



# GUIDE DE CARACTÉRISATION PHYSICO-CHIMIQUE ET TOXICOLOGIQUE DES SÉDIMENTS

Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la  
Lutte contre les changements climatiques

et

Environnement et Changement climatique Canada

Décembre 2016



Ce document doit être cité de la façon suivante :  
Ministère du Développement durable, de l'Environnement et  
de la Lutte contre les changements climatiques et  
Environnement et Changement climatique Canada, 2016.  
Guide de caractérisation physico-chimique et toxicologique  
des sédiments. 62 pages + annexes.

Photo de la couverture : © Thinkstockphotos

Publié avec l'autorisation de la ministre de l'Environnement et  
du Changement climatique  
© Sa Majesté la Reine du chef du Canada, 2016

Publié avec l'autorisation du ministre du Développement  
durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les  
changements climatiques du Québec  
© Gouvernement du Québec, 2016

N° de cat. : En84-141/2016F-PDF  
ISBN : 978-0-660-06667-7 (imprimé ou PDF)

Also available in English under the title:

Guide for physicochemical and toxicological characterization of  
sediment.

# Équipe de réalisation

## Coordination

---

Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec

- Mélanie Desrosiers, Direction des expertises et des études

## Équipe de travail

---

Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec

- Christian Bastien<sup>1</sup>, Direction des expertises et des études
- Jean-Pierre Blouin<sup>1</sup>, Direction de l'analyse chimique
- Nathalie Dassylva, Direction de l'analyse chimique
- Christian Deblois, Direction de l'analyse chimique
- Sylvain Lévesque<sup>2</sup>, Direction de l'analyse chimique
- François Messier<sup>1</sup>, Direction de l'analyse chimique
- Paule-Émilie Groleau, Direction de l'analyse chimique
- Benoît Prémont, Direction de l'accréditation et de la qualité
- Gaëlle Triffault-Bouchet, Direction des expertises et des études

### Environnement et Changement climatique Canada

Direction générale des sciences et de la technologie, Eau

- Christian Gagnon, Recherche sur les écosystèmes fluviaux
- Manon Harwood, Laboratoire des essais environnementaux du Québec
- Serge Moore, Laboratoire des essais environnementaux du Québec
- Magella Pelletier, Monitoring et surveillance de la qualité de l'eau
- Patrice Turcotte, Recherche sur les écosystèmes fluviaux
- Sylvie Roberge, Laboratoire des essais environnementaux du Québec

### Direction des activités de protection de l'environnement

- Serge Lepage<sup>3</sup>, Soutien expert et sites contaminés
- Simon Blais, Soutien expert et sites contaminés

---

<sup>1</sup> Aujourd'hui retraité du MDDELCC.

<sup>2</sup> Aujourd'hui au MDDELCC – Direction régionale de Montréal, de Laval, de Lanaudière et des Laurentides.

<sup>3</sup> Aujourd'hui retraité d'Environnement et Changement climatique Canada.

## Remerciements

L'équipe de travail désire remercier les personnes suivantes pour leurs commentaires constructifs émis lors de l'élaboration du document ou de l'exercice de révision par les pairs : Marie-Claire Grenon, Benoît Sarrasin, Nathalie Paquet (Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, MDDELCC), Lise Boudreau (Direction générale du suivi de l'état de l'environnement, MDDELCC), Annie Bélanger et Pierre Michon (Direction générale du suivi de l'état de l'environnement, MDDELCC), Julie Bernard, Johanne Laberge (Direction du programme de réduction des rejets industriels et des lieux contaminés, MDDELCC), Mirka Blanchet, Jessica Michaud et Stacy Kauk (Environnement et Changement climatique Canada), François Aubé, Sébastien Brault, Amélie Roy (MAXXAM), Khaled W. Omari (Testmark Laboratory Ltd.), Christian Robert (Exova).

L'équipe de travail tient aussi à remercier toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce document.

