % (Interlaboratoires)	80-120 %	APHA (1989) Environnement Canada (1992b)
Carbone organique total (COT)	Acidifier jusqu'à pH 2 et purger à l'aide d'azote pour éliminer le carbone minéral.	Combustion à température élevée avec détection infrarouge du CO ₂ OU digestion avec ultra-	1,0 mg•L ⁻¹	1,0 mg•L ⁻¹	± 5 %	95-105 %	APHA (1989) Environnement Canada (1992b)

Tableau 6.1 : Résumé des méthodes d'analyse pour les effluents et les eaux réceptrices (suite)

Paramètre	Préparation des échantillons	Méthode instrumentale	Limites de détection		Précision	Exactitude	Références
			Effluent	Eau			
Matières totales en suspension (MTS)	Effluents et eaux douces : filtrer l'échantillon à l'aide d'un filtre de fibre de verre "GFC Whatman" lavé, asséché et prépesé; sécher le filtre et les matières solides à 105 °C jusqu'à poids constant.	violeta/persulfate et détection colorimétrique ou infrarouge du CO ₂ . Déterminer gravimétriquement le changement de poids du filtre.	2 mg•L ⁻¹	2 mg•L ⁻¹	± 10 %	90-110 %	APHA (1989) Environnement Canada (1992b)
	Eaux réceptrices marines : filtrer à l'aide d'un filtre "Nuclepore" à membrane de 0,4 µm; bien laver à l'eau distillée, sécher à 80 °C et peser à nouveau.		Non applicable	50 µg•L ⁻¹	± 20 %		Sundby (1974)

¹ Rendement acceptable pour les échantillons en double; il est fondé sur l'écart type obtenu des données historiques.

² Rendement acceptable pour la récupération des matières de références ou des concentrations ajoutées de substance; il est fondé sur l'écart type obtenu des données historiques.

³ Limites de contrôle (± 3 écarts type) fondées sur la récupération des concentrations ajoutées de substituts.

Tableau 6.2 : Résumé des méthodes d'analyse pour les sédiments et les tissus

Paramètre	Préparation des échantillons	Méthode instrumentale	Limites de détection : Matrice	Précision (% d'écart type relatif)	Exactitude (% de récupération)	Référence
Dioxines et furannes chlorés	Sédiments : sécher à l'air, peser et ajouter des concentrations de substitués marqués par un isotope; extraire avec solvant l'échantillon préparé, concentrer et fractionner par la méthode utilisé pour les effluents (voir le tableau 6.1) Biote : broyer l'échantillon, ajouter des concentrations de substitués marqués par un isotope; effectuer une digestion acide pour décomposer la matrice de l'échantillon; extraire avec solvant l'échantillon préparé, concentrer et fractionner par la méthode utilisé pour les effluents (voir tableau 6.1).	CGHR/SMHR/SD selon la méthode utilisée pour les effluents (voir tableau 6.1)	TCDD/F 1 pg•g ⁻¹ P5CDD/F 5 pg•g ⁻¹ H6CDD/F 5 pg•g ⁻¹ H7CDD/F 5 pg•g ⁻¹ OCDD/F 10 pg•g ⁻¹	± 20 %	40-120 %	U.S. EPA (1990a) U.S. EPA (1990b) Environnement Canada (1992a)
Isomères de chlorophénol, chlorogaiacol, chlorocatéchol	Sédiments : peser les sédiments humides et ajouter des concentrations de substitués; extraire avec solvant et concentrer; obtenir un dérivé avec un grand excès d'anhydride acétique. Biote : homogénéiser l'échantillon et le traiter aux ultrasons; peser; ajouter des concentrations de substitut; extraire avec solvant et concentrer; fractionner pour supprimer les lipides; obtenir un dérivé avec un grand excès d'anhydride acétique.	CGHR/SMFR selon la méthode utilisée pour les effluents (voir tableau 6.1).	10-50 ng•g selon l'isomère 0,1-0,5 µg•g ⁻¹ selon l'isomère	± 20 % ± 20 %	70-110 % 50-90 % 70-110 %	 Birkholz et al. (1988) Hynning et al. (1989) Lee et al. (1989)

Voir tableau 6.1:
méthode pour les
chlorophénols

Tableau 6.2 : Résumé des méthodes d'analyse pour les sédiments et les tissus (suite)

Paramètre	Préparation des échantillons	Méthode instrumentale	Limites de détection : Matrice	Précision (% d'écart type relatif)	Exactitude (% de récupération)	Référence
Acides résineux et gras chlorés	Extraction comme pour les chlorophénols; pas de fractionnement; obtention d'un dérivé comme pour les acides résineux et gras dans les effluents.	CGHR/SMFR selon la méthode utilisée pour les effluents (voir le tableau 6.1).	0,1 $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	$\pm 20 \%$	70-120 %	Morales et al. (1992b)
Analyse granulométrique (sédiments)	Eau douce : sécher et tamiser à des séries d'ouvertures standardisées Milieu marin : faire passer dans un tamis de 63 μm ; la fraction < 63 μm est récupérée pour être pesée, la fraction > 63 μm est séchée et tamisée à des séries d'ouvertures standardisées.	Déterminer de façon gravimétrique le pourcentage de chaque fraction tamisée.	$\pm 0,1 \%$	Non applicable	Non applicable	
Carbone organique total	Sécher l'échantillon et broyer pour qu'il franchisse un tamis (# 80); traiter à l'acide sulfureux pour supprimer le carbone minéral et sécher.	Doser le carbone au moyen d'un analyseur d'éléments (ex.; analyseur CHN Perkin-Elmer) <u>OU</u> déterminer la demande chimique en oxygène (DCO) et diviser le résultat par 2,6.	Non applicable	Non applicable	Non applicable	American Soils Association (1982)

b) Analyses organiques : la vérification de la réponse des instruments peut être effectuée à l'aide d'analyses organiques, en comparant quotidiennement le résultat donné par un étalon interne ou par une substance analysée correspondant à un étalon moyen, aux données obtenues antérieurement. De façon générale, on choisit une substance ou des substances qui sont les plus sensibles à l'analyse instrumentale. Les limites de mise en garde et de perte de contrôle sont fixées respectivement à ± 2 ÉT et ± 3 ÉT. Il est possible d'effectuer d'autres vérifications externes à l'aide d'étalons selon le type d'appareil.

6.1.6 Critères d'étalonnage des appareils

a) Analyses minérales : l'étalonnage est recommandé pour toutes les méthodes d'analyse inorganique, avec au moins trois (on en conseille cinq) niveaux de concentrations pour les étalons, plus un témoin, de telle façon que tous les échantillons se situent dans la plage d'étalonnage (CAEAL, 1991). Dans les cas où le logiciel de l'appareil limite l'étalonnage à deux points, l'intervalle d'étalonnage ne doit pas dépasser la plage linéaire de l'appareil. Les étalons doivent être appariés à la matrice des échantillons, à moins qu'on puisse démontrer qu'aucun biais n'a été introduit.

b) Analyses organiques : l'étalonnage pour les analyses avec CG/SM et avec CG est effectué avec des étalons à cinq niveaux de concentration de façon à couvrir un éventail linéaire prévu; à cette fin, on utilise généralement des étalons internes et on calcule un facteur de réponse moyen pour chaque substance à analyser aux cinq niveaux de concentration. Ces facteurs servent ensuite à calculer les concentrations inconnues dans les échantillons. Un étalonnage est considéré comme valide si le pourcentage de l'écart type relatif d'un étalonnage multiple est inférieur ou égal à 30 % pour toutes les variables. Le pourcentage de l'écart type relatif est défini comme suit :

$$\% \text{ ÉTR}_A = \frac{\text{ÉT}}{\text{FRM}_A} \times 100$$

où : % ÉTR_A = pourcentage de l'écart type relatif du facteur de réponse pour la variable A
ÉT = écart type du facteur de réponse de la variable A pour les cinq niveaux de concentration
FRM_A = facteur de réponse moyen pour la variable A et les cinq niveaux de concentration.

Si le critère précité n'est pas respecté, des mesures correctives doivent être prises et il faut répéter l'étalonnage. Toute analyse d'échantillons doit être précédée d'un étalonnage valable.

6.1.7 Documentation analytique

Pour confirmer la qualité et la fiabilité des résultats analytiques, il est recommandé de consulter la documentation traitant de chacun des aspects de l'analyse. Il est conseillé de garder, pendant au moins cinq ans après l'analyse (CAEAL, 1991), les résultats obtenus avec les échantillons et toutes les données relatives aux analyses, sur papier ou sur disquette d'ordinateur (copie «back-up»). Pour chaque échantillon ou série d'échantillons, il faut recueillir les données relatives aux éléments suivants :

a) Limites de détection de la méthode (LDM) : si les LDM diffèrent de celles qui ont été définies par le laboratoire (en raison de l'interférence, des dilutions, etc.), il faut le noter.

b) Temps d'entreposage des échantillons : il faut garder à jour un dossier sur les dates d'échantillonnage, de réception, de préparation de l'échantillon et d'analyse. Cette information fait normalement partie du processus de suivi de l'échantillon.

c) Entretien et rendement des appareils : il faut tenir à jour un registre du rendement des appareils, comprenant les données de mise au point et de fonctionnement des appareils. Un dossier d'entretien et d'inspection devrait être établi pour chaque appareil.

d) Échantillons de contrôle de la qualité : il faut garder à jour des dossiers sur les rubriques suivantes : analyses en double, échantillons témoins, taux de récupération des échantillons témoins avec concentrations ajoutées, taux de récupération des substituts, taux de récupération des matrices avec concentrations ajoutées, résultats obtenus avec les matériaux de référence certifiés, données d'étalonnage et de vérification de l'étalonnage.

e) Réception, préparation et analyse des échantillons : toute anomalie concernant la livraison, l'entreposage, l'état, la préparation et l'analyse des échantillons doit être consignée, y compris toute déviation aux procédures opérationnelles standardisées (POS).

6.2 Contrôle de la qualité des analyses

Les procédures de contrôle de la qualité analytique sont conçues pour établir un contrôle statistique des éléments suivants : étalonnage, précision, exactitude/ biais et récupération (CAEAL, 1991).

Le contrôle de ces paramètres peut être établi en faisant passer des échantillons spéciaux de contrôle de la qualité avec chaque série analytique (voir tableaux 6.3 et 6.4 respectivement pour les analyses inorganiques et organiques). On compare statistiquement les résultats donnés par ces échantillons de contrôle de qualité (CQ) avec les intervalles de confiance calculés à partir de données antérieures. Ces intervalles de confiance ou limites de contrôle sont généralement évalués à trois fois l'écart type de la moyenne de la variable faisant l'objet du contrôle. Les limites de mise en garde sont souvent fixées à deux écarts types. Les indicateurs pour considérer qu'une série est hors de contrôle sont les suivants :

- on obtient deux résultats successifs différents pour des échantillons témoins ("blancs"), des échantillons répliqués de laboratoire, des matières de référence standardisées, des blancs avec concentration ajoutée ("spiked blanks"), des échantillons témoins servant à vérifier l'étalonnage ou des récupérations de substituts organiques; ou
- un de ces résultats se situe à l'extérieur des limites de contrôle.

Toutes les données de CQ doivent être portées sur des graphiques de contrôle appropriés. Ces derniers sont des représentations graphiques des données de CQ en fonction du temps ou d'une série numérotée de données consécutives. Les graphiques de contrôle révèlent l'évolution dans le temps et fournissent la preuve graphique du contrôle statistique de l'analyse à long terme. Les limites de contrôle et les graphiques de contrôle sont décrits de façon détaillée dans ASTM (1976).

Tableau 6.3 : Recommandations pour le contrôle de la qualité (QC): substances inorganiques

PARAMÈTRE DE CQ	FRÉQUENCE	LIMITES DE CONTRÔLE	RÉFÉRENCES
Échantillon témoin ("blanc")	1 par 10 échantillons	Moins que la limite de détection <u>ou</u> moins de 0,1 fois la concentration des échantillons	CAEAL (1991)
Échantillons de laboratoire en double	1 par 10 échantillons	Voir tableaux 6.1 et 6.2	CAEAL (1991)
Matrices avec concentrations ajoutés ("dopées")	1 par 10 échantillons	75 % à 125 %	CAEAL (1991)
Échantillon témoin avec concentration ajoutée ("blanc dopé")	1 par lot ou minimum de 5 %	75 % à 125 %	CAEAL (1991)
Matières de référence standardisées	1 par lot ou minimum de 5 %	Voir tableaux 6.1 et 6.2	CAEAL (1991)
Contrôle de l'étalonnage			
— au sein d'une série (blanc et étalon de mi-plage)	1 par 20 échantillons	déviations maximales de 10 %	CAEAL (1991)
— entre les séries (20 % et 80 % de l'échelle complète)	2 par série	± 5 % de la valeur cible	King (1976)

Tableau 6.4 : Recommandations pour le contrôle de la qualité (QC) : substances organiques

PARAMÈTRE DE CQ	FRÉQUENCE	LIMITES DE CONTRÔLE	RÉFÉRENCES
Échantillon témoin ("blanc")	1 par 10 échantillons	Moins que la limite de détection <u>ou</u> moins de 0,1 fois la concentration des échantillons	CAEAL (1991)
Échantillon de laboratoire en double	1 par 10 échantillons	Voir tableaux 6.1 et 6.2	CAEAL (1991)
Matrices avec concentrations ajoutées ("dopées") de composés à analyser	1 par 10 échantillons	90 % des composés sont conformes aux limites du tableau 4 de la CAEAL (1991)	CAEAL (1991)
Substituts ajoutés (pour CG et CG/SM)	100 %	de 60 % à 120 %	CAEAL (1991)
Échantillon témoin avec concentration ajoutée ("blanc dopé")	1 par lot ou minimum de 5 %	de 70 % à 120 %	CAEAL (1991)
Matières de référence standardisées	1 par lot ou minimum de 5 %	Voir tableaux 6.1 et 6.2	CAEAL (1991)
Étalons internes	100 %	SO	CAEAL (1991)
Contrôle de l'étalonnage — au sein d'une série (étalon mi-plage)	1 par 12 heures <u>ou</u> par 20 échantillons, en choisissant la fréquence la plus élevée	± 25 %	CAEAL (1991)

6.2.1 Contrôle de l'étalonnage

Le contrôle statistique de l'étalonnage peut être confirmé, d'une série à l'autre, au moyen de deux étalons de contrôle A et B, et, à l'intérieur d'une même série, grâce à des blancs et à des étalons mi-plage.

a) Contrôle d'étalonnage entre les séries : deux étalons de contrôle A et B peuvent être utilisés pour analyser et contrôler les changements dans l'étalonnage entre les séries; ceci se fait une fois au début de chaque série analytique. Ces étalons sont préparés et conservés indépendamment des normes d'étalonnage; ils sont généralement choisis de façon à représenter respectivement 80 % et 20 % environ de l'échelle complète. Les résultats sont réunis pour un grand nombre de séries et les sommes (A + B) et différences (A - B) sont portées sur des graphiques de contrôle. À l'intérieur d'une série donnée, un changement significatif de la somme (A + B), par rapport à la moyenne obtenue dans le passé, laisse supposer qu'un changement significatif est intervenu dans la coordonnée à l'origine, les autres facteurs demeurant constants. Un changement significatif dans la différence (A - B) laisse supposer un changement significatif dans la pente, les autres facteurs demeurant constants. Les limites de contrôle (LC) et de mise en garde (LM) pour (A - B) sont calculées pour la moyenne (X) et l'écart type (ÉT) de la population des différences de la façon suivante :

Limites supérieure et inférieure de mise en garde (LSM, LIM) = $X_{A-B} \pm 2 \text{ÉT}_{A-B}$
Limites supérieure et inférieure de contrôle (LSC, LIC) = $X_{A-B} \pm 3 \text{ÉT}_{A-B}$

Les limites de contrôle et de mise en garde pour A + B sont calculées d'une façon similaire avec les mêmes écarts type :

$$\begin{aligned} \text{LSM/LIM} &= X_{A-B} \pm 2 \text{ÉT}_{A-B} \\ \text{LSC/LIC} &= X_{A-B} \pm 3 \text{ÉT}_{A-B} \end{aligned}$$

La série ne doit être traitée qu'une fois qu'il a été démontré que (A + B) et (A - B) se situent à l'intérieur des limites de contrôle. Les limites de contrôle ne doivent pas dépasser $\pm 5 \%$ de la valeur moyenne pour (A + B) et (A - B).

b) Contrôle d'étalonnage à l'intérieur d'une même série (analyses inorganiques) : il faut vérifier à intervalles réguliers les changements dans l'étalonnage à l'intérieur d'une même série, lesquels sont attribuables à la dérive de la pente et de la ligne de base. Cela peut être fait au moyen d'un étalon mi-plage et d'un échantillon témoin passés après chaque groupe de 20 échantillons. Chaque laboratoire doit établir des limites de contrôle pour chaque méthode. La dérive ne doit pas dépasser 10 %. Si on décèle une dérive plus grande, il faut interrompre l'analyse, réétalonner l'appareil et réanalyser les échantillons qui sont passés après le dernier échantillon de vérification et le dernier échantillon témoin acceptables.

c) Contrôle de l'étalonnage à l'intérieur d'une même série (analyses organiques) : dans les analyses organiques par CG, les changements dans l'étalonnage à l'intérieur d'une même série sont vérifiés par injection d'un étalon mi-plage de vérification à une fréquence de 5 % ou toutes les 12 heures. On compare le résultat de cette injection à l'étalonnage initial en calculant la déviation en pourcentage du facteur de réponse de chaque substance à analyser dans l'étalon de vérification en fonction du facteur de réponse moyen déterminé au cours de l'étalonnage initial. Si la différence relative exprimée en pourcentage est supérieure à 25 %, la vérification de l'étalonnage doit être répétée. Si cette vérification donne encore une déviation relative supérieure à 25 %, il est recommandé d'apporter certaines corrections.

6.2.2 Précision

La précision est le degré de variation entre les mesures individuelles de la même variable à l'aide d'une méthode d'analyse spécifique; elle est généralement exprimée comme étant l'écart type obtenu avec des échantillons replicats (U.S. EPA, 1990c). Le contrôle statistique de la précision analytique est assuré grâce à l'analyse d'échantillons en double au sein d'une même série à une fréquence d'au moins 10 %. Les échantillons en double ("duplicats") sont des échantillons subdivisés en laboratoire à partir d'un échantillon unique.

La différence absolue entre les résultats des duplicats est comparée à une limite de contrôle déterminée à partir de données obtenues dans le passé. Pour obtenir ces limites de contrôle, les résultats des analyses en double sont accumulés pour un grand nombre de séries et sont ensuite triés selon les plages de concentrations.

Les plages de concentration appropriées se situent entre 0 et 20 %, 20 et 50 % et 50 et 100 % de l'échelle complète (King, 1976). Dans chaque plage de concentration, les limites de contrôle (CL) pour la différence absolue entre les échantillons duplicats au sein d'une même série sont déterminées à l'aide de la formule suivante :

$$UCL = D_4 \times R$$

où D_4 est un facteur statistique et R est la différence moyenne entre les duplicats, soit 3,267 (ASTM 1986; Taylor 1987).

Si la différence entre les analyses de laboratoire en double dépasse la limite supérieure de contrôle, la situation doit être évaluée pour déterminer quelle est la mesure de correction la plus appropriée.

6.2.3 Exactitude et biais

L'exactitude est le degré de concordance entre une valeur observée et la vraie valeur, telle que déterminée par l'analyse d'un matériau de référence normalisé (U.S. EPA, 1990b). L'inverse de l'exactitude est le degré d'erreur systématique dans l'analyse ou le biais. L'exactitude est contrôlée au moyen d'échantillons témoins et de matériaux de référence certifiés.

a) Échantillons-témoins("blancs") : un "blanc" est une fraction d'eau très pure, équivalente en volume aux échantillons analysés; on la traite exactement de la même façon que les échantillons. Grâce à ce blanc, on peut quantifier le niveau de contamination des échantillons lors du traitement et de l'analyse des échantillons. Les blancs doivent être analysés à une fréquence de 10 % ou de 1 par série, le tout étant porté sur un graphique avec des valeurs de contrôle de ± 2 ÉT (limites de mise en garde) et de ± 3 ÉT (limites de contrôle). Si un blanc est jugé hors de contrôle et contaminé, l'analyse des échantillons traités avec le blanc et donnant une réponse plus grande que la limite de détection doit être répétée pour la ou les variables affectées. En général, un blanc est considéré comme étant exempt de contamination si l'analyse produit des résultats inférieurs à la limite de détection ou inférieurs à 0,1 fois la concentration mesurée dans tous les échantillons associés (CAEAL, 1991).

b) Matériaux de référence standardisés : les matériaux de référence standardisés (MRS) sont des échantillons disponibles sous différentes matrices, qui ont été analysés par plusieurs laboratoires et qui renferment des concentrations certifiées par des organismes de normalisation comme l'Institut national des sciences et de la technologie, l'U.S. EPA, l'Institut national de recherche sur les eaux d'Environnement Canada et le Conseil national

de recherches. Lorsqu'il est disponible, un MRS doit être analysé à une fréquence de 5 % ou de 1 par série (tableaux 6.3 et 6.4). La matrice et la concentration du MRS devraient être aussi proches que possible des échantillons à analyser. Les résultats des MRS devraient être cumulés et il faut fixer les limites de mise en garde et de contrôle à respectivement à ± 3 ET et ± 2 ET.

6.2.4 Récupération

Le taux de récupération d'une substance à analyser au cours de l'ensemble du processus d'analyse est déterminé à partir d'échantillons de matrice avec concentrations ajoutées de la substance à analyser ("matrix spikes", soit des échantillons dits "dopés"), d'échantillons témoins "dopés" avec cette dernière et d'échantillons "dopés" avec des substituts.

a) Échantillons de matrices avec concentration ajoutée de la substance à analyser : un échantillon de matrice dopé avec les substances à analyser est une fraction d'un échantillon choisi au hasard, à laquelle on ajoute toutes les substances à analyser avant le traitement de l'échantillon. L'analyse d'un échantillon ainsi dopé permet d'évaluer le taux de récupération obtenu pour la matrice propre à cet échantillon. L'échantillon doit être dopé avec toutes les substances à analyser, à une concentration aussi proche que possible de la concentration donnant une réponse égale à celle de l'étalon dont la concentration se situe à mi-plage. La solution de dopage doit être préparée à partir d'un stock distinct de celui utilisé pour l'étalonnage. La fréquence recommandée pour les matrices ainsi dopées est de 10 % ou de 1 par série (tableaux 6.3 et 6.4). La récupération est calculée comme suit :

$$\% \text{ de récupération} = \frac{(\text{Conc. avec dopage} - \text{Conc. sans dopage}) \times 100}{\text{dopage administré}}$$

Les résultats obtenus avec les matrices dopées doivent être portés sur des graphiques de contrôle distincts pour chaque matrice. Il faut fixer des limites-maison avec comme base ± 3 ET correspondant à un minimum de 10 points de données. Lors d'analyses à paramètres multiples, au moins 90 % des substances à analyser doivent donner un taux de récupération se situant à l'intérieur des limites fixées. Le taux de récupération pour les substances minérales à analyser doit se situer entre 75 et 125 %. La récupération pour les variables organiques doit se situer à l'intérieur des limites précisées au tableau 4 de la CAEAL (1991). Si une matrice dopée ne respecte pas ces critères, il faut répéter le dopage. Si la récupération ne respecte toujours pas les critères lors de la répétition et qu'aucun autre problème ne semble se manifester lors de l'analyse, il faudra consigner le fait qu'il existe un effet dû à la matrice.

b) Échantillons témoins avec concentration ajoutée de la substance à analyser : un échantillon témoin ("blanc") dopé est une fraction de la même eau que celle utilisée pour le témoin; on y ajoute toutefois la substance à analyser à une concentration aussi proche que possible de la concentration mi-plage de l'étalon. Le blanc ainsi "dopé" donne une idée de la fiabilité de la méthode sans les effets de la matrice des échantillons réels. Le blanc dopé doit être analysé avec les autres échantillons et de la même façon. Comme dans le cas de la matrice dopée, la solution de dopage doit être préparée à partir de stocks différents de ceux utilisés pour l'étalonnage. La récupération est calculée comme suit :

$$\% \text{ de récupération} = (BD - B) \times 100/D$$

où : BD = concentration mesurée dans le blanc dopé
B = concentration mesurée dans le blanc
D = dopage administré

Les limites de récupération-maison devraient être calculées pour le blanc dopé en prenant comme base ± 3 ET et un minimum de 10 points de données (tableaux 6.3 et 6.4). Les taux de récupération pour les analyses minérales devraient se situer entre 75 % et 125 % et, pour les variables organiques, entre 70 % et 120 %. Si la récupération pour un blanc dopé ne respecte pas ces critères, il faut recommencer le dopage. Si le blanc dopé ne donne toujours pas une récupération satisfaisante, les échantillons associés à ce blanc doivent être réanalysés. S'il ne reste pas assez d'échantillon pour répéter l'analyse, les résultats seront consignés tels quels et annotés comme étant suspects avec une explication.

c) Étalons internes (analyses organiques) : toutes les analyses utilisant la CG devraient être effectuées à l'aide d'étalons internes ou avec des méthodes correctement validées faisant appel à des étalons externes. Un étalon interne est un composé qui se comporte de la même façon que les composés ciblés dans le cadre d'un système analytique, mais dont la présence est peu probable dans l'échantillon. Des étalons internes sont ajoutés, à la même concentration, à tous les échantillons, étalons et échantillons de contrôle avant d'effectuer les mesures, mais après la préparation des échantillons. Tous les résultats obtenus pour les substances à analyser doivent être normalisés en fonction de la valeur obtenue pour l'étalon interne, de façon à tenir compte de la variabilité instrumentale attribuable à des facteurs comme les variations dans les volumes d'injection, les fluctuations de température et le volume final d'extraction. La valeur donnée par l'étalon interne lors de l'analyse de l'échantillon doit se situer à moins de 20 % de la réponse interne donnée par un étalon analysé à l'intérieur de la même période de 12 heures (tableau 6.4). Si ce critère n'est pas respecté, l'échantillon doit être réanalysé. Si après la nouvelle analyse, le critère n'est toujours pas respecté, les résultats obtenus pour l'échantillon ne seront pas corrigés en fonction du résultat de l'échantillon interne et on les annotera avec une explication.

d) Échantillons avec concentration ajoutée d'un substitut (analyses organiques) : un étalon substitut est un composé dont la présence est peu probable dans l'échantillon et qui se comporte de la même façon que les substances à analyser lors de la préparation et de l'analyse de l'échantillon. Les substituts devraient être ajoutés, si nécessaire, à tous les échantillons (y compris les échantillons de CQ) avant la préparation des échantillons, de façon à déterminer le rendement de la méthode et l'effet de la matrice sur les échantillons. Les analyses effectuées par CG/SM devraient comporter au moins deux substituts et celles qui font appel à la CG seule devraient en compter au moins un. La quantité de substitut ajoutée à chacun des échantillons devrait être la même que celle qui est ajoutée aux solutions d'étalonnage. Les limites de contrôle-maison pour les taux de récupération de substituts sont basées sur une valeur de ± 3 ET pour un minimum de 10 points de données. Les limites de contrôle-maison pour les taux de récupération de substituts devraient se situer entre 60 % et 120 %. Si l'un des substituts se situe à l'extérieur de la plage de récupération prévue, l'échantillon devrait être réanalysé. Si, après une nouvelle analyse, le taux de récupération du substitut se situe toujours à l'extérieur de la plage permise, les résultats devraient alors être annotés et accompagnés d'une explication.

6.2.5 Limites de détection

La limite de détection doit être consignée en tant que limite de détection de la méthode (LDM), conformément à la description de l'U.S. EPA (1984). La LDM est définie comme étant la quantité minimale d'une substance à analyser qui doit être décelée pour pouvoir conclure à la présence d'une substance en spécifiant le risque (généralement 5 % ou 1 %) de fausse détection. La LDM est calculée à partir de l'écart type de l'analyse correspondant à l'intervalle des concentrations les plus faibles :

$$\text{LDM} = t_{0,05n-1} \times S \quad (1)$$

où $t_{0,05n-1}$ est la valeur du test t de Student unilatéral, pour un risque de 5 % de fausse détection et n-1 degrés de liberté, et S est l'écart type.

Idéalement, l'écart type est calculé à partir d'analyses effectuées en double sur de faibles concentrations avec des échantillons réels comportant la même matrice d'échantillon ou une matrice similaire à celle des échantillons à l'étude. Cet écart type peut être calculé à partir d'un minimum de sept doubles dans une même série en utilisant une formule statistique standardisée (U.S. EPA, 1984). Toutefois, il est préférable de calculer S à partir de paires de doubles inter-séries cumulées au cours de plusieurs séries.

L'écart type des paires de doubles cumulées au cours d'un grand nombre de séries est :

$$S = \sqrt{\sum D^2/2n} \quad (2)$$

où D est la différence entre les doubles pris individuellement et n est le nombre de paires de doubles. On recommande un minimum de 40 paires de doubles (OMOE, 1988). La valeur de l'écart type est alors portée dans l'équation (1) pour calculer la LDM.

6.3 Conventions pour la présentation des rapports de données

L'arrondissement des résultats analytiques doit se faire conformément aux protocoles établis. Si trop de chiffres sont arrondis avant le rapport final, l'information est perdue et les véritables différences entre les concentrations des échantillons provenant d'emplacements différents ou correspondant à des situations différentes risquent de ne pas apparaître. Les méthodes de contrôle de la qualité peuvent être plus grossières qu'il ne serait souhaitable ou nécessaire, les valeurs de la moyenne, de l'écart type et des autres données statistiques risquant alors d'être biaisées pour un ensemble de résultats. Inversement, lorsqu'on donne trop de chiffres de précision, des différences relativement petites et non significatives du point de vue statistique peuvent paraître très grandes, alors qu'il n'en est rien (Hunt et Wilson, 1986).

L'écart type de l'analyse constitue le critère préféré pour décider du nombre de chiffres significatifs (King, 1989). Dans le processus d'arrondissement, il faut veiller à conserver le chiffre qui se trouve dans la même position décimale que le chiffre le plus significatif de l'écart type calculé. Si l'analyse donne, par exemple, une valeur de 12,345 et si l'écart type, calculé à partir des analyses en double à l'intérieur d'une même série à ce niveau de concentration, est de 0,32, le résultat doit être arrondi à 12,3.

6.4 Principes des méthodes physiques et chimiques

Le tableau 6.1 présente un résumé des méthodes recommandées pour certaines variables des effluents et des eaux réceptrices ainsi qu'un résumé des critères de rendement recommandés pour la précision et l'exactitude. Le tableau 6.2 donne le même type d'information pour les sédiments et les tissus. Les critères concernant la précision sont fondés sur l'écart type relatif de l'analyse, exprimé en pourcentage, et proviennent de données antérieures obtenues par les analyses en double d'échantillons dans la plage de 20 % à 50 % de l'échelle complète. L'analyste peut, dans la plupart des cas, prévoir que les résultats pour les doubles différeront par un pourcentage inférieur au pourcentage indiqué.

Pour les analyses inorganiques, les critères d'exactitude sont présentés avec +/- un (1) écart type de la récupération d'une matière de référence normalisée, exprimée en pourcentage, valeur basée sur des données antérieures. Dans la plupart des cas, une matière de référence doit se situer dans la plage indiquée.

Pour les analyses organiques, les critères de rendement sont présentés comme les limites de contrôle pour les composés de dopage ajoutés à chaque échantillon (tableau 6.4). Ces limites devraient être calculées à trois écarts types de la récupération moyenne antérieure de chaque composé de dopage dans la même matrice que l'échantillon. Si ces limites ne sont pas respectées pour un échantillon donné, ce dernier doit être réanalysé. Si après réanalyse, l'échantillon n'est toujours pas conforme aux critères de récupération, les résultats doivent être annotés en indiquant l'existence d'effets de la matrice, en l'absence de tout autre indice de problème analytique.

Des commentaires spécifiques aux méthodes sélectionnées sont présentés ci-après.

6.4.1 Acides résineux et gras dans les effluents

Bien que la méthode d'extraction et d'obtention de dérivés pour les acides résineux ou gras dans les effluents, publiée par Voss et Rapsomatiotis (1985), n'ait encore été homologuée par des essais inter-laboratoires, elle est recommandée pour les ÉSEE. Cependant, c'est la CG/SM en mode SIM qui a été recommandée pour l'analyse instrumentale car elle permet d'éviter les interférences. Un substitut d'acide O-méthyl-podocarpique est recommandé pour vérifier le taux de récupération de la méthode et l'acide tricosanoïque doit être ajouté immédiatement avant la l'obtention d'un dérivé avec le diazométhane pour la vérification de la méthylation. Un étalon interne constitué d'acide henéicosanique doit également être utilisé pour l'analyse instrumentale. Les ions de l'analyse quantitative sont ceux présentés par NCASI (1986).

6.4.2 Dioxines et furannes chlorés dans les sédiments et les tissus

L'extraction utilisée pour les sédiments et les tissus est différente de celle utilisée pour les liquides, mais l'extrait doit être fractionné et analysé selon la méthode établie par Environnement Canada pour les effluents (Environnement Canada, 1992a). Les échantillons de sédiments sont séchés à l'air, pesés puis dopés avec des substituts marqués par des isotopes. Il faut laisser aux substituts le temps d'atteindre l'état d'équilibre avec les sédiments, de préférence pendant la nuit précédant l'extraction, afin de s'assurer que les taux de récupération des substituts soient plus représentatifs de la matrice de l'échantillon. Les échantillons de tissus doivent être homogénéisés, pesés à l'état humide et dopés à l'aide de substituts marqués; là aussi, il faut attendre qu'ils aient atteint l'état d'équilibre. La digestion acide est l'une des méthodes permettant de décomposer la matrice avant l'extraction. L'analyse des lipides est recommandée pour l'interprétation des données (voir ci-dessous).

6.4.3 Analyse des lipides

On a pu établir une corrélation entre les concentrations résiduelles de substances organiques chlorées dans les tissus et les concentrations de lipides chez les poissons et les invertébrés. On a donc utilisé la concentration de lipides pour normaliser les concentrations résiduelles dans les tissus, d'une espèce à l'autre ou d'une saison à l'autre au sein d'une même espèce; elle peut aussi servir de variable clé dans la modélisation de la bioaccumulation. Les méthodes d'extraction de lipides décrites par Randall et al. (1991) et la méthode d'extraction au chloroforme-méthanol mise au point par Folch et al. (1957) et modifiée par Bligh et al. (1959) sont recommandées.

6.4.4 Catéchols, phénols et gaïacols chlorés

Le tableau 6.1 présente les méthodes d'extraction et d'obtention de dérivés des composés phénoliques chlorés dans les effluents. Des substituts devraient être ajoutés avant l'extraction, soit le 2-fluorophénol, le d6-phénol, le 2,4,6-tribromophénol; les étalons internes seraient le d4-1,4-dichlorobenzène et l'hexachlorobenzène. Les ions caractéristiques sont présentés dans les travaux de Lee et al. (1989).

6.5 Principes de méthodes bactériologiques

Le tableau 6.5 résume les principes de la méthode recommandée pour l'examen bactériologique des effluents et des eaux réceptrices. Il est important de noter que les techniques de filtration sur membrane (FM) ont été retenues pour l'eau douce, alors qu'on a préféré la fermentation en tube multiple (FTM) pour les systèmes marins.

Tableau 6.5 : Méthodes recommandées pour les analyses bactériologiques

Organismes examinés	Isolation technique	Milieu d'incubation	Énumération
Coliformes fécaux (CF)	Filtration sur membrane (FM) pour eau douce Fermentation en tube multiple (FTM) pour milieu marin	Milieu pour CF	Compter les colonies bleues CF par FM ou les tubes positifs "MPN" par FTM (production de gaz)
Escherichia coli	FM ou FTM Coliformes fécaux	Bêta-D-glucuronidase	Compter les colonies jaunes à jaune brun à l'aide d'une loupe et d'une lumière fluorescente
Enterococcus (E) sp.	FM ou FTM Coliformes fécaux	Milieu de gélose pour E (m-Enterococcus)	Colonies d'Enterococcus roses à rouges avec précipité noir à brun rougeâtre sur le dessous du filtre

Source: APHA (1989)

7. RECENSEMENT DES POISSONS ADULTES

7.1 Sélection des espèces sentinelles en vue du suivi

L'objet du recensement des poissons adultes est l'évaluation de la santé de populations de poissons exposées à l'effluent des installations. Comme idée à la base de la conception, on postule que la protection d'une espèce sensible assurera la protection de l'ensemble de la communauté des poissons ainsi que du système aquatique dans son ensemble. L'espèce choisie agit comme sentinelle du système aquatique général. Le succès du recensement des poissons adultes dépend du choix approprié de l'espèce sentinelle. Il est important de choisir des espèces qui présentent les caractéristiques qui livrent le maximum d'information dans le plus court délai possible.

Les différentes espèces de poissons correspondent à une variété de niveaux et de sensibilités trophiques. Ryder et Edwards (1985) ainsi qu'Edwards et al. (1990) ont prôné le recours à une espèce prédatrice au sommet de la pyramide alimentaire (ex.; le touladi) comme espèce sentinelle afin d'assurer le suivi de la récupération des systèmes aquatiques. Ils estiment que la récupération des niveaux trophiques supérieurs reflète un fonctionnement normal des niveaux trophiques inférieurs à l'intérieur d'un système aquatique. Cette démarche peut être adéquate pour le suivi de la récupération dans un plan d'eau, mais pas pour le suivi des impacts potentiels pour la simple raison qu'il faut que des changements se répercutent d'un bout à l'autre du réseau trophique avant que les niveaux trophiques supérieurs soient affectés. Les effets reliés à des stress sur les populations de poissons peuvent ne pas être détectés avant que les niveaux inférieurs de la pyramide alimentaire ne soient affectés de manière irréversible.

Les espèces de poisson qui appartiennent à des niveaux trophiques inférieurs devraient faire l'objet d'un suivi afin de raccourcir le délai qui s'écoule entre la mise en oeuvre d'une cause de stress environnemental et la réponse. Les espèces benthiques (poissons démersaux) refléteraient les changements dans l'habitat et dans les ressources alimentaires plus rapidement que les prédateurs piscivores qui sont au sommet de la pyramide. En outre, puisque beaucoup de contaminants persistants s'accumulent dans les sédiments, les espèces qui vivent en étroite proximité de l'interface eau-sédiment et qui se nourrissent d'invertébrés benthiques des sédiments, devraient avoir une réponse plus rapide aux impacts associés aux effluents. Parmi les espèces benthiques, il importe aussi de choisir une espèce indicatrice qui est intégrée dans le réseau trophique aquatique. Les espèces qui ont peu d'importance quant à ce réseau ou qui ne s'installent pas dans l'habitat pendant la majeure partie de leur cycle vital, ne nous apporteraient pas d'information sur les changements dans des populations de poisson qui sont sans rapport avec elles, ni sur la santé de l'ensemble du réseau aquatique.

Il est également important que la sélection d'une espèce sentinelle soit fondée sur la considération et la saison du frai et soit spécifique du site. Il est commun d'observer que le poisson en mauvaise santé ou soumis à un stress anormal ait couramment une mortalité accrue sous des conditions rigoureuses telles que l'hiver. Cette période peut avoir des conséquences plus lourdes dans les régions où elle coïncide avec un faible débit des eaux réceptrices et une faible dilution de l'effluent (ex.; réseaux hydrographiques). Pour les espèces qui fraient au printemps, l'impact de la mortalité hivernale au niveau de la population est rapidement détecté parce qu'il y a moins de poissons pour le frai et que le potentiel de recrutement est réduit. Toutefois, la mortalité durant l'hiver chez les espèces qui fraient à l'automne a lieu après la ponte. Cela pourrait retarder la détection des impacts, spécialement si le frai a eu lieu en amont de l'émissaire ou dans un cours d'eau tributaire où les oeufs en incubation et les larves n'ont pas été exposés à l'effluent. Dans la plupart des cas, il convient de choisir une espèce qui se reproduit au printemps. Malgré cela, lorsque

des poissons frayent dans une zone d'exposition à l'effluent, il peut être préférable de prendre une espèce qui fraie à l'automne parce que les oeufs et les stades larvaires sensibles seraient exposés à l'effluent durant l'hiver. On ne s'attarde normalement pas aux espèces qui frayent au milieu de l'hiver à cause de la difficulté de procéder à des échantillonnages à cette époque.

Il y a d'autres caractéristiques importantes du cycle vital d'une espèce sentinelle dont il faut tenir compte : ce sont notamment la longévité, l'âge de maturité, le taux de croissance, la fécondité et l'abondance (Munkittrick et Dixon, 1989a; Munkittrick, 1992). Dans une tentative de réduire davantage le délai entre un stress et la réponse, il faudrait que l'espèce sentinelle optimale ait une durée de vie intermédiaire (assez longue pour que la réponse puisse apparaître, mais pas trop longue de façon à éviter que les impacts ne soient masqués), un taux de croissance rapide et une bonne fécondité (afin que les besoins énergétiques soient élevés) ainsi qu'une maturité précoce (de manière à minimiser le délai jusqu'à la détection des effets). Bien que ce ne soit pas critique, il est aussi avantageux de choisir des espèces abondantes parce qu'il est plus facile et moins coûteux d'assurer leur suivi : les changements détectables se manifestent plus rapidement. De plus, les espèces moins abondantes ne résistent pas aussi bien aux effets de la mortalité par échantillonnage.