## Avant-propos

Dans le cadre du Plan d'Action Saint-Laurent Vision 2000 et du Plan Saint-Laurent IV, les gouvernements du Québec et du Canada se sont engagés à résoudre une problématique importante se rattachant à la navigation, soit la gestion intégrée du dragage et des sédiments du fleuve Saint-Laurent. À cette fin, il convient de réévaluer les outils élaborés au cours des dernières décennies et de les adapter à la lumière de l'expérience acquise et des innovations récentes, notamment, le développement d'outils méthodologiques pour les analyses physico-chimiques et toxicologiques des sédiments.

Dans ce contexte, le ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques (MDDELCC) et Environnement et Changement climatique Canada (ECCC) présentent cette version révisée et mise à jour du *Guide méthodologique de caractérisation des sédiments* qu'ils avaient initialement publié en 1992.

Ce guide a été révisé dans un souci d'harmonisation et en complément d'autres guides qui répondent à des objectifs communs, entre autres, le *Guide d'échantillonnage des sédiments du Saint-Laurent pour les projets de dragage et de génie maritime*, volumes 1 et 2 (EC, 2002 a et b), les *Critères pour l'évaluation de la qualité des sédiments au Québec et cadres d'application : prévention, dragage et restauration* (EC et MDDEP, 2007) et le document sur *L'évaluation du risque écotoxicologique (ERE) du rejet en eau libre des sédiments, en soutien à la gestion des projets de dragage en eau douce* (MDDEFP et EC, 2013).

## Résumé

Le présent guide vise à uniformiser les méthodes de caractérisation des sédiments, notamment par l'intégration des critères de performance que doivent respecter les analyses ainsi que des critères d'acceptabilité des résultats. Il renvoie à des méthodes d'analyse qui sont reconnues et validées. Plus généralement, l'objectif est de minimiser la variabilité attribuable aux activités de laboratoire, depuis l'arrivée des échantillons jusqu'à la production du certificat d'analyse. Le guide se veut un outil pour caractériser les sédiments prélevés en eau douce et en eau salée et s'adresse aux responsables des projets de caractérisation, aux firmes d'experts-conseils en environnement ainsi qu'aux laboratoires chargés de l'analyse des sédiments.

Le document se divise en sept parties. L'introduction explique l'utilité du guide et le contexte dans lequel il a été élaboré, afin de définir les contraintes de la caractérisation des sédiments dans un cadre unifié et normalisé. Les modalités de la réception et de la conservation des échantillons au laboratoire sont abordées dans la partie 2. La partie 3 traite de l'assurance et du contrôle de la qualité dans un laboratoire. La partie 4 explique le contenu des certificats d'analyses. La partie 5 porte sur la technique générale de préparation des échantillons de sédiments avant l'analyse chimique. Les paramètres d'analyse visés par la caractérisation des sédiments, les critères de performance requis par les méthodes d'analyse, les critères d'acceptabilité des résultats ainsi qu'une liste des méthodes d'analyse recommandées se trouvent à la partie 6. Enfin, un volet toxicologique, proposé à titre d'orientation, est présenté dans la dernière partie.