Le tableau 7.1 donne les critères recommandés de sélection d'espèces sentinelles. Il faudrait qu'au moins une espèce choisie pour le recensement des poissons adultes soit benthivore. Lorsque la capture d'espèces additionnelles est une exigence, des espèces benthivores sont seulement recommandées si c'est possible. Il n'est pas nécessaire que les espèces sentinelles aient une importance commerciale ou sportive. Lorsqu'une fabrique est aussi obligée de prélever des tissus de poisson pour déterminer la concentration en résidus de contaminants, il est possible de prendre une espèce piscivore au lieu d'une autre espèce sentinelle, pourvu que cette espèce réponde aux critères généraux et énergétiques indiqués dans le tableau 7.1.

Dans certains cas en mer, il peut être préférable d'utiliser un mollusque ou un crustacé comme espèce sentinelle. L'espèce choisie devrait répondre en bonne partie aux critères donnés dans le tableau 7.1. En général, les crustacés tels que des crabes et des homards répondent à ces critères alors que des organismes tels que des palourdes et des moules n'y répondent pas. L'utilité d'un mollusque ou d'un crustacé donné comme espèce sentinelle, tout comme le seront les mesures individuelles, sera déterminée selon des critères de spécificité du site.

Tableau 7.1 : Critères recommandés de sélection d'espèces sentinelles

Caractéristiques	Description
Habitat	
Exposition aux sédiments	oui
Préférences alimentaires	benthique
Implication dans la chaîne alimentaire	oui
Période de frai	selon le site
Rassemblement de frai	oui
Générales	
Abondance	grande
Longévité	moyenne
Énergétiques	
Fécondité	grande
Taux de croissance	élevé
Âge de maturité	jeune

Source : Munkittrick (sous presse)

7.2 Populations de poissons de référence

La population de référence idéale est une population habitant un milieu comparable - sous tous les aspects à l'exception de la présence de l'effluent de la fabrique - au milieu récepteur des effluents de la fabrique. Si ce n'était pas le cas, l'évaluation pourrait se trouver à porter sur des différences entre les populations attribuables à des différences naturelles entre les habitats. Pour un projet de nouvelle fabrique, la meilleure référence sera fournie par la population à son état naturel (c.-à-d. avant le rejet) qui sera éventuellement exposée durant l'exploitation de la fabrique.

En général, les populations de référence sont choisies en amont du point de rejet de la fabrique, dans des bassins hydrographiques tributaires ou voisins, dans des estuaires voisins, au côté du chenal (cours d'eau ou estuaire) opposé au côté de la fabrique, dans les lacs voisins ou en amont (dans le cas des fabriques qui rejettent leurs effluents dans des lacs) ou dans des lieux distants le long d'une rive côtière ouverte. Le tableau 7.2 indique les facteurs à considérer dans la détermination des emplacements de référence, notamment le régime d'un cours d'eau, la salinité, la profondeur, le débit et les caractéristiques générales du substrat.

Tableau 7.2 : Emplacements candidats pour les sites de référence dans les études sur le poisson adulte

Emplacement de la fabrique	Emplacements de référence potentiels	Commentaires
Cours d'eau	Emplacements en amont, rivières	À moins que l'espèce ne soit sédentaire, la population de référence doit être physiquement isolée de la population exposée (chutes, barrages, grandes distances, etc.)
	Emplacements au côté opposé du chenal	Peuvent être appropriés dans les grands cours d'eau pour des espèces sédentaires, là où l'effluent ne se mêle pas aux eaux du côté opposé du chenal
	Autres cours d'eau de la région	Les différences au niveau des habitats de la région peuvent être grandes entre les réseaux hydrographiques
Estuaires (marins ou aux Grands Lacs)	Emplacements en amont	Acceptables seulement pour les espèces présentes dans un large éventail de salinité
	Emplacements au côté opposé du chenal	Peuvent être appropriés dans les grands estuaires ou pour des espèces sédentaires, là où l'effluent ne se mélange pas aux eaux du côté opposé du chenal
	Autres estuaires de la région	Les différences au niveau des habitats peuvent être grandes entre les estuaires
Lacs	Lacs en amont	À moins que l'espèce ne soit sédentaire, les populations de référence doivent être physiquement isolées des populations exposées
	Emplacements éloignés sur le même lac	Acceptables seulement là où les populations de référence et les populations exposées sont relativement locales et où l'effluent ne se disperse pas dans tout le lac
	Lacs dans d'autres bassins hydrographiques	Les différences au niveau des habitats peuvent être grandes entre les bassins hydrographiques
Rives côtières ouvertes (océans ou Grands Lacs)		Le territoire des populations de référence ne doit pas chevaucher celui des populations exposées

7.3 Évaluation de la population piscicole

7.3.1 *Prise de poissons et traitement des échantillons*

a) Périodes de prélèvement : pour le recensement de la population adulte, le poisson devrait être prélevé durant la période de résidence dans le panache. Dans le cas des espèces dont les déplacements lors du frai les éloignent ou les amènent temporairement dans la zone de mélange de l'effluent, un recensement serait inefficace durant la saison du frai. Ainsi, pour les espèces frayant au printemps, un recensement à l'automne serait approprié. Pour les espèces frayant à l'automne, un recensement au printemps ou à l'été est approprié. Les conditions dans le milieu récepteur (écoulement, turbidité, action des vagues) et la facilité d'accès sont d'autres facteurs qu'il faut considérer lorsqu'on établit le calendrier des prélèvements (tableau 7.3).

b) Capture des poissons : les poissons à prendre devraient avoir un âge ou une grandeur de maturité sexuelle: ceci est évalué à partir d'informations publiées ou d'observations spécifiques au site. Puisque l'âge auquel certaines espèces atteignent leur maturité sexuelle dépend de facteurs tels que le sexe, le taux de croissance et l'abondance de nourriture, il est acceptable d'inclure des juvéniles «à la fin de ce stade évolutif» dans les prélèvements. Ces poissons vont probablement atteindre leur maturité sexuelle dans l'année suivante. La méthode utilisée pour la capture du poisson doit être appropriée à l'espèce et à sa taille. Si nécessaire, il faut se procurer un permis de capture du poisson auprès du ministère provincial des ressources naturelles ou du ministère fédéral des Pêches et des Océans. Ces permis précisent souvent les engins de pêche à utiliser, qui doit être responsable, les lieux d'échantillonnage et la période. Les types d'équipement possibles, leurs caractéristiques d'échantillonnage et leurs conditions d'application sont indiqués au tableau 7.4. Des directives plus détaillées sur les méthodes de capture du poisson sont fournies par Hayes (1989), Hubert (1989) et Reynolds (1989). Pour la capture d'une espèce particulière, le matériel d'échantillonnage utilisé peut être sélectif de manière à minimiser la variance dans la taille des poissons; on réduit ainsi la taille des échantillons et on simplifie les opérations de traitement.

Tableau 7.3 : Calendrier des prises de poissons : facteurs à considérer

Facteurs	Commentaires
Période de frai	Devrait être évitée car la distribution du poisson peut être radicalement altérée par rapport aux autres périodes de l'année.
Période suivant immédiatement le frai	Devrait être évitée parce qu'il peut être difficile d'évaluer les paramètres de fécondité.
Couverture de glace	Les périodes où l'eau est couverte de glace devraient être évitées là où cela nuit à la prise.
Courant de la rivière	Les saisons où le courant est fort devraient être évitées puisque le poisson est dispersé dans un volume plus grand.
Météorologie	Les conditions météorologiques peuvent empêcher la prise de poisson ou constituer un danger.

c) Traitement des échantillons pour les mesures biologiques : des mesures biologiques telles que la longueur (standard, totale ou à la fourche), le poids frais, le poids des gonades, la taille des oeufs et le sexe, devraient être faites lorsque c'est approprié. Des structures qui indiquent l'âge devraient aussi être prélevées, soit des écailles et des parties osseuses. Les structures les mieux appropriées à chaque cas sont généralement spécifiques à l'espèce (tableau 7.5; figure 7.1). L'âge des sujets est déterminé au moyen de techniques approuvées et utilisées par des techniciens ou biologistes expérimentés: on suit des protocoles standardisés (ex.; Chilton et Beamish, 1982; Brothers, 1987; Casselman, 1987; Jearld, 1989; Bagliniere et al., 1991; Secor et al., 1991).

Si les techniques d'interprétation de l'âge sont mal documentées pour l'espèce étudiée ou si elles sont non récentes (5 ans ou plus) ou encore si on suspecte que l'échantillon contient des poissons qui sont vieux ou à croissance lente, il faudrait prélever les otholites. Les examens, devraient inclure un enregistrement des observations et des photos de tumeurs, lésions et néoplasmes bien évidents dans des organes importants tels que le foie ou sur la peau. Le contenu stomacal peut aussi être prélevé et faire l'objet d'une description qualitative. Chez les piscivores, son analyse peut être faite sur le terrain. Chez les benthivores, les planctivores ou les détritivores, le contenu de la partie avant du tube digestif ou celui de l'ensemble du tube digestif devrait être extrait, conservé dans une solution de formol à 10 % et examiné par un taxonomiste spécialisé dans les invertébrés afin de déterminer les principales classes et les principaux ordres d'organismes présents dans le tube digestif, ainsi que leur quantité relative (en pourcentage).

Tableau 7.4 : Équipement pour la prise des poissons

Types d'équipement	Habitats				Commentaires
	Cours d'eau	Lacs	Estuaires	Côtes ouvertes	
Appareil de pêche électrique	X				On utilise des modèles portatifs ou embarqués.
Filet maillant	X	X	X	X	Les mailles peuvent être de différentes grandeurs (pour la sélection de tailles); utile en eau profonde et peu profonde; le poisson peut ne pas être viable longtemps.
Seine	X	X	X	X	Utile en eau peu profonde; peut ramasser des débris et des cailloux; très utile pour le petit poisson.
Seine à poche	X ¹	X	X	X	Utilisée pour encercler les poissons pélagiques.
Chalut		X	X	X	Utilisé surtout pour les poissons de fond.
Ligne à pêche	X	X	X	X	Peut être utile dans des endroits difficiles d'accès pour d'autres équipements, par exemple pour l'échantillonnage d'hiver du corégone.
Pièges et trappes	X	X	X		Généralement non sélectifs quant à la taille.
Piscicide	X	X	X		Utile seulement dans les eaux stagnantes; usage limité; ne devrait pas être employé si le poisson doit être évalué pour ses réactions biologiques ou pour des résidus dans les tissus.

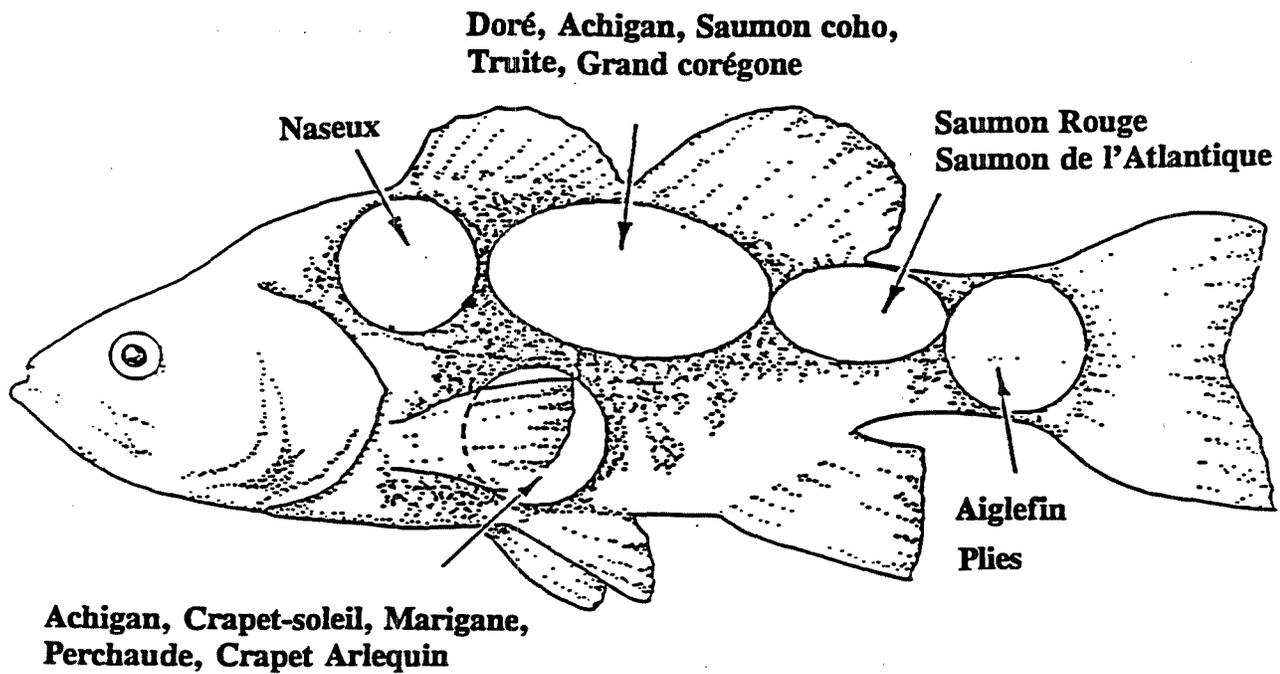
¹ Rivières larges et profondes, réservoirs.

Tableau 7.5 : Structures anatomiques communément utilisées pour la détermination de l'âge

Famille	Nom commun	Structure
Squalidae	chiens de mer	Épine dorsale
Rajidae	raies	Centrum vertébral,
Acipenseridae	esturgeons	Otolithes, rayon de nageoire pectorale
Elopidae	tarpons	Écaille
Anguillidae	anguilles d'eau douce	Otolithe
Clupeidae	harengs	Otolithe
Engraulidae	anchois	Otolithe
Salmonidae	truites (ruisseau et lac)	Ruisseau: écaille, otolithe; Lac: otolithe, sous-opercules, quatre premiers rayons de nageoire pectorale marginale
Esocidae	brochets	Écaille, cleithrum
Cyprinidae	ménés et carpes	Écaille
Catostomidae	meuniers	Écaille, rayon de nageoire, os operculaire
Ictaluridae	barbottes	Épine pectorale
Batrachoididae	crapauds de mer	Otolithe
Gadidae	morues	Otolithe
Cyprinodontidae	fondules	Écaille
Atherinidae	capucettes	Otolithe
Percichthyidae	bars	Écaille
Serranidae	serrans	Écaille
Centrarchidae	crapets, achigans	Crapets: écaille Achigan: otolithe, trois premières épines dorsales, os operculaire, écaille
Malacanthidae	tiles	Otolithe
Haemulidae	grogneurs	Otolithe
Sparidae	spares	Écaille
Sciaenidae	tambours	Écaille
Cichlidae	cichlidés	Écaille
Scombridae	maquereaux et thons	Otolithe, rayon de nageoire
Bothidae	turbots	Otolithe, écaille
Pleuronectidae	plies	Otolithe, écaille
Mugilidae	muges	Écaille
Lophiidae	baudroies	Vertèbres, rayon
Carangidae	carangues	Otolithe
Percidae	dorés, barets	Otolithe, les trois premières épines dorsales, os operculaire, écaille
Coregonidae	grands corégones	Otolithe, les quatre premiers rayons de nageoire pectorale marginale, écaille

Sources : Jearld, 1989; Mann (sous presse); Munkittrick (communication personnelle).

Figure 7.1 : Régions du corps où les écailles des poissons de diverses espèces peuvent être enlevées



Source: Jearld (1989)

8. ÉVALUATION DE LA COMMUNAUTÉ BENTHIQUE

8.1 Échantillonnage et enregistrement des données

8.1.1 Conception de l'échantillonnage : recensements extensifs ou intensifs

Le programme des ESEE décrit deux conceptions d'échantillonnage, soit des recensements extensifs et intensifs. Pour ces deux conceptions, une distribution différente des stations d'échantillonnage et des échantillons réplicats est recommandée en vue des recensements de la communauté benthique. Le choix de la conception appropriée dépend des objectifs du recensement ainsi que de l'existence de données historiques.

Lorsqu'on n'a pas assez de renseignements sur la distribution spatiale de la communauté benthique pour aider à établir les zones de référence ainsi que les zones proches et éloignées de la ZPR, un recensement extensif peut être justifié. Le but d'un recensement extensif est la définition de zones relativement homogènes pour la classe d'habitat et pour le niveau d'exposition à l'effluent de l'usine. Les renseignements produits pour la «description des zones d'étude et référence» (section 2 : délimitation de la zone de mélange de l'effluent, inventaire et classification des habitats) aideront à l'allocation de stations d'échantillonnage compte tenu de la superficie. Toutefois, l'application de techniques de classement ou de réunion en grappes de données des invertébrés benthiques permettra de mieux délimiter les zones qui sont relativement homogènes quant à la structure de leurs communautés d'invertébrés.

Dans un recensement extensif, les stations sont généralement situées le long de "transects" qui partent d'un point situé près de l'exutoire et se rendent aux zones de référence candidates. Il est recommandé que l'allocation des stations se fasse selon les classes majeures d'habitat (telles que définies dans l'inventaire et la classification des habitats) en proportion approximative de leurs superficies. Il est recommandé qu'au cours des recensements extensifs, des échantillons répétés soient prélevés aux stations afin de déterminer la variabilité à l'intérieur d'une même station (c.-à-d., échantillons instantanés multiples à chaque station).

Lorsqu'on a assez de renseignements sur la distribution spatiale de la communauté d'invertébrés benthiques pour pouvoir déterminer les zones de référence ainsi que les zones voisines et éloignées de la ZPR, il est justifié de procéder à un recensement intensif. Les résultats des recensements intensifs permettront de préciser des comparaisons entre les zones de référence et les zones proches et éloignées de la ZPR. Lorsqu'il existe plusieurs classes d'habitats dominants à un niveau d'exposition donné, il faut alors procéder à un recensement intensif pour chaque classe dominante.

Une comparaison spatiale entre les zones exige que des échantillons réplicats soient pris pour déterminer la variance entre stations (voir la section 3.5). Les stations à l'intérieur de la même zone sont alors équivalentes à des échantillons replicats. Les erreurs de mesure peuvent être estimées par création de sous-échantillons au laboratoire (voir la section 8.3). La variabilité à l'intérieur d'une même station, qui est jugée être une composante mineure de la variance totale à l'intérieur d'une zone, n'est pas estimée. On considère plutôt que chaque station équivaut à un composé de trois échantillons instantanés. Les estimations de l'erreur peuvent alors servir à estimer la variabilité totale dans les zones, comme il est requis pour l'analyse de puissance.

8.1.2 Période d'échantillonnage

La période d'échantillonnage doit être choisie de façon à maximiser la quantité de renseignements de caractère biologique et à la recueillir au moment où on prévoit la plus grande diversité de modèles de réaction. En général, cette période correspond aux cycles de recrutement saisonniers des organismes benthiques; l'échantillonnage doit être fait au moment où la plupart des invertébrés atteignent une taille qui permette de les retenir et de les récupérer facilement lors du tamisage et du tri des échantillons.

Les périodes de reproduction et les cycles d'abondance des espèces benthiques sont reliés au climat et à l'abondance de nourriture. Plusieurs insectes qui commencent leur vie dans l'eau douce se reproduisent au printemps et à l'automne; les périodes d'échantillonnage doivent donc précéder les périodes d'émergence maximale. Dans les grands lacs où la communauté benthique est souvent dominée par les annélides, les crustacés et les mollusques, les périodes d'émergence des insectes ont moins d'importance dans la conception de l'étude et dans l'échantillonnage. En milieu marin, plusieurs espèces benthiques ont des stades planctoniques qui n'apparaissent pas dans le benthos avant la fin de l'été ou l'automne; l'échantillonnage doit par conséquent être effectué à ce moment-là. Le moment de l'étude doit aussi être choisi sur la base de la connaissance des cycles de reproduction de la communauté benthique locale.

8.1.3 Méthodes d'échantillonnage

L'échantillonnage quantitatif des communautés benthiques se fait en utilisant des appareils qui font leurs prélèvements sur une superficie ou un volume connu de l'habitat : ce sont, par exemple, les bennes échantillonneuses, des échantillonneurs à filet et des substrats artificiels. Les carottiers peuvent être inappropriés soit à cause de la petitesse de la superficie rapportée et, par conséquent, de la grande variabilité et du nombre élevé d'échantillons qui seraient requis, soit à cause de la grande taille des échantillonneurs qui les rend peu pratiques. Chaque appareil d'échantillonnage devrait être non sélectif et approprié à une condition particulière de substrat. Des descriptions de différentes méthodes d'échantillonnage du benthos sont présentées par Plafkin et al. (1989) et Klemm et al., (1990). Un protocole d'échantillonnage des invertébrés benthiques dans les cours d'eau est décrit dans un document du ministère de l'Environnement de l'Alberta (Alberta Environment, 1990b). Une série de rapports du Puget Sound Estuary Program (Tetra Tech Inc. 1986a, 1986b, 1987) présente un canevas d'un protocole d'échantillonnage en milieu marin. Dans les habitats marins, quelques autres techniques quantitatives peuvent être nécessaires pour recueillir des coquillages et d'autres grandes espèces. Ces techniques peuvent comprendre l'utilisation de quadrats et des prélèvements à la main par des plongeurs, des techniques de photographie à distance à partir de zones définies de la surface ainsi que des prélèvements à la main à l'intérieur de limites définies le long de coupes transversales.

Le tableau 8.1 est un exemple d'aperçu des considérations pour la présentation de rapports de travaux sur le terrain et en laboratoire, lesquelles s'appliquent particulièrement aux fabriques de pâtes et papiers. Des considérations similaires peuvent servir pour d'autres secteurs industriels.

a) Bennes échantillonneuses : celles-ci, quelquefois appelées dragues, sont des appareils possédant des mâchoires actionnées par des ressorts ou par gravité, qui «mordent» dans les substrats meubles (sable, limon, vase, etc.) et retiennent les sédiments sur une superficie déterminée du fond. Ces appareils sont généralement descendus au fond à l'aide d'une ligne ou d'un câble au moyen d'un treuil à partir d'un navire de surveillance hydrographique. L'efficacité de ces échantillonneurs dépend du type de substrat, de la profondeur de

Tableau 8.1 : Considérations pour l'évaluation et le rapport du recensement des communautés benthiques ou intertidales

TERRAIN

- emplacement des stations (coordonnées)
- date et heure d'échantillonnage
- membres de l'équipe de travail sur le terrain
- description des habitats : profondeur de l'eau; caractéristiques du courant; présence, abondance et types de plantes aquatiques; classification des substrats (selon l'inventaire des habitats); présence de matières solides attribuables à l'usine; indications de pollution (décoloration, odeurs, résidus de pétrole dans l'eau ou les sédiments)
- méthode d'échantillonnage et grandeur de la maille du tamis
- autres observations liées à l'échantillonnage relatif à la qualité de l'eau, lesquelles peuvent être aussi appropriées : température de l'eau, pH, conductivité, salinité, oxygène dissous ou d'autres caractéristiques de l'habitat non mentionnées ci-dessus.
- photographie de l'emplacement et de l'échantillonneur

LABORATOIRE

Rapport des données

- fiches d'indentification des taxons benthiques et d'énumération sur table à des niveaux de tri grossier et détaillé
- données brutes présentées pour chaque échantillon répliqué avec la liste des taxons présents, le nombre d'individus par échantillon et la superficie du substrat échantillonné
- emplacement de la collection de référence et rapport de la vérification taxonomique
- degré d'efficacité de tri obtenu
- niveau de sous-échantillonnage appliqué et la précision du sous-échantillonnage

Évaluation des données

- technique de reconnaissance des tendances dans les recensements extensifs pour identifier les zones biologiques qui peuvent être reliées à l'exposition à l'effluent (ex.; Gordon, 1981)
 - test statistique multivarié pour les différences entre les zones (recensement extensif) ou entre les secteurs (recensement intensif)
 - si des tendances sont significatives, vérifier avec au moins trois indices biotiques (c.-à-d., densité, diversité, richesse, équité, ou d'autres indices applicables à la communauté biologique)
 - résumé des analyses mentionnées ci-dessus
-

pénétration, de l'angle sous lequel l'appareil touche le fond, de la fermeture complète des mâchoires, de la perte de matériel durant la remontée et de «l'onde de choc» qui disperse les organismes lorsque les mâchoires frappent le substrat. Le tableau 8.2 fournit un résumé des caractéristiques, des avantages et des désavantages des principales bennes échantillonneuses. Klemm et al. (1990) fournissent de plus amples détails sur les bennes échantillonneuses et les protocoles d'opération.

b) Échantillonneurs à filet pour les cours d'eau : ceux-ci sont des dispositifs qui permettent de capturer des organismes benthiques dans les cours d'eau; il en existe de différents maillages pour tamiser les organismes emportés avec l'eau qui passe à travers. Le tableau 8.3 fournit un résumé des caractéristiques, avantages et inconvénients des principaux échantillonneurs de ce type. Klemm et al. (1990) font une description détaillée de ces dispositifs et de leur fonctionnement.

c) Substrats artificiels : on peut avoir recours aux substrats artificiels lorsque l'échantillonnage ne peut pas être normalisé en fonction de caractéristiques de l'habitat naturel ou lorsque l'échantillonnage des communautés naturelles est pratiquement irréalisable (ex. ; de grands rapides). Ces substrats sont des échantillonneurs constitués de matériaux naturels ou artificiels de nature diverse, qui sont placés dans l'eau pour une période déterminée afin qu'ils soient colonisés par des communautés d'invertébrés indigènes. Leurs grands avantages et inconvénients ont été décrits par Plafkin et al. (1989) et sont listés ci-après :

Avantages

- Ils permettent le prélèvement d'échantillons dans des endroits normalement difficiles à échantillonner efficacement (ex. ; lit de roc, blocs ou substrats mouvants; eau profonde ou très rapide).
- Comme ils sont des dispositifs passifs, les substrats artificiels rendent possible un échantillonnage normalisé par élimination des facteurs subjectifs lors du prélèvement des échantillons.
- On minimise les effets qui masquent les résultats et qui sont attribuables à des variations dans les habitats, en fournissant un microhabitat normalisé.
- La variabilité de l'échantillonnage est atténuée par une réduction des irrégularités des microhabitats.
- Le prélèvement d'échantillons peut demander moins d'habileté et de formation que l'échantillonnage de substrat naturel.

Inconvénients

- Il faut deux visites (une pour la mise en place et une pour la récupération) pour chaque échantillon.
- Les échantillons peuvent ne pas être représentatifs de la communauté benthique d'une station si le substrat artificiel offre des microhabitats différents de ceux qu'offre le substrat naturel.
- La sédimentation, les courants très rapides ou le vandalisme occasionnent communément des perturbations ou la perte de l'échantillonneur.
- La configuration et la taille du substrat artificiel utilisées peuvent rendre le transport et l'entreposage difficiles.

Tableau 8.2 : Résumé des critères relatifs aux bennes échantillonneuses

1. **Benne Ponar (standard)**
 - Habitats et substrats échantillonnés : lacs d'eau douce, cours d'eau, estuaires et réservoirs à sédiments durs et meubles tels qu'argile, couche compacte, sable, gravier et détritiques; un peu moins efficace dans les sédiments plus meubles.
 - Efficacité : pas tout à fait efficace dans le cas des organismes qui s'enfouissent en profondeur dans les sédiments meubles; très efficace dans le cas des sédiments durs; ramasse les échantillons qualitatifs et quantitatifs.
 - Avantages : meilleure pénétration que les autres bennes; les plaques des côtés et les écrans réduisent la dispersion, les ondes de choc et la perturbation du substrat; la meilleure benne échantillonneuse quantitative pour utilisation en eau douce.
 - Limites : benne lourde qui nécessite l'usage d'un bateau avec câble et treuil; les pierres, les galets et d'autres débris peuvent empêcher les mâchoires de se fermer et causer ainsi la perte d'échantillons.

2. **Petite benne Ponar**
 - Habitats et substrats échantillonnés : lacs d'eau douce, cours d'eau et réservoirs ainsi qu'estuaires avec sédiments modérément durs tels que sable, limon et vase; ne pénétrera pas dans l'argile; quelque peu moins efficace dans les sédiments meubles et le gravier grossier.
 - Efficacité : pas tout à fait adéquate dans le cas des organismes qui s'enfouissent en profondeur dans les sédiments meubles; inutile dans l'argile.
 - Avantages : bonne pénétration pour une si petite benne; les plaques des côtés et les écrans réduisent la dispersion, les ondes de choc et la perturbation du substrat; peut être manoeuvrée à la main.
 - Limites : les mâchoires peuvent être bloquées par des pierres, des bouts de bois et d'autres débris, causant ainsi la perte d'une partie des échantillons; inefficace dans les courants rapides.

3. **Benne Ekman (standard, haute, grande et très grande)**
 - Habitats et substrats échantillonnés : cours d'eau, lacs et réservoirs d'eau douce où il y a peu de courant; sédiments meubles, ex.; détritiques et limon.
 - Efficacité : efficace seulement dans les sédiments meubles, mais des poids peuvent être ajoutés pour obtenir une pénétration plus profonde dans le sable fin; ramasse des échantillons qualitatifs et quantitatifs.
 - Avantages : facilement manoeuvrable à la main, peut être poussée dans le substrat en eau peu profonde; des portes à charnières sur le dessus réduisent la dispersion, les ondes de choc et la perturbation du substrat; existe en plusieurs grandeurs.
 - Limites : la mâchoire ne pénétrera pas les sédiments durs à cause du faible poids de l'appareil; souvent, les mâchoires ne ferment pas complètement à cause d'un blocage ou du système de fermeture qui s'enraie; inefficace en eau profonde ou à courant modéré.

La benne Wildco ressemble à une benne Ekman très résistante conçue pour pénétrer les substrats plus durs grâce à l'ajout d'une armature et de poids. L'appareil peut être utilisé pour le prélèvement de l'endofaune des lacs et des estuaires. La benne peut aussi être utilisée pour échantillonner des fonds de débris finement morcelés, d'argile, de vase, de limon, de marne submergée ou de tourbe délicate. L'échantillonneur pèse environ 14 kg, mais on peut augmenter son poids jusqu'à 49 kg en utilisant 12 poids amovibles. L'aire d'échantillonnage mesure 150 x 150 x 225 mm; un revêtement amovible en acrylique est inclus.

4. **Benne Petersen (standard et naine)**
 - Habitats et substrats échantillonnés : lacs, rivières et réservoirs d'eau douce et estuaires avec sable, gravier, argile et couche compacte.
 - Efficacité : moins efficace que la benne Ponar dans la plupart des substrats; la benne Petersen naine est efficace dans les sédiments modérément meubles.
 - Avantages : peut donner des échantillons quantitatifs lorsqu'utilisée adéquatement; différentes grandeurs offertes.

- Limites : la benne standard est lourde et nécessite un bateau avec treuil; peut causer de la dispersion si descendue rapidement sur le fond; les mâchoires mordent peu profondément de sorte que les organismes profondément enfouis ne sont pas échantillonnés; les mâchoires sont facilement bloquées par des débris, ce qui cause des pertes d'échantillons; difficile à utiliser par mauvais temps; valeur discutable comme échantillonneur qualitatif.
5. **Benne Smith-McIntyre**
- Habitats et substrats échantillonnés : mer et estuaires; adaptable aux cours d'eau importants et aux lacs et réservoirs à lit de sable, de gravier, d'argile et de substrats semblables.
 - Efficacité : pénétration limitée; a été beaucoup utilisée pour échantillonner les habitats marins et estuariens.
 - Avantages : fournit des échantillons raisonnablement quantitatifs; des plaques à détente aident à pénétrer le substrat.
 - Limites : très lourde, nécessite bateau et treuil électrique; les mâchoires à ressort peuvent être dangereuses; inefficace pour ramasser les organismes qui s'enfouissent en profondeur; les mâchoires peuvent être bloquées par des débris.
6. **Benne Van Veen**
- Habitats et substrats échantillonnés : mer et estuaires à lit de sable, gravier, vase, argile et substrats semblables; pourrait être adaptée à l'eau douce.
 - Efficacité : pénètre de 5 à 7 cm.
 - Avantages : les mâchoires ferment mieux que celles de la benne Petersen; échantillonne la plupart des types de sédiments; disponible dans un éventail de grandeurs.
 - Limites : une benne très lourde qui nécessite un gros bateau et un treuil électrique; les mâchoires peuvent être bloquées par des débris tels que des pierres et des bouts de bois; pas utile pour les organismes qui s'enfouissent en profondeur.
7. **Benne Orange-Peel**
- Habitats et substrats échantillonnés : mer et lacs profonds aux substrats sablonneux contenant des galets, de la pierraille et du gravier grossier.
 - Efficacité : pour usage qualitatif seulement; la superficie d'échantillonnage n'est pas constante.
 - Avantages : disponible dans un éventail de grandeurs; travaille bien en eau profonde; se ferme relativement bien et prévient la perte d'échantillons; bonne pour la reconnaissance.
 - Limites : très lourde, nécessite un gros bateau avec un treuil électrique et des câbles; n'échantillonne pas une superficie et une profondeur constantes.
8. **Benne Shipek**
- Habitats et substrats échantillonnés : estuaires et grands lacs profonds à substrats de sable, de gravier, de vase et d'argile.
 - Efficacité : un échantillonneur quantitatif relativement bon.
 - Avantages : bon pour ramasser un petit échantillon en eau profonde.
 - Limites : une benne lourde qui nécessite un bateau avec un treuil électrique; elle doit être descendue verticalement et n'est pas efficace dans le courant; inefficace pour ramasser les organismes qui s'enfouissent en profondeur; échantillonne une petite superficie.

Source : Klemm et al. (1990)

Tableau 8.3 : Résumé des critères relatifs aux échantillonneurs à filet

1. Échantillonneur Surber

- Habitats et substrats échantillonnés : cours d'eau peu profonds, moins de 32 cm de profondeur, avec un bon courant; substrats de pierraille, de vase, de sable et de gravier.
- Efficacité : assez bon échantillonneur quantitatif lorsqu'utilisé par un biologiste expérimenté; la performance dépend du courant et du substrat.
- Avantages : entoure la superficie échantillonnée; se transporte ou s'installe facilement; échantillonne une unité de superficie.
- Limites : difficile à mettre en place dans quelques types de substrats, c'est-à-dire les lits de grosses pierres; ne peut pas être utilisé efficacement dans les cours d'eau tranquilles, à courant lent.

2. Boîte échantillonneuse portable pour les invertébrés, échantillonneur Hess, échantillonneur Hess pour le fond des cours d'eau, échantillonneur de la faune du lit des cours d'eau, échantillonneur cylindrique Neill, échantillonneurs en T

- Habitats et substrats échantillonnés : les mêmes que pour l'échantillonneur Surber.
- Efficacité : la même que celle de l'échantillonneur Surber.
- Avantages : les mêmes que ci-dessus, sauf que ces échantillonneurs-ci sont complètement enfermés et reposent sur une plate-forme stable; peuvent être utilisés dans des lits d'herbes.
- Limites : les mêmes que pour l'échantillonneur Surber.

3. Filets dérivants

- Habitats et substrats échantillonnés : rivières et ruisseaux à bon courant; tous les types de substrats.
 - Efficacité : assez bon rendement quantitatif et efficace pour ramasser tous les taxons qui dérivent dans la colonne d'eau; performance dépend de la vitesse du courant et de la période d'échantillonnage.
 - Avantages : faible erreur d'échantillonnage; économie de temps, d'argent et d'effort; recueille les macroinvertébrés de tous les substrats, recueille habituellement plus de taxons.
 - Limites : provenance des organismes inconnue; espèces terrestres peuvent constituer une grande partie de l'échantillon en été et aussi lorsqu'il vente et qu'il pleut; ne ramasse pas les organismes qui ne dérivent pas.
-

Source : Klemm et al. (1990)

Le tableau 8.4 présente divers types d'échantillonneurs pour substrat artificiel ainsi que leurs caractéristiques, avantages et désavantages. On peut trouver plus de détails sur ces échantillonneurs dans le manuel publié par Klemm et al. (1990).

d) Échantillonneurs à succion : on a largement utilisé divers échantillonneurs à succion pour échantillonner les macroinvertébrés (Klemm et al., 1990). Ils sont généralement placés en surface du substrat et sont actionnés manuellement. En général, on les emploie sur des substrats rocheux qui ne conviennent pas aux bennes échantillonneuses.

8.1.4 Tamisage

Les échantillons benthiques contiennent des quantités variées de sédiments fins et de débris. Pour accélérer leur transfert dans les récipients, leur entreposage et leur expédition, ces échantillons doivent être réduits par tamisage sur le terrain. L'efficacité de l'échantillonnage augmente en proportion inverse de la grandeur des mailles, mais la grandeur des mailles n'affecte pas habituellement l'interprétation générale du statut trophique de l'ensemble (Mason et al., 1975). De plus, l'effort supplémentaire nécessaire pour traiter les échantillons retenus par des mailles plus petites n'est probablement pas compensé par l'information biologique additionnelle qu'on obtient (Hummon, 1981). Pour cette raison, on préfère une grandeur de maille maximale de 500 μm pour les ESEE.

Partout où cela est possible, le tamisage doit être effectué immédiatement après la récupération de l'échantillon; beaucoup d'organismes deviennent fragiles et friables à la conservation et le tamisage peut causer leur fragmentation. Il existe plusieurs techniques de tamisage mais la plupart supposent qu'on lave l'échantillon dans un seau de tamisage.

Les substrats artificiels doivent être récupérés en plaçant un filet au maillage approprié en aval de l'échantillonneur pour attraper les animaux délogés du substrat. Après la récupération, il est recommandé que, pour préserver les échantillons des substrats artificiels, l'échantillonneur soit placé dans un récipient d'eau et ensuite démonté et que les pièces individuelles soient lavées avec un jet d'eau fin ou une brosse douce. Les échantillons fournis par les échantillonneurs à filet sont également transférés ou rincés dans un seau. Le contenu des seaux est alors passé sur un tamis pour concentrer les organismes et les séparer des petits débris étrangers.

Dans le cas des organismes marins, les échantillons doivent être tamisés à l'eau de mer plutôt qu'à l'eau douce, parce que le choc osmotique de l'eau douce cause souvent l'éclatement des cellules et une importante distorsion des animaux.

8.1.5 Conservation

Tous les échantillons doivent être conservés sur le terrain dans une solution tampon de formol à 10 % pour que les vers marins et d'eau douce et les polychètes ne soient pas endommagés. Le formol étant cancérigène et irritant pour les travailleurs de laboratoire, plusieurs chercheurs préfèrent transférer les échantillons du formol à l'éthanol en laboratoire avant le tri et le travail de taxonomie. Pour les organismes marins, le transfert dans l'éthanol dans un délai de 48 à 72 heures peut être nécessaire si l'on veut éviter le bris de structures délicates quand l'organisme devient fragile. Après le tri et l'identification, la plupart des macroinvertébrés doivent être conservés dans une solution de 70 % à 80 % d'éthanol et de 5 % de glycérine dans des fioles ou des pots à couvercle étanche à l'air. Si des couvercles vissants sont utilisés, ils doivent être scellés par une pellicule de cire et être vérifiés périodiquement (une ou deux fois par année) pour remplacer les pertes causées par l'évaporation.

Tableau 8.4 : Résumé des critères relatifs aux échantillonneurs à substrat artificiel

1. Échantillonneur à plusieurs plateaux (Hester-Dendy modifié)

- Habitats et substrats échantillonnés : tous les types d'habitats dans les rivières, ruisseaux, lacs et réservoirs; inefficace dans les terres humides; utilise comme substrats des panneaux de fibres durs ou de la porcelaine.
- Efficacité : colonisation dépend du type de substrat; sélectif envers certains types d'organismes; trois échantillons considérés suffisants.
- Avantages : excellent pour la surveillance de la qualité de l'eau; type de substrat uniforme; haute précision; les échantillons contiennent une quantité négligeable de débris; fournit un habitat d'une superficie connue, durant une période connue, à une profondeur connue.
- Limites : exige un voyage pour l'installation et un autre pour la récupération; sujet au vandalisme; biaisé en faveur des insectes aquatiques; nécessite des précautions quand on réutilise les plateaux qui peuvent avoir été contaminés par des substances toxiques, de l'huile, etc.; peut nécessiter un poids additionnel pour assurer sa stabilité; huit semaines d'attente avant de connaître les résultats.

2. Échantillonneur à panier

- Habitats et substrats échantillonnés : tous les types d'habitats dans les rivières, ruisseaux, lacs et réservoirs; peut être utilisé dans des endroits où d'autres méthodes sont impraticables; inefficace dans les terres humides.
- Efficacité : colonisation dépend du type de substrat utilisé dans le panier (pierres, toile de conservation 3M, etc.); sélectif envers certains types de faune; trois échantillons considérés suffisants.
- Avantages : excellent pour la surveillance de la qualité de l'eau; type de substrat uniforme à chaque station, ce qui permet de meilleures comparaisons et une haute précision; fournit des données quantitativement comparables; échantillons contiennent une quantité négligeable de débris; ne nécessite pas de poids additionnel pour assurer sa stabilité; échantillonne une superficie connue, à une profondeur connue, durant un temps d'exposition connu.
- Limites : exige un voyage pour l'installation et un autre pour la récupération; biaisé en faveur des insectes; échantillonneurs et flotteurs souvent difficiles à ancrer; peut constituer un danger pour la navigation; sujet au vandalisme; enregistre seulement la communauté biotique présente durant la période d'exposition; pas de mesure de la situation antérieure; taille et texture des substrats de calcaire peuvent varier d'une étude à une autre; huit semaines d'attente avant de connaître les résultats.

Source : Klemm et al. (1990)

8.2 Tri de l'échantillon, sous-échantillonnage et préparation des spécimens

Avant le traitement en laboratoire, il est utile de laver de nouveau l'échantillon conservé et de le passer sur un tamis de 500 μm sous le robinet pour achever d'enlever les résidus de débris fins. Cela permet d'enlever aussi la formaldéhyde et diminue les émanations de formol durant le tri.

Les échantillons doivent être triés par des techniciens ou des taxonomistes entraînés au moyen d'un microscope à faible grossissement sur un plateau quadrillé ou une boîte de Pétri. Les échantillons sont triés à la main au moyen de techniques comme la flottation des organismes dans des solutions à haute densité (c.-à-d. sulfate de magnésium, chlorure de sodium, chlorure de calcium, sucre, D-mannitol, etc.). On peut aussi souffler des bulles dans le liquide pour séparer les animaux des particules de sédiments plus denses et les piéger sur la pellicule superficielle. Les organismes plus lourds comme les mollusques ne flottent pas et doivent être enlevés directement avec des forceps.

Divers colorants peuvent être employés pour accélérer le tri. Des colorants comme le rose bengale ou la phloxine B en concentration de 100 mg/L réduisent le temps de tri en rendant les organismes plus visibles et plus faciles à enlever.

Pour les gros échantillons ou ceux qui contiennent de grandes quantités de débris sédimentaires, les échantillons peuvent exiger un sous-échantillonnage avant le tri. Il existe plusieurs méthodes de sous-échantillonnage, comme l'indiquent Klemm et al. (1990). Généralement, on doit trier au moins un quart de l'échantillon. Si l'échantillon contient de grandes quantités d'un groupe particulier d'organismes (par ex.; >300 oligochètes), il est habituellement opportun de sous-échantillonner une plus petite fraction de cet abondant taxon. Comme guide de sous-échantillonnage, on peut dire que le temps maximum moyen pris pour trier un sous-échantillonnage (ou un échantillon s'il n'y a pas de sous-échantillonnage) devrait être d'environ trois heures. L'erreur de sous-échantillonnage devrait être estimée dans au moins 10 % des échantillons soumis au sous-échantillonnage en triant un autre sous-échantillon de grandeur égale.

Pour les taxons qui requièrent un examen d'identification microscopique détaillé, on devrait préparer des lames de microscope. Cela peut nécessiter plusieurs étapes, notamment la dissection, le lavage et l'application des colorants. Klemm et al. (1990) donnent une liste de plusieurs techniques de préparation de lames. Les oligochètes et les chironomidés, entre autres, exigent la préparation de lames.

8.3 Taxonomie

L'évaluation taxonomique des échantillons benthiques devrait être effectuée jusqu'au plus bas niveau taxonomique pratiquement possible, jusqu'au genre et à l'espèce quand la chose est faisable. Le tableau 8.5 énumère les niveaux taxonomiques souhaitables pour les groupes taxonomiques les plus importants parmi les organismes benthiques. En général, le niveau taxonomique doit être uniforme dans chaque groupe important pour tous les échantillons dans un recensement et d'un recensement à l'autre.

Comme l'exactitude du travail taxonomique dépend de l'accès à une littérature taxonomique à jour, une bibliothèque de base des clés d'identification est essentielle. Une liste détaillée de références taxonomiques pour divers groupes d'organismes est fournie par Klemm et al. (1990). Les identifications devraient être effectuées ou vérifiées par un taxonomiste qualifié et expérimenté. Pour des fins de comparaison et pour les vérifications de contrôle de la qualité, une collection de référence des organismes identifiés devrait être maintenue pour

Tableau 8.5 : Niveau général de précision taxonomique visé dans des échantillons de macroinvertébrés benthiques

<u>Groupe</u>	<u>Niveau</u>
A. ÉCHANTILLONS D'EAU DOUCE	
Coelenterata	genre
Turbellaria	famille
Nematoda	phylum
Nemertea	genre
Polychaeta	espèce
Oligochaeta :	
● Tubificidae	espèce (sauf quelques immatures)
● Naididae	espèce
● Lumbriculidae	espèce
● autres familles	genre
Hirudinea	espèce
Bivalvia :	
● Pisidiidae	genre (<i>Pisidium</i>), espèce (<i>Sphaerium</i>)
● Unionidae	espèce
Gastropoda	espèce
Crustacea :	
● Ostracoda	ordre
● Harpacticoida	sous-classe
● autres	espèce
Acarina	ordre
Insecta	genre
B. ÉCHANTILLONS MARINS	
Porifera	classe
Cnidaria	classe/ordre
Turbellaria	ordre
Nemertea	phylum
Sipuncula	phylum
Brachiopoda	phylum
Bryozoa	phylum
Mollusca	espèce (sauf quelques immatures)
Annelida :	
● Polychaeta	espèce (sauf quelques immatures)
● Oligochaeta	genre
Arthropoda :	
● Pantopoda	classe
● Crustacea	espèce
Ascidiacea	classe
Echinodermata	espèce

chaque usine et l'emplacement de cette collection devrait être inscrit au rapport. De plus, une vérification indépendante de l'identification des espèces de chaque collection de référence est recommandée. Cela peut généralement être fait par des taxonomistes à l'emploi des musées nationaux ou provinciaux, par des entreprises de consultation environnementale ou par des universités.

8.4 Évaluation de la communauté intertidale

La zone intertidale est un habitat additionnel qui devrait être évalué en plus des habitats mentionnés auparavant, si le panache de l'effluent empiète substantiellement sur cette zone. En général, les plantes et les animaux côtiers de cet habitat montrent des distributions verticales dans l'espace, qui reflètent les gradients de paramètres environnementaux comme la température, la salinité, l'intensité de la lumière, l'abrasion attribuable aux billots ou à la glace, le choc des vagues et l'«humidité». Ces gradients doivent être considérés dans la planification ou la mise en oeuvre d'études biologiques dans le milieu intertidal.

Les plans d'échantillonnage pour cette zone diffèrent quelque peu de ceux qu'on a décrits dans les sections précédentes. Ils peuvent comprendre des techniques d'investigation qualitative là où les approches quantitatives ne conviennent pas. De telles approches comprennent l'enregistrement et le relevé cartographique (à une échelle de $\leq 5000/1$) des caractéristiques biologiques majeures pour l'évaluation des grands changements de la communauté biologique. La communauté peut comprendre la macroflore (mousse de mer et macrophytes) et des formes comme les moules et les balanes qui sont sessiles et ne peuvent éviter le panache. On peut inclure d'autres caractéristiques : autres invertébrés, végétation, oiseaux de rivage et autres prédateurs terrestres.

Le relevé cartographique de la macroflore et de la faune se fera en accord avec le système de classification mentionné à la section 2. De plus, la composition en espèces de ces zones doit aussi être déterminée. Les bancs de moules, les laisses de vase et les caractéristiques générales du substrat mentionnés à la section 2 sont d'autres éléments qu'on pourrait relever pour la cartographie.

Les caractéristiques biologiques doivent aussi être évaluées quantitativement par quadrat ou selon d'autres techniques appropriées. On doit évaluer les formes sessiles dans les zones rocheuses et les formes fouisseuses dans les substrats meubles. L'analyse de la communauté épibenthique avec un échantillonneur à succion peut être appropriée, particulièrement lorsque de jeunes salmonidés fréquentent cette zone comme importante ressource alimentaire. L'analyse de ces données serait faite de la même façon que pour les autres données benthiques.

Le produit final de l'étude dans cet habitat devrait être une carte dessinant la distribution des types biotiques majeurs à travers les zones intertidales. Des études comparatives doivent être faites au même moment de l'année, préférentiellement en été. Des photographies couleurs devraient être prises pour illustrer davantage la zonation et l'abondance relative des espèces.

9. ÉVALUATION DE L'ALTÉRATION

9.1 Prise et préparation des échantillons

La méthode de l'essai d'exposition des organismes à l'effluent dépend de l'espèce de poisson et des objectifs de l'étude. Il y a fondamentalement trois méthodes d'exposition :

- la prise d'organismes indigènes dans les eaux réceptrices;
- l'exposition en cage où les cages contenant les organismes étudiés (aussi bien ceux provenant d'un milieu de culture que ceux originaires d'un site de référence ou de contrôle) sont placées dans les eaux réceptrices en amont et en aval du point de déversement de l'effluent;
- l'exposition à terre où les organismes sont placés dans des réservoirs d'exposition comportant des cages et sont alimentés avec un échantillon des eaux réceptrices affectées par l'effluent.

Le choix des organismes pour les études d'altération est fondé sur plusieurs critères (NCASI, 1987) :

- l'organisme doit être important pour la pêche commerciale ou sportive ou sur le plan culturel (ex.; pêches autochtones);
- l'espèce à laquelle appartient l'organisme ou au moins des espèces du même genre doivent être présentes dans les eaux réceptrices;
- l'organisme doit être suffisamment grand pour pouvoir fournir les portions nécessaires à l'analyse;
- les organismes doivent être accessibles durant la période d'exposition.

Les organismes exposés en cage *in situ* ou à terre devraient être acclimatés dans un système à courant continu avant leur exposition. L'ASTM (1968) recommande une période d'acclimatation de 10 jours pour les poissons tandis que NCASI (1987) suggère qu'une période de 12 à 48 heures est suffisante. La mise en pratique de l'essai décidera quelle est la période d'acclimatation la plus appropriée. Il faut que les poissons soient en bonne santé (belle couleur, bon équilibre, nage et comportement en groupe normaux) avant l'exposition et à la fin de celle-ci.

NCASI (1987), estime qu'une exposition de 48 heures serait suffisante au poisson pour s'altérer alors qu'ASTM (1989) stipule que 10 jours seraient nécessaires. L'information que l'on possède sur l'altération du poisson au Canada montre qu'une période d'exposition de 48 heures suffit pour altérer la saveur, du fait que les composés altérants sont d'abord accumulés avant d'être rapidement éliminés.

Les poissons (ou les autres organismes) retirés du système d'exposition devraient être préparés selon les pratiques habituelles (ex.; découpés en filets, vidés, éviscérés et dépouillés de leur peau). Les tissus devraient être enveloppés dans du papier d'aluminium, placés dans des sacs étiquetés, réfrigérés (4 °C) et protégés contre tout contact avec l'eau ou la glace. Si le jury d'évaluateurs de la saveur ne peut être réuni immédiatement, les échantillons peuvent être congelés jusqu'à un mois. Ils doivent ensuite être préparés (habituellement cuits) sans assaisonnements et protégés contre l'absorption d'odeurs ou de saveurs étrangères (NCASI, 1987).

9.2 Test avec jurys

L'altération est généralement fondée sur la saveur ou l'odeur. Il existe plusieurs méthodes qui peuvent servir à évaluer le degré d'altération d'organismes exposés à des effluents (NCASI, 1987). Toutes font appel à des jurys d'évaluateurs individuels dont la variété peut s'étendre de personnes spécialement formées pour apprécier la saveur d'un produit jusqu'à de simples consommateurs moins expérimentés. Les différentes méthodes de gustation par différents jurys ou personnes donneront généralement des résultats eux aussi différents. L'objectif fondamental est de déterminer si le poisson des eaux réceptrices sera considéré comme étant altéré par les consommateurs (test d'acceptation); cependant, le test ne peut être suffisamment discriminant que pour identifier un changement de saveur et l'absence de changement.

9.2.1 Composition et sélection du jury

La composition du jury variera selon le type d'évaluation à faire. Il peut être constitué d'individus soigneusement sélectionnés et solidement formés pour déceler toute altération ou bien d'individus choisis au hasard parmi le personnel disponible (ex.; les résidants de l'endroit). NCASI (1987) propose que le jury soit composé d'individus non formés, qui soient représentatifs des consommateurs de poisson. Le nombre de membres recommandé va de 10 (ASTM, 1989) à 30 (ASTM, 1968). Il doit y avoir suffisamment de membres pour que l'analyse des données ne soit pas affectée par l'abandon inopiné de certains d'entre eux.

L'évaluation de l'altération par un jury doit être effectuée selon les méthodes décrites par ASTM (1968), NCASI (1987) et ASTM 3696-78 (1989).

9.2.2 Test de comparaison par paires

Les membres du jury reçoivent deux échantillons et on leur demande de déterminer lequel ils préfèrent. Le résultat obtenu détermine la différence relative de préférence pour un échantillon et non le degré de la préférence. Il n'y a pas de classement dans ce test. Les résultats sont analysés au moyen de tables de test binomial exact ou d'un test t pour les proportions quand le nombre de jugements est élevé (ASTM, 1968). Ces tests supposent que tous les jugements sont indépendants, ce qui n'est pas nécessairement le cas si chaque membre juge plus d'une paire d'échantillons.

9.2.3 Test en triangle

Dans le test en triangle, les membres du jury reçoivent trois échantillons et doivent choisir celui des échantillons qui est différent des deux autres. Cette évaluation nécessite six échantillons pour chaque évaluation : d'une part, deux échantillons témoins et un échantillon contaminé et, d'autre part, deux échantillons contaminés et un échantillon témoin. Des recherches récentes montrent que le test est plus sensible si l'échantillon isolé est toujours l'échantillon traité et non l'échantillon témoin. Il n'y a pas de classement dans ce test; les résultats sont analysés en comparant le nombre de réponses correctes au nombre qui résulterait théoriquement du hasard seul et en calculant la probabilité de l'occurrence du nombre obtenu dans le test. Cette méthode d'évaluation nécessite un grand nombre d'échantillons dans les cas où de nombreuses dilutions ou de nombreuses stations doivent être analysées. Les résultats sont analysés au moyen de tables de test binomial exact ou d'un test t pour les proportions quand le nombre de jugements est élevé (ASTM, 1968). Ces tests supposent que tous les jugements sont indépendants, ce qui n'est pas nécessairement le cas si chaque membre juge plus d'une série d'échantillons. C'est la méthode la plus sensible pour évaluer l'altération.

9.2.4 Méthodes utilisant des échelles hédoniques

Dans une première méthode hédonique, l'intensité de la saveur ou de l'odeur d'un organisme est comparée à celle d'un organisme témoin connu, selon une échelle graduée de 0 à 4. Un échantillon possédant une saveur ou odeur semblables ou meilleures que l'échantillon témoin reçoit la note 0 et les échantillons altérés sont notés par les membres du jury par des nombres allant de 1 à 4 qui représentent l'importance de l'altération (ASTM, 1989). Chaque membre peut noter en une seule fois jusqu'à quatre échantillons inconnus plus un témoin. Parmi les échantillons inconnus, il y a un échantillon témoin caché.

Dans une seconde méthode hédonique, le degré d'altération est noté, mais les notes ne sont pas comparées à un témoin connu. Ce test fait appel à une échelle hédonique plus étendue sur laquelle sont basées les notes. Les membres du jury n'ont pas besoin d'avoir une formation spéciale; ils doivent noter les échantillons selon leur goût, de «aime beaucoup» à «n'aime pas du tout», en passant par neuf niveaux intermédiaires notés de un à neuf.

Les résultats des deux méthodes hédoniques doivent être analysés à l'aide d'une analyse non paramétrique de la variance, comme le test de Friedman modifié par Wilcoxon (ASTM, 1968). Les tests hédoniques mesurent l'acceptation de l'échantillon par le consommateur.

10. ESSAIS DE COMPORTEMENT

Le comportement des organismes a été historiquement quantifié dans des conditions de laboratoire et dans des conditions naturelles pour déterminer les réactions aux influences anthropogéniques. La proximité d'importantes ressources halieutiques a toujours été une grande priorité environnementale et économique pour les communautés et pour l'industrie. Le poisson a été, par conséquent, un organisme utilisé de façon prédominante dans les essais de comportement à cause de l'importance accordée aux ressources halieutiques et de la préoccupation de ne pas altérer des passages migratoires ou de ne pas réduire des zones d'habitat naturel.

Les méthodes d'évaluation du comportement d'évitement en laboratoire et en cours d'eau sont généralement des variantes d'un appareil à chambre double contenant de l'eau propre dans un compartiment et l'effluent dilué dans l'autre. Le temps qu'un organisme ou un groupe d'organismes (habituellement des poissons) passe ou non dans la chambre contenant l'effluent fournit une mesure de la préférence ou de l'évitement que l'organisme manifeste pour l'effluent à cette concentration de l'effluent. L'évaluation faite est rapportée à une condition de contrôle pour établir une signification statistique.

Des méthodes appropriées pour cette sorte d'essais devraient être élaborées à partir des conditions spécifiques au site comme l'espèce concernée, l'âge de vulnérabilité des espèces indigènes et les conditions du milieu récepteur auxquelles les espèces sont vraisemblablement exposées (c.-à.-d. les concentrations de l'effluent et la durée d'exposition). Des revues d'essais de comportement ont été faites par Westlake (1984) et Rand (1985).

On peut aussi fixer un émetteur sur des poissons et suivre leurs déplacements naturels relativement à l'emplacement et à la concentration du panache de l'effluent, bien que les méthodes normalisées pour cette approche soient moins élaborées.

Les procédures statistiques appliquées dans les essais de laboratoire visant les eaux réceptrices seraient similaires à celles décrites pour les essais visant les effluents. Les essais visant les eaux réceptrices comparent les réactions des organismes de l'essai à une concentration unique de l'échantillon et celles d'organismes exposés à une solution de référence (c.-à.-d. sans série de dilutions). Quand il y a plusieurs zones d'exposition, une procédure statistique comme le test de Dunnett peut être appliquée pour faire des comparaisons entre les zones en utilisant la moyenne des données de l'échantillon (c.-à.-d. la moyenne des échantillons replicats en laboratoire), chacune des zones étant comparée à une zone de référence. D'autres essais sont appropriés (ex.; le test Kruskal-Wallis) quand toutes les paires possibles de zones doivent être comparées. S'il y a seulement une zone d'exposition et une zone de référence, un test t ou un test U de Mann-Whitney peut être utilisé. L'importance des effets sublétaux devrait être confirmée par l'échantillonnage sur le terrain.

L'acclimatation de générations précédentes, d'oeufs ou d'alevins à la qualité du "bruit de fond de l'eau est recommandée lorsqu'on procède à des essais avec l'eau du plan récepteur. La santé de certains organismes peut être altérée simplement par un passage subit à des conditions différentes de culture (ex.; dureté ou pH différents) et ceci peut fausser les résultats des essais.

11. ESSAIS DE TOXICITÉ SUBLÉTALE

Les essais de toxicité de l'effluent nécessitent l'exposition d'organismes à une série de dilutions de l'effluent. Les concentrations choisies peuvent influencer la mesure terminale (ex. ; CL_{50} , CI_{25}) ainsi que l'incertitude liée à cette mesure terminale. La méthode statistique utilisée pour l'analyse des données peut aussi influencer les résultats obtenus lors de l'essai. Par exemple, il existe plusieurs méthodes pour déterminer la CL_{50} . Quand le protocole d'essai permet de choisir des analyses pour estimer une mesure terminale en particulier, des directives devraient être adoptées et suivies pour la sélection d'une méthode donnée.

Des témoins négatifs (ex. ; l'eau de dilution) constituent des standards pour chaque essai de toxicité. Ces témoins donnent la ligne de base par rapport à laquelle on mesure la réaction des organismes exposés à l'échantillon. Les essais comportant une série géométrique de dilutions de l'échantillon devraient révéler une relation concentration réponse si l'échantillon est toxique; cependant, certains effluents peuvent donner une relation non linéaire.

Les essais effectués à l'aide de toxiques de référence représentent des vérifications de type positif (tableau 11.1) et doivent être utilisés pour évaluer la précision normalement associée à un type d'essai donné (Environnement Canada, 1990a). Le tableau 11.1 fournit des directives sur les paramètres d'AQ/CQ pour les tests de toxicité.

Les procédures opérationnelles standardisées (POS) devraient être documentées pour tous les aspects des activités de laboratoire. Ces POS doivent décrire en détail les méthodes d'essai. De plus, les méthodes d'étalonnage et d'entretien de l'équipement ainsi que tous les aspects relatifs aux soins des animaux et aux cultures devraient aussi être documentés. Les POS devraient indiquer toute modification d'une méthode normalisée publiée. Des POS devraient également être disponibles pour la manipulation, le traitement et le stockage des échantillons et des réactifs ainsi que pour le traitement et la certification des données.

La Canadian Association for Environmental Analytical Laboratories (CAEAL) Inc. met en place un programme d'accréditation pour les épreuves biologiques.

Le tableau 11.2 présente les méthodes préférées et les exigences relatives à la présentation des rapports pour les essais avec les effluents et les eaux réceptrices. On y fait référence à des documents de méthodes détaillées pour les tests de développement des poissons, de reproduction des invertébrés, de toxicité des plantes et de génotoxicité ; on ne présente donc ici qu'une brève description des essais. Des méthodes d'essais pour la létalité *in situ* devraient être développées en considérant les conditions spécifiques par site et devraient fournir des directives en plus de celles issues des méthodes de référence.

Tableau 11.1 : Paramètres AQ/CQ recommandés pour les essais de toxicité

Paramètres	Exigences particulières	Fréquence
Analyse de l'eau de dilution	détection des métaux et des principaux ions dureté, ammoniac, chlore résiduel total, cuivre, zinc, pH, conductivité	trimestrielle mensuelle
Dossiers sur les conditions de culture, de conservation et d'acclimatation des organismes expérimentaux	photopériode température, pH, oxygène dissous dans tous les réservoirs ammoniac dans les aquariums	hebdomadaire trois fois par semaine hebdomadaire
Taxonomie des espèces expérimentales : algues et invertébrés	confirmation de l'identification de l'espèce par une personne compétente ne dépendant pas du laboratoire d'essai	deux fois par année
Tests au moyen de toxiques de référence	tous les essais de toxicité de l'eau et des sédiments doivent être conformes aux méthodes d'essai d'Environnement Canada ou d'Environnement Canada (1990a)	mensuelle durant la période où l'essai est effectué au laboratoire

11.1 Tests de développement des poissons aux premiers stades de la vie

Les méthodes expérimentales recommandées tant pour les organismes marins que pour le méné tête-de-boule supposent l'exposition d'oeufs fécondés à une série géométrique de dilutions de l'effluent. Pour les essais de toxicité aux premiers stades de développement des poissons exposés à des effluents se déversant dans la mer ou dans des estuaires, il faudrait tester les espèces *Cyprinodon variegatus* ou *Menidia beryllina*. Lorsque les effluents sont déversés en eau douce, il faut soumettre aux essais le méné tête-de-boule ou la truite arc-en-ciel.

Les solutions des essais sont renouvelées chaque jour avec le même échantillon et la mortalité est notée à ce moment-là. Les organismes sont nourris durant l'essai. Après sept jours d'exposition, les organismes survivants sont tués, séchés et pesés. La survie et la croissance des organismes exposés à chaque concentration devraient être comparées à celles d'organismes témoins (exposés à de l'eau de dilution ne contenant pas d'effluent) en utilisant deux démarches statistiques différentes. Pour celles-ci, on recommande la vérification des hypothèses et l'interpolation linéaire.

Tableau 11.2 : Méthodes préférées pour les essais sur les effluents et les eaux réceptrices

Description de l'essai	Codes de milieu	Espèces utilisées	Méthode(s) acceptable(s)
Développement des poissons aux premiers stades de la vie	M	<i>Cyprinodon variegatus</i> ou <i>Menidia beryllina</i>	U.S. EPA 1991b
	D	Méné tête-de-boule ou truite arc-en-ciel	Environnement Canada 1992c Environnement Canada 1992d
Reproduction des invertébrés	M	Échinides (oursins de mer ou oursins plats)	Environnement Canada 1992e
	D	<i>Ceriodaphnia dubia</i>	Environnement Canada 1992f
Toxicité pour les plantes	M	<i>Champia parvula</i>	U.S. EPA 1991b
	D	<i>Selenastrum capricornutum</i> ou <i>Lemna minor</i>	Environnement Canada 1992g, ou APHA 1992
Génotoxicité	M et D	<i>Salmonella typhimurium</i>	Ames et al. 1975
		ou	ou
		<i>Escherichia coli</i>	Environmental Biodetection Products Inc. 1992
		ou	ou
		<i>Photobacterium phosphoreum</i>	Microbics Corp. 1991
Létalité <i>in situ</i>	M et D	Toute espèce indigène ou espèce cultivée pertinente aux eaux réceptrices	Choisir la méthodologie appropriée selon les conditions spécifiques au site et les principes présentés dans la méthode de référence (Environnement Canada, 1990b)

Codes de milieu

M - milieux marins ou estuariens D - milieux d'eau douce

La vérification des hypothèses (U.S. EPA, 1989) nécessite l'évaluation des données de croissance des organismes exposés à des concentrations qui n'ont pas entraîné de diminution significative du taux de survie. Habituellement, les données sont évaluées pour la normalité (test de Shapiro-Wilks ou test Chi-carré) et pour l'homogénéité de la variance (test de Bartlett). Si les données sont normalement distribuées à l'intérieur de chaque traitement et si la variance de chaque traitement n'est pas significativement différente de celle du groupe témoin, on effectue une analyse de la variance (ANVA) suivie par la méthode de Dunnett (Dunnett, 1955) pour caractériser les traitements qui sont statistiquement différents ($p < 0.05$) du traitement témoin. En cas de non-normalité ou de variances non homogènes, le test "*Many One Rank*" de Steel (Steel, 1959) peut être utilisé après l'ANVA. Dans les deux cas, il faut déterminer la CSEO (concentration maximale sans effet observé) et la CMEO (concentration minimale avec effet observé) pour la croissance larvaire. La CSEO et la CMEO sont alors utilisées pour évaluer la concentration seuil produisant un effet (CSE), laquelle est la moyenne géométrique des deux. La CSE représente la concentration de l'effluent au-dessus de laquelle on peut prévoir un effet sur la survie du poisson ou sur sa croissance.

La technique de la vérification des hypothèses est sensible à la variabilité des données à l'intérieur de chaque groupe témoin ou d'analyse. Par conséquent, dans les essais où la variabilité est très faible, une très petite différence entre les groupes (ex.; 15 % d'inhibition ou moins) peut être décelée avec un degré de confiance de 95 %. La CMEO se situe le plus souvent dans une plage de 15 % à 25 % d'inhibition.

Les tests non paramétriques, comme le test "*Many One Rank*" de Steel, perdent un peu de puissance statistique et ne sont peut-être pas nécessaires dans certains cas vu que le test de Dunnett tolère assez bien la variance hétérogène et l'écart par rapport à la normalité. Les analystes qui hésitent quant au choix de la méthode appropriée pour un ensemble particulier de données devraient demander conseil à un statisticien. Les méthodes d'essai d'Environnement Canada (Environnement Canada, 1992c, 1992d, 1992e, 1992f, 1992g, 1992h) donnent des indications supplémentaires pour la détermination de la mesure terminale.

La seconde méthode statistique recommandée fait appel à une technique d'interpolation linéaire (U.S. EPA 1989), qui donne la concentration inhibitrice pour un pourcentage donné (CI_p). Il s'agit d'une méthode de lissage, monotonique et non paramétrique, donnant une estimation ponctuelle avec un intervalle de confiance basé sur une valeur d'inhibition donnée (ex.; CI₂₅ donne une estimation de la concentration causant 25 % d'inhibition).

La vérification des hypothèses est effectuée pour le contrôle des résultats obtenus par interpolation linéaire; les essais qui donnent une valeur CSEO très différente de la CI₂₅ doivent être réévalués pour s'assurer que l'essai a été effectué correctement et qu'il satisfait à tous les critères d'acceptabilité décrits dans la méthode d'essai.

11.2 Tests de reproduction des invertébrés

La méthode recommandée pour les essais relatifs aux effluents sublétaux d'usines rejetant en eau douce consiste à exposer 10 très jeunes puces d'eau (*Ceriodaphnia dubia* âgées de moins de 24 heures) à chaque concentration d'une série géométrique de dilutions de l'effluent, comme celle décrite précédemment pour les poissons. Les organismes arrivent à maturité en l'espace de trois jours et commencent à produire de nouveaux individus. Une fois que la majorité des organismes témoins se sont reproduits au moins trois fois ou plus (il faut habituellement environ sept jours), l'essai est terminé. La survie et la production de nouveaux individus en présence de diverses concentrations de toxiques sont comparées statistiquement aux résultats obtenus avec les organismes témoins en utilisant les mêmes

méthodes que celles décrites précédemment dans le cas des larves de poissons (ex.; vérification des hypothèses et interpolation linéaire) pour l'estimation des grandeurs suivantes: CSEO, CMEO, CSE, CI₂₅ et CI₅₀.

Dans l'essai relatif aux échinides, conseillé pour les sites marins et estuariens, on expose du sperme pendant 10 minutes à chaque concentration d'une série géométrique de dilutions de l'effluent; il y a ensuite une incubation du sperme et des oeufs également durant 10 minutes. Le nombre d'oeufs fécondés avec succès est comparé à celui d'oeufs témoins et analysé statistiquement selon les méthodes décrites précédemment.

11.3 Tests de toxicité pour les plantes

Les essais concernant la toxicité pour les plantes sont effectués grâce à des méthodes d'exposition et d'analyse semblables à celles décrites précédemment pour les poissons et les invertébrés. Le mesure terminale des essais avec les algues est basée sur la croissance (*Selenastrum*) ou la production de cystocarpe (*Champia*), tandis que les mesures terminales de l'essai avec les macrophytes (*Lemna minor*) sont basées sur la production de frondes et la teneur en chlorophylle.

11.4 Tests de génotoxicité

Les essais de génotoxicité conseillés mesurent l'incidence de réactions de mutation spécifiques chez des bactéries exposées à l'effluent par rapport à des organismes témoins. Même si la génotoxicité de l'effluent est révélée par une augmentation de l'incidence statistique des tumeurs chez les poissons indigènes exposés à l'effluent, comparativement à une population témoin, une réaction génotoxique positive lors des essais avec l'effluent montre seulement que l'effluent peut éventuellement entraîner des effets mutagènes dans un milieu récepteur; il ne s'agit pas d'une confirmation associant la présence de certains composés à l'apparition de carcinomes chez les organismes supérieurs.

11.5 Échantillonnage des eaux réceptrices pour des tests de toxicité sublétales

L'échantillon d'eau doit être prélevé au cours de la période où on s'attend à ce que la dilution soit la plus faible. Trois échantillons d'eau du plan récepteur devraient être prélevés dans chaque habitat. Les essais d'exposition à une concentration unique sont recommandés avec chaque échantillon (tableau 11.3). Les résultats des essais obtenus à partir des trois échantillons prélevés à chacune des stations situées dans le plan d'eau récepteur devraient être comparés aux résultats obtenus à partir de tests faits avec trois échantillons d'eau prélevés à la station de référence.

11.6 Tests de toxicité des sédiments

Les sédiments qui servent à l'évaluation de la toxicité devraient être analysés pour déterminer la concentration des contaminants et devraient être prélevés en même temps que l'échantillonnage du benthos. Les sédiments de référence devraient avoir des caractéristiques (COT et granulométrie) semblables à celles des sédiments des zones d'étude. Toutes les données produites par les tests de toxicité des sédiments devraient comprendre des mesures du pH, du COT et de la granulométrie afin qu'on puisse vérifier la similitude des sédiments de référence et des zones d'étude.

Il est recommandé que des tests de létalité aiguë soient faits avec des sédiments provenant de secteurs de dépôt situés dans les zones proches et éloignées de la ZPR; on utilise à cette fin un amphipode marin ou d'eau douce (tableau 11.4).

Tableau 11.3 : Démarche proposée pour la comparaison des zones au moyen d'essais de toxicité des eaux réceptrices et des sédiments

Essai pour le milieu récepteur	Réaction	Nombre de doubles en laboratoire
<u>Eaux réceptrices</u>		
Croissance du poisson à l'état larvaire	poids	4
Reproduction de <i>Ceriodaphnia dubia</i>	nombre de jeunes par femelle	10
Fécondation des échinides	% de fécondation	3
<u>Sédiments</u>		
Survie des amphipodes :		
■ Mâles	% de mortalité	5
■ Femelles	% de mortalité	4
Chironomidés :		
■ Survie	% de mortalité	3
■ Croissance	poids	3
Polychètes :		
■ Survie	% de mortalité	5
■ Croissance	poids	5

Le tableau 11.3 donne des indications sur l'analyse statistique des données. La survie des amphipodes indiquera si l'abondance et la diversité du benthos sont modifiées par la toxicité des sédiments ou l'enrichissement en matières organiques et l'épuisement de l'oxygène.

Les sédiments d'eau douce peuvent être testés avec la larve de *Chironomus tentans* pour déterminer si les sédiments contiennent des substances chimiques qui nuisent à la croissance (ASTM, 1991).

Les sédiments marins peuvent être testés sur le polychète *Neanthes arenaceodonta* pour déterminer s'ils nuisent à la croissance (Johns et al., 1990).

Comme réponse, la croissance de sujets mis en présence de sédiments exposés aux effluents devrait être comparée à celle qui est déterminée avec des sédiments de référence qui ont les mêmes caractéristiques physiques (voir tableau 8.3 et Environnement Canada (1991) pour des indications sur les méthodes statistiques).

11.7 Tests de létalité *in situ* pour les poissons

Il est conseillé de choisir au moins deux aires voisines du rejet, de procéder à au moins trois expositions répétées dans chaque aire et de choisir au moins trois aires de référence sans exposition pour fins de comparaison avec les aires exposées à l'effluent. L'aire voisine du rejet doit être aussi proche que possible du point de déversement, mais à l'extérieur de la zone primaire de rejet. Les aires d'étude doivent être choisies de façon à être exposées au maximum à l'effluent, en se fondant sur les prévisions relatives à la dispersion de l'effluent. Il faut considérer la profondeur des cages aux sites choisis, car il est possible que le panache de pollution n'atteigne pas immédiatement la surface ou jamais dans certains cas. L'emplacement conseillé pour les cages est celui correspondant à la concentration maximale d'effluent présent dans une section transversale du panache d'après les mesures chimiques effectuées lors de la sélection du site. L'exposition à l'effluent doit être confirmée par des analyses de la conductivité, du sodium, de la couleur et par d'autres analyses chimiques.

Le poisson exposé devrait être une espèce pertinente au milieu spécifique du site; il peut être indigène ou provenir d'un stock de culture. Les méthodes recommandées comprennent une exposition de 4 jours et un respect des principes d'acclimatation, de manipulation et de surveillance des conditions d'exposition, lesquels ont été décrits par Environnement Canada (1990b). Les expositions peuvent être réalisées au moyen de systèmes de cages ou de systèmes terrestres d'exposition continue qui puisent les eaux réceptrices de la zone sélectionnée.

Une partie de l'essai est conçue pour permettre de déterminer la durée maximale de l'exposition, les intervalles d'échantillonnage, s'il y en a, et le nombre d'analyses à effectuer en double dans chaque intervalle d'échantillonnage.

Plusieurs modèles de cages ont été mis au point pour retenir le poisson; les cages pour les invertébrés (palourdes, sangsues, écrevisses) sont identiques. Des dispositifs d'exposition à l'eau du milieu récepteur dans des cages *in situ* et à terre sont suggérés dans les ouvrages de Parker et Doe (1981), McLeay et al., (1983), Ching et Munday (1984), Derksen et al., (1984), Wilde et Poscott (1984), Ernst et al., (1989) et Parker (1990).

Les cages d'exposition doivent être conçues de façon à pouvoir maintenir le poisson en vie pendant toute la durée de l'exposition et à assurer une ventilation suffisante qui reflète les conditions environnementales. Les cages doivent être adaptées aux caractéristiques

Tableau 11.4 : Méthodes recommandées pour les essais de sédiments

Description de l'essai	Codes de milieu	Espèces utilisées	Méthode(s) acceptable(s)	Données recommandées
Létalité <i>in situ</i> pour les poissons	M,D	Toute espèce indigène ou espèce cultivée pertinente au milieu récepteur	La méthode appropriée sera choisie en fonction des conditions locales et des principes énoncés par Environnement Canada (1990a)	
Survie des amphipodes	M	<i>Rhepoxynius abronius</i> , <i>Foxiphalus xiximeus</i> , <i>Eohaustorius estuarius</i> , <i>Eohaustorius washingtonianus</i> <i>Leptocheirus pinguis</i> , <i>Corophium volutator</i> <i>Amphiporeia virginiana</i>	Environnement Canada 1992h	a, b
	D	<i>Hyalella azteca</i>	ASTM 1991	a, b
Survie et croissance des invertébrés (essai de sédiments)	M	<i>Neanthes arenaceodentata</i>	Johns et al., 1990	a, b
	D	<i>Chironomus tentans</i>	ASTM, 1991	a, b

Codes de milieu

M - milieux marins ou estuariens

D - milieux d'eau douce

Données recommandées

- a - Méthodes d'échantillonnage; matériel utilisé; date de prélèvement de l'échantillon; date de mise en route de l'essai; mortalité dans chaque contenant, en nombre total d'organismes morts et en % du nombre total exposé; nombre de poissons exposés dans chaque contenant; caractéristiques du contenant; description de la méthode; organismes étudiés; leur provenance; durée et conditions d'acclimatation; méthode statistique utilisée pour l'analyse des résultats; emplacement du contenant dans le milieu récepteur.
- b - Réaction létale et (ou) sublétales moyenne des organismes exposés à chaque échantillon replicat sur le terrain et en laboratoire pour chaque station d'échantillonnage.
pH, oxygène dans la phase aqueuse; granulométrie des sédiments, carbone organique total, sulfures volatils acides.
Résultat de l'essai le plus récent au moyen d'un toxique de référence avec date de l'essai; limites passées de mise en garde et de confiance à 95 % (voir tableau 11.1).
Description technique des appareils d'expérimentation; description de la méthode; provenance des organismes d'essai, conditions d'acclimatation et de conservation; méthodes statistiques utilisées; mesure terminale.

particulières du milieu récepteur (ex. ; rivières à courant rapide, zones de marée, exposition en surface ou sous l'eau). On pourra évaluer l'authenticité de l'exposition en comparant les mesures de l'oxygène dissous, de la conductivité, du sodium et du pH obtenues à l'intérieur et à l'extérieur du dispositif. Les matériaux employés (métal, plastique, filets synthétiques) doivent être choisis de façon à ne pas fausser les mesures des contaminants recherchés et les cages doivent être ventilées au moyen de treillis dont les mailles retiendront l'organisme sans gêner la circulation de l'eau. Il faut nettoyer régulièrement le treillis pour assurer le maximum de ventilation. Les cages doivent être équipées de tubes permettant d'échantillonner l'eau à l'intérieur de l'enceinte pour l'analyse chimique des paramètres d'exposition pendant l'immersion. Il faut suivre des procédures adéquates pour retirer les cages, effectuer les mesures et replacer les cages à leur position d'origine; on conseille en outre de prendre les précautions voulues pour les protéger contre le vandalisme.

12. TRACEURS CHIMIQUES ET BIOCHIMIQUES

Le but de l'utilisation d'un traceur est la vérification de l'exposition d'organismes à des effluents dans les zones proches et éloignées de la ZPR, ainsi que l'absence d'exposition dans les zones de référence. Le choix d'un traceur chimique ou biochimique candidat dépendra des conditions spécifiques au site et de plusieurs facteurs :

- le type de recensement effectué;
- l'espèce d'intérêt;
- le type de milieu récepteur (ex.; mer, eau douce, cours d'eau, côtes);
- les caractéristiques de l'effluent (ex.; procédé de l'usine et système de traitement);
- la présence de contraintes physiques ou biologiques aux déplacements;
- la présence d'autres effluents dans le milieu récepteur.

Bien que le choix d'un traceur particulier puisse varier d'un emplacement à l'autre, des caractéristiques générales s'appliquent. Les traceurs devraient :

- ne pas se décomposer rapidement dans un environnement ou être dépurés dans les biotes;
- être détectables dans l'effluent de l'usine en concentration telle qu'il est possible de prévoir des niveaux détectables dans les milieux récepteurs, en vue de mesures dans la colonne d'eau;
- être détectables dans l'effluent de l'usine ou, autrement, dans des sédiments dont on sait qu'ils ont été antérieurement contaminés par les effluents de l'usine, en vue de mesures dans les tissus de poisson ou la bile;
- être caractéristiques de l'effluent si le rejet se fait dans un environnement qui reçoit des rejets multiples.

12.1 Traceurs pour les recensements de poissons adultes

Dans les réseaux hydrographiques simples, là où les biotes sont relativement confinés sous des contraintes physiques ou biologiques (ex.; barrages, comportement sessile), un traceur chimique échantillonné dans la colonne d'eau aux stations d'échantillonnage, avec des échantillons correspondants d'effluents, serait probablement suffisant. Toutefois, la plupart des milieux récepteurs sont beaucoup plus complexes et il faut appliquer une approche différente. Beaucoup d'espèces de poissons sont très mobiles et peuvent se déplacer entre les stations exposées et les stations de référence au cours d'une année. Par conséquent, des indicateurs d'organismes individuels pourraient être nécessaires pour prévoir l'exposition des sujets pris individuellement.

La partie du poisson qui est prélevée en vue du dosage d'un traceur chimique dépend du procédé industriel de l'usine et du degré de traitement de l'effluent. Par exemple, dans le cas des fabriques de pâtes et papiers (blanchiment au chlore ou non) qui pratiquent un traitement primaire, l'option préférée est la mesure de la concentration du traceur chimique dans les tissus (ex.; muscle, foie, hépatopancréas) car elle est représentative d'une exposition à long terme. Dans le cas des fabriques qui pratiquent un traitement secondaire, il peut être nécessaire de déterminer la concentration d'un traceur dans la bile car la concentration dans les tissus comestibles peut se trouver sous la limite de détection.

Dans le cas de certains procédés industriels, il se peut qu'aucun produit contenu dans l'effluent de l'usine ne s'accumule dans les tissus du poisson jusqu'à des concentrations détectables. Lorsque c'est le cas, il est seulement possible de déterminer la position relative du panache de l'effluent au moment de l'échantillonnage sur le terrain au moyen d'un traceur non dégradé mélangé dans la colonne d'eau.

12.2 Traceurs pour les recensements d'invertébrés benthiques

Étant donné le caractère comparativement sessile de ces invertébrés, il n'est pas nécessaire de procéder à une mesure des traceurs dans des organismes individuels afin de vérifier le niveau d'exposition. Les recommandations sont les suivantes : dans les secteurs de dépôt, les traceurs devraient être mesurés dans des échantillons de sédiments prélevés dans la zone d'échantillonnage; dans les zones soumises à l'érosion ou lorsque des substrats artificiels sont utilisés, les traceurs devraient être mesurés dans la colonne d'eau.

Comme pour le recensement des poissons adultes, il y aura sans doute des exceptions à cette règle à cause du type de procédé et du degré de traitement des effluents. Lorsque c'est le cas, il sera seulement possible de déterminer la position relative du panache d'effluent au moment de l'échantillonnage sur le terrain au moyen d'un traceur assez peu dégradable.

GLOSSAIRE

Aigu : période limitée, généralement quatre jours pour le poisson; ne représente pas une partie significative du cycle de vie. Un effet toxique aigu serait induit et observable au cours de cette période limitée.

Analyse de puissance : calcul statistique de la probabilité de rejeter l'hypothèse nulle (pas de différence) pour des grandeurs spécifiées de différence ou calcul de l'échantillonnage requis pour atteindre la probabilité de rejeter l'hypothèse nulle à une grandeur fixée de différence.

Assurance de la qualité (AQ) : système intégré d'activités internes et externes comprenant la planification de la qualité, le contrôle de la qualité, l'évaluation de la qualité, le rapport de la qualité et l'amélioration de la qualité, de sorte que les données soient conformes aux besoins des utilisateurs.

Biais toléré : ajustement apporté à la variance (ou à l'écart type) qui permet de tenir compte du biais dans une mesure; il faut avoir une estimation du biais.

Blanc : échantillon (souvent eau distillée) qui ne contient normalement pas de substance faisant l'objet d'une analyse, mais qui est néanmoins traité avec les échantillons contenant la substance étudiée au cours de toutes les étapes que comprennent les méthodes d'analyse.

Bonnes pratiques de laboratoire : directives générales ou dispositions réglementaires formelles pour la réalisation d'opérations de laboratoire de base ou d'activités dont on sait qu'elles accroissent la qualité et l'intégrité des résultats.

Bouée dérivante : dériveur passif qui se laisse entraîner par le courant et qui est visible à la surface de l'eau.

Clp : concentration inhibitrice exprimée en pourcentage; représente un point estimé de la concentration d'un produit expérimental causant la réduction, à un pourcentage déterminé, d'une mesure biologique qualitative telle que la croissance du poisson. Par exemple, une CL_{25} serait une concentration causant une réduction de 25 % dans la croissance d'un poisson à l'état larvaire, en comparaison à un organisme de contrôle.

CL50 : concentration létale médiane, c.-à-d. la concentration d'une substance dans l'eau qu'on estime létale pour 50 % des organismes utilisés pour les essais. La CL50 et sa limite de confiance à 95 % sont généralement dérivées par l'analyse statistique des mortalités à diverses concentrations expérimentales, après une période d'exposition donnée. La durée de l'exposition doit être spécifiée (ex.; CL 50 - 96h).

CMEO (concentration minimale avec effet observé) = LOEC («lowest observed effect concentration») : la plus faible concentration de substance expérimentale à laquelle les organismes sont exposés et qui cause des effets chez ces derniers, lesquels effets sont statistiquement différents de ceux observés chez les contrôles (voir CSEO). Par exemple, si la croissance constitue la mesure terminale la plus sensible, la CMEO peut être la plus faible concentration à laquelle la croissance du poisson diffère de façon significative de celle du poisson contrôle. La CMEO est généralement réservée aux effets sublétaux mais peut aussi être utilisée pour la mortalité, qui peut parfois constituer l'effet observé le plus sensible.

Comparaison spatiale : test statistique visant à déterminer s'il existe des différences entre des ensembles de données (zones) pour une variable particulière à un moment particulier.

Comparaison temporelle : test statistique visant à déterminer s'il existe une différence entre des ensembles de données (années) pour une variable précise dans une zone précise.

Contrôle de la qualité (CQ) : système global d'activités techniques internes dont l'objectif est de mesurer et de contrôler la qualité des données de façon à ce qu'elles soient conformes aux besoins des utilisateurs.

Contrôle de l'étalonnage : activité de contrôle de la qualité ayant pour objectif de démontrer que l'étalonnage d'une série analytique est sous contrôle statistique et qu'il n'a pas changé de façon significative entre les séries et ni au sein d'une série.

CSE (concentration seuil d'effet) = TEC («threshold effect concentration») : calculée comme la moyenne géométrique de la CSEO et de la CME0.

CSEO (concentration maximale sans effet observé) : (NOEC : «no-observed-effect concentration») : la plus haute concentration de substance expérimentale à laquelle les organismes sont exposés et qui ne cause chez ces derniers aucun effet statistiquement différent de ceux observés chez les contrôles (voir CME0) (ex. ; la variable d'une valeur observée, telle que la croissance, ne diffère pas de façon significative de celle d'un organisme de contrôle). La CSEO a généralement trait aux effets sublétaux et à l'effet le plus sensible, à moins qu'il ne soit spécifié autrement.

Courant résiduel : courant moyen vectoriel au cours d'un cycle de marée complet.

Courantomètres : instruments submergés qui servent à mesurer la direction et la vitesse du courant.

Domaine (d'étude) : sous-classe définie d'une population nécessitant des estimations distinctes de certains paramètres.

Échantillon de contrôle de la qualité : échantillon utilisé pour évaluer le rendement d'une méthode de mesure pour la précision et le biais.

Échantillon dopé avec substitut : échantillon préparé en y ajoutant une quantité connue d'une substance à analyser qui imite le comportement d'une substance-cible devant être analysée, mais qui n'est pas susceptible de se retrouver dans les échantillons environnementaux. La récupération du substitut est utilisée pour estimer la capacité de récupération des substances-cibles à analyser.

Échantillon dopé provenant de la matrice : échantillon préparé en y ajoutant une quantité connue d'une substance-cible devant être analysée à un sous-échantillon issu d'un échantillon réel, afin de déterminer l'effet de la matrice de l'échantillon sur la capacité de récupération de la substance devant faire l'objet d'une analyse.

Échantillon répliquat de laboratoire : un de deux sous-échantillons (ou plus) issus d'un même échantillon divisé en laboratoire avant l'étape de préparation et d'analyse de façon à pouvoir analyser la précision analytique.

Échantillon répliquat de terrain : un de deux échantillons (ou plus) prélevés séparément sur le terrain au même moment au même endroit et analysés séparément.

Enveloppe de dilution : ligne isométrique du facteur de dilution.

Exactitude/biais : mesure de concordance/non concordance entre une valeur estimée d'un paramètre et la vraie valeur du paramètre.

Finesse (des résultats d'étude) : ampleur de la différence qui peut être détectée entre les zones, avec une probabilité acceptable de fausse détection positive et de fausse non-détection.

Formol tamponné : agent de conservation dont le pH a été neutralisé à l'aide de bicarbonate de soude afin d'empêcher que des conformations à base de calcium, telles que les palourdes et les colimaçons, ne se dissolvent.

Hypothèse nulle : énoncé de non-différence, ex. ; entre une zone de référence et une zone d'étude ou entre deux moments, lequel est testé au moyen d'une méthode statistique (voir hypothèse contraire).

Hypothèse contraire : énoncé de différence entre des ensembles de données (zones ou moments); l'hypothèse alternative est acceptée lorsque l'hypothèse nulle est rejetée.

Indigènes : espèces originaires d'un habitat donné.

Installation ou emplacement : dans ce guide technique, il s'agit de zone, secteur ou usine soumis à un suivi environnemental (ex. ; une fabrique ou une mine).

Invertébrés épibenthiques : animaux qui vivent sur ou au-dessus des sédiments (c.-à-d. sur des macrophytes).

Létal : causant la mort par action directe. La mort du poisson est définie comme la cessation de tout signe de mouvement visible ou de toute autre activité.

Limite de détection de la méthode (LDM) : concentration minimale qui doit être observée pour justifier la détection d'une substance à analyser avec un risque précisé (généralement 5 % de 1 %) d'obtention d'une fausse détection.

Lot : nombre précis d'échantillons et d'échantillons de CQ provenant de la même matrice et traités simultanément pour y analyser les mêmes variables en utilisant la même méthode.

Macroinvertébrés benthiques : animaux sans colonne vertébrale qui vivent sur au fond d'une nappe d'eau (océan, lac, rivière, ruisseau).

Matière de référence standardisée (MRS) : échantillon préparé et provenant d'une matrice précise qui, lorsqu'analysé, est utilisé pour déterminer l'exactitude d'une analyse. Une matière de référence standardisée peut comporter des valeurs pour des substances à analyser particulières certifiées par l'utilisation d'une méthode techniquement valide, prouvée par un certificat ou tout autre document émis par les autorités compétentes.

Mer étale : état de la mer dans la période entre la marée montante et la marée descendante.

Mesure terminale : signifie la variable (c.-à-d. le temps, la réaction des organismes, etc.) obtenue à la fin d'un essai; signifie également la mesure d'une valeur dérivée qui caractérise les résultats d'un essai (CSEO, CL50, etc.).

Objectifs de qualité des données (OQD) : critères pré-définis relatifs à la qualité des données produites ou utilisées dans le cadre d'une étude particulière, de sorte que les données soient de qualité acceptable en fonction des objectifs du programme.

Plan de gestion de la qualité : document spécifique à un programme ou une institution décrivant les politiques de gestion, la structure organisationnelle, les responsabilités, les personnes responsables ainsi que les responsabilités reliées à l'AQ/CQ.

Plan d'assurance de la qualité : document spécifique à un projet ou un programme et explicitant sa structure de gestion, les problèmes à résoudre, les exigences relatives à la qualité des données ainsi que les méthodes d'AQ/CQ qui s'y rattachent.

Planctonique : suspendu dans la colonne d'eau d'un habitat aquatique et soumis aux courants et autres mouvements de l'eau.

Précision : degré de variation (normalement exprimé en termes de variance ou d'écart type) dans l'estimation de mesures individuelles d'un même paramètre; ces mesures sont faites sur des échantillons répliqués de laboratoire ou de terrain au moyen d'une méthode d'analyse spécifique. Le niveau de répétition détermine la précision de la mesure analytique ou de la mesure globale.

Procédures opérationnelles standardisées (POS) : document écrit qui explique en détail les méthodes d'analyse, de fonctionnement ou d'action, dont les techniques et procédures sont minutieusement prescrites et qui est accepté comme méthode pour réaliser certaines tâches routinières ou répétitives.

Risque pour l'environnement (erreur statistique de type II, β): probabilité d'accepter l'hypothèse nulle (de non-différence) alors qu'il existe en fait une différence de grandeur δ (probabilité d'un faux négatif).

Sensibilité : capacité d'une méthode ou d'un instrument à distinguer des réponses mesurées d'ampleur différente.

Série : nombre précis d'échantillons (incluant les échantillons de CQ) comprenant un ou plusieurs lots d'échantillons analysés séquentiellement dans un groupe examiné avec un appareil analytique.

Station : endroit défini, à l'intérieur des zones d'étude et de référence, où sont prélevés les échantillons répétés sur le terrain.

Subléthal : nocif pour un organisme, mais à un niveau inférieur à celui causant directement la mort au cours de la période d'essais.

Toxicité : potentiel inhérent ou capacité d'une substance à agir sur un groupe d'organismes choisis dans des conditions définies. Un essai de toxicité aquatique mesure généralement la proportion d'organismes affectés par l'exposition à des concentrations précises de substances chimiques, d'effluent, de substances éliminées par filtration ou d'eaux réceptrices.

Traceur : substance qui peut être utilisée pour indiquer la présence de l'effluent. Le traceur est généralement coloré et visible.

Type d'habitat principal : catégorie d'habitat au niveau de la classe ou au-dessus de celle-ci, largement représentée dans les zones d'exposition au rejet de la fabrique et susceptible d'influencer la réponse biologique étudiée (ex.; les caractéristiques d'un habitat qui sont importantes pour les benthos peuvent ne pas être pertinentes pour les poissons).

Unité d'échantillonnage : unité fondamentale de la population prise pour des observations ou mesures, ex.; un poisson, un échantillon instantané de sédiments ou une quantité définie d'effluent. Chaque unité d'échantillonnage produit une seule valeur pour chaque variable pertinente.

Variation analytique : variation groupée (normalement mesurée par la variance ou l'écart type) entre des échantillons répliqués de laboratoire (échantillons réparés) dans les répliqués de terrain.

Variation totale : variation, normalement exprimée en variance ou écart type, entre toutes les mesures d'une variable dans toutes les zones; ses éléments sont la variation entre zones, la variation entre échantillons et la variation analytique.

Variation de la méthode d'échantillonnage : variation entre les échantillons dans les stations sans la variation analytique; elle est habituellement exprimée comme une composante de la variance entre échantillons.

Zone d'échantillonnage : zone définie à des fins d'échantillonnage; ex.; la zone de référence ou une zone proche de la ZPR devrait être définie de manière à ce qu'elle soit relativement homogène.

Zone primaire de mélange (ZPR) : zone située près d'un émissaire à l'intérieur de laquelle la vitesse du rejet excède celle des eaux réceptrices et à domine ainsi le processus de dilution.

RÉFÉRENCES

- Alberta Environment. 1990a. Method AE 129.0 Regional Fatty Acids in Pulp Mill - Effluent and Receiving Waters.
- Alberta Environment. 1990b. Selected Methods for the Monitoring of Benthic Invertebrates in Alberta Rivers. Environmental Quality Monitoring Branch, Alberta Environment.
- Alberta Environment. 1991. Method AE 130.0 Chlorinated Phenotic Compounds in Bleached Kraft Mill Effluents and Receiving Water. Environmental Quality Monitoring Branch, Alberta Environment.
- Allredge, J.R. 1987. Sample size for monitoring of toxic chemical sites. Environ. Monit. Assess. 9: 143-154.
- American Soils Association. 1982. Methods of Soil Analysis Properties. 2nd ed. American Society of Agronomy Inc., Soil Science Society of America Inc. American Society of Agronomy and Academic Press, Madison Wisconsin.
- Ames, B.N., J. McCann and E. Yamaasaki. 1975. Methods for detecting carcinogens and mutagens with the salmonella/mammalian-microsome mutagenicity test. Mut. Res. 31: 347-364.
- APHA (American Public Health Association). 1985. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, Albany, NY.
- APHA. 1989. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 17th ed. American Public Health Association Washington, D.C.
- APHA. 1992. Standard Methods. *Lemna minor* Aquatic Test Method. 18th ed.. American Public Health Association Washington, D.C.
- ASTM (American Society for Testing and Materials). 1968. Manual on Sensory Testing Methods STP 434. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA. Committee E-18.
- ASTM. 1983. Standard Practice for Interlaboratory Quality Control Procedures and a Discussion on Reporting Low-Level Data. Annexes A1, A2. ASTM D 4210-83. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA.
- ASTM. 1985. Standards on Precision and Bias for Various Applications. 2nd ed. American Society for Testing and Materials, Philadelphia.
- ASTM. 1986. Manual on Presentation of Data and Control Chart Analysis. Committee E-11 on Statistical Methods. ASTM Special Technical Publication 15D. American Society for Testing and Materials, Philadelphia.
- ASTM. 1988. Draft Standard Practice for Generation of Environmental Data. Committee E-47 on Biological Effects and Environmental Fate. Subcommittee E47.05 on Quality Assurance. American Society for Testing and Materials, Philadelphia.

- ASTM. 1989. Standard Practice for Evaluating an Effluent for Flavor Impairment to Fish Flesh. Report 0 3696-89. Committee D-19. American Society for Testing Materials, Philadelphia.
- ASTM. 1991. Standard Guide for Conducting Sediment Toxicity Tests with Freshwater Invertebrates. American Society for Testing Materials, Philadelphia. Reference Method 47E030102.
- Baglinière, J. L., J. Castanet, P. Conand, and F.J. Meunier (eds.). 1991. Tissus durs : étage individuel des vertébrés. Colloque National Bondy, France. Colloques et Séminaires ORSTOM-INRA.
- Birkholz D.A., R.T. Coutts and S.E. Hrudey. 1988. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in fish tissues. *J. Chromatogr.* 449: 251.
- Bligh, E.G. and W.J. Dyer. 1959. A rapid method of total lipid extraction and purification. *Can. J. Biochem. Physiol.* 37: 911-917.
- Bordner, R.H. 1985. Quality assurance for microbiological analysis of water. In: J.K. Taylor and T.W. Stanley (eds.). Assurance for Environmental Measurements. ASTM STP 867. American Society for Testing and Materials, Philadelphia.
- Bordner, R.H. and J.A. Winter (eds.). 1978. Microbiological Methods for Monitoring the Environment, Water and Wastes. EPA-600/8-78-017. Environmental Monitoring and Support Laboratory, Environmental Protection Agency, Cincinnati.
- Borenstein, M. and J. Cohen. 1988. Statistical Power Analysis: A Computer Program. Lawrence Erlbaum Associates, Inc., Hillsdale, New Jersey.
- Brothers, E.B. 1987. Methodological approaches to the examination of otoliths in aging studies. In: Age and Growth of Fish. R. C. Summerfelt and G.E. Itall (eds.) Iowa State University Press, Ames, Iowa.
- Busch, W.-D. N. and P. G. Sly. (eds.) 1992. The development of an aquatic habitat classification system for lakes. CRC Press, Boca Raton: 225 pp
- CAEAL (Canadian Association of Environmental Analytical Laboratories). 1991. Code of Practice and QA Manual for Laboratory Analysis of Sewage Treatment Effluent in Support of the MISA Program; Draft report prepared for CAEAL and the Ontario Ministry of the Environment by Zenon Environmental Laboratories.
- Camburn, K.E., J.C. Kingston and D.F. Charles (eds.). 1984-1986. PIRLA Diatom Iconograph. Contains 53 photographic plates and 1059 figures, plus figure legends. PIRLA unpublished Report Series, Report No. 3. Indiana University, Bloomington, Indiana.
- Carron, J.M. and Afghan, B.K. 1989. Environmental Aspects and Analysis of Phenols in the Aquatic Environment. Analysis of Trace Organics in the Aquatic Environment, CRC Press, Boca Raton.

- Casselman, J. M. 1987. Determination of age and Growth. In: The Biology of Fish Growth. H. Weatherly and H.S. Gill (eds.). Academic Press, London.
- Chilton, D. E. and R. J. Beamish. 1982. Age determination methods for fishes studied by the ground fish program at the Pacific Biological Station. Canadian Special Publication in Fisheries and Aquatic Sciences 60:
- Ching, H.L. and R.R. Munday. 1984. Geographic and seasonal distribution of the infections stage of *Ceratomyx* *shasta* Noble, 1050, a nyxozoon salmonid pathogen in the Fraser River System. Can. J. Zool. 62: 1075-1080.
- Clarke, K.R. and R.H. Green. 1988. Statistical design and analysis for a 'biological effects' study. Mar. Ecol. Prog. Ser. 46:213-226.
- Cowardin, L.M., V. Carter, F.C. Golet and E.T. LaRoe. 1979. Classification of Wetlands and Deepwater Habitats of the United States. U.S. Fish and Wildlife Service, FWS/OBS-79/31.
- Department of Fisheries and Oceans. 1990. Coastal/Estuarine Habitat Description and Assessment Manual. Part II. Habitat description procedures. Prepared by G.L. Williams and Associates Ltd., Coquitlam, B.C.
- Department of Fisheries and Oceans and British Columbia Ministry of the Environment and Parks. 1987. Fish Habitat Inventory and Information Program: Stream Survey Field Guide.
- Derksen, G.A., U.H.M. Fagerlund, J.R. McBride and H.M. Dye. 1984. Unpublished manuscript. A potential in-situ bioassay sampler for fast flowing rivers. Env. Protection Services, West Vancouver, Fisheries Research Branch, West Vancouver Lab.
- Douglas G.R., C.E. Grant, R.D.L. Grant, M.F. Salamone and E.R. Nessman. 1983. Comparative mammalian in vitro and in vivo studies on mutagenic activity of Rhodamine WT. Mutat. Res. 118: 117-125.
- Dunnett, C.W. 1955. Multiple comparison procedure for comparing several treatments with a control. J. Am. Stat. Assoc. 50: 1096-1121.
- Dux, J.P. 1986. Handbook of Quality Assurance for the Analytical Chemistry Laboratory. Van Nostrand Reinhold Co., New York.
- Edwards, C.J., R.A. Ryder and T.R. Marshall. 1990. Using lake trout as a surrogate of ecosystem health for oligotrophic waters of the Great Lakes. J. Great Lakes Res. 16: 591-608.
- ELAP (Environmental Laboratory Approval Program). 1988. Environmental Laboratory Approval Program Certification Manual. New York State Department of Health.
- Environment Canada. 1990a. Guidance Document on Control of Toxicity Test Precision Using Reference Toxicants. Conservation and Protection, Ottawa : Report EPS 1/RM/12.

- Environment Canada. 1990b. Reference Method for Determining Acute Lethality of Effluents to Rainbow Trout. Conservation and Protection, Ottawa : Report EPS 1/RM/13.
- Environment Canada. 1991. Quality Assurance Guidelines for Biology in Aquatic Environmental Protection. Prepared by Dr. D. Hart, Beak Consultants Limited for Dr. A.S.Y. Chau, National Water Research Institute, Burlington, Ontario.
- Environment Canada. 1992a. Reference Method for the Determination of Polychlorinated Dibenzo-para-Dioxins (PCDDs) and Polychlorinated Di-benzo Furans (PCDFs) in Pulp and Paper Mill Effluents. Conservation and Protection, Ottawa : Report EPS 1/RM/19.
- Environment Canada. 1992b. Methods manual for the National Water Quality Laboratory. Environment Canada, Inland Waters Directorate, Burlington, Ontario. (In press.)
- Environment Canada. 1992c. Biological Test Method: Test of Larval Growth and Survival Using Fathead Minnows. Conservation and Protection, Ottawa : Report EPS 1/RM/22.
- Environment Canada. 1992d. Toxicity Tests Using Early Life-Stages of Salmonid Fish (Rainbow Trout, Coho, Salmon, or Atlantic Salmon). Conservation and Protection, Ottawa : Report EPS 1/RM/28.
- Environment Canada. 1992e. Biological Test Method: Fertilization Assay Using Echinoids (Sea Urchins and Sand Dollars). Conservation and Protection, Ottawa : Report EPS 1/RM/27.
- Environment Canada. 1992f. Biological Test Method: Test of Reproduction and Survival Using Chronic Toxicity Test Using the Cladoceran *Ceriodaphnia dubia*. Conservation and Protection, Ottawa : Report EPS 1/RM/21.
- Environment Canada. 1992g. Biological Test Method: Growth Inhibition Test Using the *Selenastrum capricornutum*. Conservation and Protection, Ottawa : Report EPS 1/RM/25.
- Environment Canada. 1992h. Biological Test Method: Acute Test for Sediment Toxicity Using Marine and Estuarine Amphipods. Conservation and Protection, Ottawa : Report EPS 1/RM/26.
- Environnement Canada et Ministère des Pêches et des Océans. 1992a. Exigences en matière de surveillance des incidences environnementales sur le milieu aquatique. Conservation et Protection, Ottawa : Report EPS 1/RM/18.
- Environnement Canada et Ministère des Pêches et des Océans. 1992b. Exigences en matière de surveillance des incidences environnementales sur le milieu aquatique. Annexe 1: Suivi des effets sur l'environnement aquatique par les fabriques de pâtes et papiers et les installations extérieures de traitement visées par le Règlement sur les effluents des fabriques de pâtes et papiers de la *Loi sur les pêches*, 20 mai 1992. Conservation et Protection, Ottawa.

- Environmental Biodetection Products Inc. (EPBI). 1992. The SOS Chromotest Blue Kit. SOS Chromotest (blue). Vol. 5.3, Brampton, Ontario.
- Ernst, W.R., R.J. Maguire, J.H. Coreg, G.R. Julien, I.H. Hart, R.J. Thacz and H.b. Lee. 1989. The Fate, Persistence and Biological Impacts of Delta Metrin Applied Directly to an Agricultural Pond System and the Protection from Deposit Afforded by a 100 meter Set-back. EPS-AR, Dartmouth, N.S. NWRI, Burlington, Ontario, EBS-5-AR-89-1.
- Finney, D.J. 1981. Probit Analysis. Cambridge University Press, Cambridge.
- Folch, J., M. Lees and G.H. Sloane Stanley. 1957. A simple method for the isolation and purification of total lipids from animal tissues. J. Biol. Chem. 226: 497-509.
- Gilbert, R.O. 1987. Statistical Methods for Environmental Pollution Monitoring. Van Nostrand Reinhold Co., New York.
- Gordon, A.D. 1981. Classification. Chapman and Hall, London.
- Grant, Douglas M. 1985. Open Channel Flow Measurement Handbook ISCO Inc. Environmental Division, Lincoln, Nebraska.
- Green, R.H. 1989. Power analysis and practical strategies for environmental monitoring. Environ. Res. 50: 195-205.
- Grothe, D.R. and R.A. Kimerle. 1985. Inter- and intralaboratory variability in *Daphnia magna* effluent toxicity test results. Environ. Toxic. Chem. 4: 189-192.
- Hayes, M.L. 1989. Active fish capture methods. In: Fisheries Techniques. L.A. Nielson, D.L. Johnson and S.S. Lampton, pp. 123-146. Am. Fish. Soc., Bethesda, Maryland.
- Hensler, G.L. 1984. An introduction to statistical and ecological software. In: Statistics in the Environmental Sciences, Gertz, S.M. and M.D. London (eds.), STP 845, American Society for Testing and Materials, Philadelphia.
- Hubert, W.A. 1989. Passive capture techniques. In: Fisheries Techniques, L.A. Nielson, D.L. Johnson and S.S. Lampton, pp. 95-122. Am. Fish. Soc., Bethesda, Maryland.
- Hummon, W.D. 1981. Extraction by sieving: a biased procedure in studies of stream meiobenthos. Trans. Am. Microsc. Soc. 100 : 278-284.
- Hunt, D.T.E. and A.L. Wilson. 1986. The Chemical Analysis of Water; General Principles and Techniques, 2nd Ed. The Royal Society of Chemistry, London.
- Hynning P.-A., M. Remberger and A.H. Nielson. 1989. Synthesis, gas-liquid chromatographic analysis and gas chromatographic - mass spectrometric identification of nitrovanilline, chloronitrovanillins and chloronitroguaiacols. J. Chromatogr. 467: 99.

- IJC (International Joint Commission). 1988. Quality Management Plan for Great Lakes International Surveillance with Implementation Guidelines. May 1988. (draft).
- Jearld, A., Jr. 1989. Age determination. In: Fisheries Techniques, L.A. Nielson, D.L. Johnson and S.S. Lampton, pp. 301-324. Am. Fish. Soc., Bethesda, Maryland.
- Johns, D.M., T.C. Ginn and D.J. Reish. 1990. Protocol for Juvenile *Neanthes* Sediment Bioassay. PTI Environmental Services, Bellevue, Washington. EPA Contract 68-D8-0085.
- King, D.E. 1976. Quality Control and Data Evaluation Procedures. Section I. Analytical Responsibility. Special Report to Laboratory Services Branch, Ontario Ministry of the Environment.
- King, D.E. 1989. Code of Practice for Environmental Laboratories Special Report to the Ontario Ministry of the Environment, ISBN 0-7729-5874-2.
- Klemm, D.J., P.A. Lewis, F. Fulk and J.M. Lazorchak. 1990. Macroinvertebrate field and laboratory methods for evaluating the biological integrity of surface waters. EPA/600/4-90/030.
- Kreis, R.G., Jr. 1986. Variability study. Section 17. In: Paleoecological Investigation of Recent Lake Acidification (PIRLA): Methods and project description. Charles, D.F. and D.R. Whitehead (eds). Electric Power Research Institute, Palo Alto, California.
- Kreis, R.G., Jr. 1989. Variability Study - Interim Results. Section 4. In: Paleoecological Investigation of Recent Lake Acidification (PIRLA): 1983-1985: Interim Report, Charles, D.F. and D.R. Whitehead (eds.). October 1989. Electric Power Research Institute, Palo Alto, California.
- Lee, H.B., R.L. Hong-Yow and P.J.A. Fowlie. 1989. Chemical Derivatization Analysis of Phenols. Part VI. Determination of Chlorinated Phenolics in Pulp and Paper Effluents. J.A.O.A.C. 72 : 979-984.
- Liu S.K. and J.J. Leendertse. 1987. Modelling the Alaskan Continental Shelf Waters. The Rand Corporation, 1700 Main Street, P.O.Box 2138, Santa Monica, California. R-3567-NOAA/RC.
- LRTAP (Long-Range Transport of Air Pollutants). 1986. Long-Range Transport of Air Pollutants. Quality Management Plan. Federal/Provincial Research and Monitoring Coordinating Committee. Conservation and Protection, Environment Canada, Ottawa.
- Ludwig, J.A. and J.F. Reynolds. 1988. Statistical Ecology: A Primer on Methods and Computing. John Wiley and Sons, New York.
- MacGregor, D. and K. Doe. 1987. Basic elements of quality assurance in ecotoxicological testing. In: Recommendations on Aquatic Biological Tests and Procedures for Environmental Protection, G.A. Sergy (ed.). Conservation and Protection, Environment Canada, Ottawa.

- Mann, S. (in press). Collection Techniques for Fish Aging Structures. Northwest Region; Science and Technology Unit.
- Mason, W.T., Jr., P.A. Lewis and P.L. Hudson. 1975. The influence of sieve mesh size selectivity on benthic invertebrate indices of eutrophication. *Verh. Inter. Verein. Limnol.* 19: 1550-1561.
- McLeay, D.J., A.J. Knox, J.G. Maliac, I.K. Birtwell, G. Hartman and G.L. Ernis. 1983. Effects on aging Grayling (*Thymallus arcticus*) of short-term exposure to Yukon placer mining sediments: Laboratory and Field Studies Canadian Technical Report of Fisheries and Aquatic Science. No. 117.
- Microbics Corp. 1991. Mutatox™ Test Procedure. Microbics Corp., Carlsbad, California.
- Morales, A., D.A Birkholz and S.E Hrudeg. 1992a. Analysis of pulp mill effluent contaminants in water, sediment, and fish muscle-chlorophenols and related compounds. *Water Environ. Res.* 64: 669-681.
- Morales, A., D.A Birkholz and S.E Hrudeg. 1992b. Analysis of pulp mill effluent contaminants in water, sediment and fish bile — fatty and resin acids. *Water Environ. Res.* 64: 660-668.
- Munkittrick, K.R. (in press). A review of study design considerations for site-specifically assessing the health of fish populations. *J. Aquat. Ecosystem Health.*
- Munkittrick, K.R. and D.G. Dixon. 1989. A holistic approach to ecosystem health assessment using fish population characteristics. *Hydrobiologia* 188/189: 123-135.
- NCASI (National Council of the Paper Industry for Air and Stream Improvement Inc.). 1986. Procedures for the Analysis of Resin and Fatty Acids in Pulp Mill Effluents. NCASI, Technical Bulletin No. 501, Washington, D.C.
- NCASI. 1987. Guidelines to Methods for the Analysis of the Effects of Effluent on the Flavor of Fish. NCASI, Technical Bulletin No. 513. New York.
- OECD (Organisation for Economic Cooperation and Development). 1981. Decision of the Council Concerning Mutual Acceptance of Data in the Assessment of Chemicals. Annex 2. OECD Principles of Good Laboratory Practice. In: Guidelines for Testing of Chemicals. Organisation for Economic Cooperation and Development, Paris.
- OECD. 1989. Draft Council Decision-Recommendation on Compliance with Principles of Good Laboratory Practice (restricted). Organisation for Economic Cooperation and Development, Paris.
- OMOE (Ontario Ministry of the Environment). 1984. Principles of Control Charting. D.E. King and G.C. Ronan, Laboratory Services Branch, Data Quality Report Series. Ontario Ministry of the Environment, Rexdale, Ontario.
- OMOE. 1985. Laboratory Services Branch, Quality Management Plan. Ontario Ministry of the Environment, Rexdale, Ontario.

- OMOE. 1988. Estimation of Analytical Detection Limits (MDL) Report by the Ontario Ministry of the Environment ISBN-0-7729-4117-3.
- OMOE. 1989. The Determination of Resin And Fatty Acids in Effluents and Water by GLC-FID. PWRFA-E3166A, Laboratory Services Branch, Rexdale, Ontario.
- Ontario Ministry of Natural Resources. 1989. Manual of Instructions. Aquatic Habitat Inventory Surveys. OMNR, Toronto, Ontario.
- Orth, D.J. 1989. Aquatic habitat measurements. In: Fisheries Techniques, L.A. Neilson and D.L. Johnson (eds.), pp. 61-84. Am. Fish. Soc., Bethesda, Maryland.
- PACE (Petroleum Association for Conservation of the Canadian Environment). 1989. Interlaboratory Comparison of the *Daphnia magna* Acute Lethality Bioassay. PACE Report No. 89-4.
- Parker, G.G. 1973. Tests of Rhodamine WT dye for toxicity to oysters and fish. J. Res. U.S. Geological Survey 1 : 499.
- Parker, W.R. 1990. An in-situ study of the acute toxicity of the Tonogonops River System to yearling Atlantic Salmon. Conservation and Protection, Environment Canada, Atlantic Region (Draft).
- Parker, W.R. and K.G. Doe. 1981. Studies on the reproduction of striped bass *Morone saxatilis* (Walbaum) from the Annapolis River, Nova Scotia. Environment Canada, Atlantic Region, Report EPS-5-AR-81-6.
- Peck, D.V., J.L. Engels, K.M. Howe and J.E. Pollard. 1988. Aquatic Effects Research Program, Episodic Response Project, Integrated Quality Assurance Plan. EPA-600/x-88-274. U.S. EPA Environmental Monitoring Systems Laboratory, Las Vegas, Nevada.
- Plafkin, J.L., M.T. Barbour, K.D. Porter, S.K. Gross and R.M. Hughs. 1989. Rapid Bioassessment Protocols for Use in Streams and Rivers: Benthic Macroinvertebrates and fish. U.S. EPA/444/4-89-001.
- QAMS (Quality Assurance Management Staff). 1980. Interim Guidelines and Specifications for Preparing Quality Assurance Project Plans. Quality Assurance Management Staff, Environmental Protection Agency, Washington, D.C.: EPA-600/4-83-084, PB-83-170514.
- QAMS. 1986. Development of Data Quality Objectives. Description of Stages I and II. Environmental Protection Agency, Washington, D.C. (Draft).
- Rand, G.M. 1985. Behaviour. In: Fundamentals of Aquatic Toxicology, Methods and Applications and Petorcelli, pp. 221-263. Hemisphere Publishing Corporation, New York.
- Randall, R.C., H.Lee II, R.J. Ozretich, J.L.Lake and R.J. Pruell. (1991). Evaluation of selected lipid methods for normalizing pollutant bioaccumulation. Environ. Toxicol. Chem. 10 : 1431-1436.

- Reynolds, J.B. 1989. Electrofishing, In: Fisheries Techniques, L.A. Nielson, D.L. Johnson and S.S. Lampton, pp. 147-164. Am. Fish. Soc., Bethesda, Maryland.
- Ryder, R.A. and C.J. Edwards (eds). 1985. A conceptual approach for the application of biological indicators of ecosystem quality in the Great Lakes basin. Report to the Great Lakes Science Advisory Board, International Joint Commission and Great Lakes Fishery Commission, Windsor, Ontario.
- Saila, S.B., R.A. Pikanowski and D.S. Vaughan. 1976. Optimum allocation strategies for sampling benthos in the New York Bight. *Estuarine Coastal Mar. Sci.* 4: 119-128.
- Secor, D. H., J.M. Dean and E.H. Laban. 1991. Manual for Otolith Removal and Preparation for Microstructural Examination. Published by the Electrical Power Research Institute and the Bell W. Baruch Institute of Marine Biology and Coastal Fisheries.
- Snedecor, G.W. and W.G. Cochran. 1967. Statistical Methods. 6th ed. The Iowa State University Press, Ames, Iowa.
- Steel, R.G. 1959. A multiple comparison rank sum test: treatments versus control. *Biometrics* 15: 560-572.
- Steel, R.G.D. and J.H. Torrie. 1980. Principles and Procedures of Statistics. 2nd ed. McGraw-Hill, Toronto, Ontario.
- Stephan, C.E. 1977. Methods for calculating an LC_{50} . In: Aquatic Toxicology and Hazard Evaluation. F.L. Mayer and J.L. Hanelink, (eds.), ASTM STP 634. American Society for Testing and Materials, Philadelphia.
- Stevenson, R.J. and R.L. Lowe. 1986. Sampling and interpretation of algal patterns for water quality assessments. In: Rationale for Sampling and Interpretation of Ecological Data in the Assessment of Freshwater Ecosystems, Isom, B.G. (ed.), STP 894. American Society for Testing and Materials, Philadelphia.
- Sundby, B. 1974. Distribution and transport of suspended particulate matter in the Gulf of St. Lawrence. *Can. J. Earth Sci.* 11: 1517-1533.
- Taylor, J.K. 1987. Quality Assurance of Chemical Measurements. Lewis Publishers Inc., Chelsea, Michigan.
- Tetra Tech, Inc. 1986a. General QA/QC Considerations for Collecting Environmental Samples in Puget Sound. A Report prepared for U.S. EPA, Region 10, Seattle. Final Report TC-3991-04.
- Tetra Tech, Inc. 1986b. Recommended Protocols for Station Positioning in Samples in Puget Sound. Report prepared for U.S. EPA, Region 10, Seattle : Final Report TC-3090-05.
- Tetra Tech, Inc. 1987. Recommended Protocols for Sampling and Analyzing Subtidal Benthic Macroinvertebrate Assemblages in Puget Sound. Report prepared for U.S. EPA, Region 10, Seattle : Final Report TC-3991-04.

- U.S. Army Corps of Engineers. 1986. CE-QUAL-W2: a Numerical Two-Dimensional, Laterally Averaged Model of Hydrodynamics and Water Quality; User's Manual. Instruction Report E-86-5, U.S. Army Engineer Waterways Experiment Station, Vicksburg, Mississippi.
- U.S. EPA. 1978. Quality Assurance Guidelines for Biological Testing. Prepared for EPA Environmental Monitoring and Support Lab, Las Vegas, by Tractor Jitco, Inc., Rockville, Maryland : PB-285 369.
- U.S. EPA. 1984. Definition and Procedure for the Determination of the Method Detection Limit - Revision 1.11; Appendix B to Part 136. Federal Register Vol. 49, No. 209, Oct. 26, 1984, Part VI, 40 CFR Part 136.
- U.S. EPA. 1987. The Enhanced Stream Water Quality Models QUAL2E and QUAL2E - UNCAS: Documentation and User Manual. Environmental Research Laboratory, Athens, Georgia: EPA/600/3-87/007.
- U.S. EPA. 1988a. WASP-4 a Hydrodynamic and Water Quality Model-theory, User's Manual and Programmer's Guide. Athens, Georgia : EPA/600/3-87/039
- U.S. EPA. 1988b. User's Guide to the Contract Laboratory Program. CLP Sample Management Office.
- U.S. EPA. 1989. Short-term methods for estimating the chronic toxicity of effluents and receiving waters to freshwater organisms. 2nd ed. : EPA/600/4-89/001.
- U.S. EPA. 1990a. Method 1613: Tetra through Oty-chlorinated Dioxins and Furans by Isotope Dilution HREC/HRMS.
- U.S. EPA. 1990b. Analytical Procedures and Quality Assurance Plan for Determination of PCBP/PCDP in fish : U.S. EPA/600/3-90/022.
- U.S. EPA. 1990c. Proposed Glossary of Quality Assurance Related Terms. QAMS RD-680. Draft report.
- U.S. EPA. 1991a. Method 1653: Chlorinated Phenols in Wastewater by In situ Acetylation and GC/MC.
- U.S. EPA. 1991b. Short-Term Methods for Estimating the Chronic Toxicity of Effluents and Receiving Waters to Marine and Estuarine Organisms. Cincinnati: U.S. EPA/600/4-91/003.
- U.S. Geological Survey. 1986. Fluorometric Procedures for Dye Tracing. U.S. Geological Survey, Federal Center, Denver. Book 3. Applications of Hydraulics, Chapter A12.
- U.S. Geological Survey. 1989. Determination of Stream Reaeration Coefficients by Use of Tracers. U.S. Geological Survey, Federal Center, Denver: Book 3. Applications of Hydraulics, Chapter A18.
- Voss, R.H. and A. Rapsomatiotis. 1985. An improved solvent extraction based procedure for the gas chromatographic analysis of resin and fatty acids in pulp mill effluents. J. Chromatogr. 346: 205-217.

- Westlake, G.F. 1984. Behaviourial effects of industrial chemicals on aquatic animals. In: Hazard Assessment of Chemicals: Current Developments, J. Saxena, (ed.)Volume 3, pp. 233-250. Academic Press, New York.
- Wilde, E.W. and A.B. Pascott. 1984. A simple inexpensive in-situ method for assessing acute toxicity of effluents to fish. Water Res. 18: 783-785.