# Table des matières

Résumé .....	iv
Liste des tableaux .....	ix
<b>1. INTRODUCTION .....</b>	<b>1</b>
1.1 CONTEXTE.....	1
1.2 UTILITÉ DU DOCUMENT .....	1
<b>2. RÉCEPTION ET CONSERVATION DES ÉCHANTILLONS AU LABORATOIRE .....</b>	<b>2</b>
2.1 RÉCEPTION DES ÉCHANTILLONS DE SÉDIMENTS .....	2
2.2 CONSERVATION DES ÉCHANTILLONS DE SÉDIMENTS.....	3
2.3. PRÉPARATION ET LAVAGE DES CONTENANTS .....	5
<b>3. ASSURANCE ET CONTRÔLE DE LA QUALITÉ.....</b>	<b>6</b>
3.1. PROGRAMME D'ASSURANCE ET DE CONTRÔLE DE LA QUALITÉ ..	6
3.2. CONTRÔLE DE LA QUALITÉ.....	6
3.3. FIABILITÉ D'UNE MÉTHODE D'ANALYSE .....	7
3.4. ÉLÉMENTS DE CONTRÔLE .....	7
3.5. QUALITÉ DE L'EAU, DES RÉACTIFS ET DES SOLVANTS.....	7
3.6. APPAREILLAGE .....	8
<b>4. CERTIFICAT D'ANALYSE .....</b>	<b>9</b>
<b>5. TECHNIQUE GÉNÉRALE DE PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS .....</b>	<b>10</b>
5.1. PRÉTRAITEMENT DES ÉCHANTILLONS.....	10
5.1.1. Prétraitement pour les dosages sur sédiments secs .....	12
5.1.2. Prétraitement pour les dosages sur sédiments humides .....	12
<b>6. CARACTÉRISATION PHYSICO-CHIMIQUE .....</b>	<b>14</b>
6.1. HUMIDITÉ.....	15
6.1.1. Principe et théorie .....	15
6.1.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments.....	15
6.1.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement.....	15
6.1.4. Critères de performance et acceptabilité des résultats .....	15
6.1.5. Méthodes d'analyse recommandées .....	16
6.2. GRANULOMÉTRIE .....	17
6.2.1. Principe et théorie .....	17
6.2.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments.....	19
6.2.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement.....	19

6.2.4.	Critères de performance et acceptabilité des résultats .....	19
6.2.5.	Méthodes d'analyse recommandées .....	19
6.3.	<b>AZOTE TOTAL KJELDAHL ET PHOSPHORE TOTAL .....</b>	<b>20</b>
6.3.1.	Principe et théorie .....	20
6.3.2.	Critères d'évaluation de la qualité des sédiments.....	20
6.3.3.	Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement.....	20
6.3.4.	Critères de performance et acceptabilité des résultats .....	21
6.3.5.	Méthodes d'analyse recommandées .....	21
6.4.	<b>MERCURE TOTAL.....</b>	<b>22</b>
6.4.1.	Principe et théorie .....	22
6.4.2.	Critères d'évaluation de la qualité des sédiments.....	22
6.4.3.	Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement.....	23
6.4.4.	Critères de performance et acceptabilité des résultats .....	23
6.4.5.	Méthodes d'analyse recommandées .....	23
6.5.	<b>ALUMINIUM, ARSENIC, CADMIUM, CALCIUM, CHROME, CUIVRE, FER, MAGNÉSIUM, MANGANÈSE, NICKEL, PLOMB, SÉLÉNIUM ET ZINC .....</b>	<b>25</b>
6.5.1.	Principe et théorie .....	25
6.5.2.	Critères d'évaluation de la qualité des sédiments.....	26
6.5.3.	Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement.....	26
6.5.4.	Critères de performance et acceptabilité des résultats .....	26
6.5.5.	Méthodes d'analyse recommandées .....	27
6.6.	<b>SOUFRE TOTAL.....</b>	<b>28</b>
6.6.1.	Principe et théorie .....	28
6.6.2.	Critères d'évaluation de la qualité des sédiments.....	28
6.6.3.	Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement.....	28
6.6.4.	Critères de performance et acceptabilité des résultats .....	28
6.6.5.	Méthodes d'analyse recommandées .....	29
6.7.	<b>CARBONE ORGANIQUE TOTAL .....</b>	<b>30</b>
6.7.1.	Principe et théorie .....	30
6.7.2.	Critères d'évaluation de la qualité des sédiments.....	30
6.7.3.	Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement.....	30
6.7.4.	Critères de performance et acceptabilité des résultats .....	30
6.7.5.	Méthodes d'analyse recommandées .....	31
6.8.	<b>BIPHÉNYLES POLYCHLORÉS (BPC).....</b>	<b>32</b>
6.8.1.	Principe et théorie .....	32
6.8.2.	Critères d'évaluation de la qualité des sédiments.....	33
6.8.3.	Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement.....	33

6.8.4.	Critères de performance et acceptabilité des résultats .....	33
6.8.5.	Méthodes d'analyse recommandées .....	34
6.9.	<b>PESTICIDES ORGANOCHLORÉS .....</b>	<b>35</b>
6.9.1.	Principe et théorie .....	35
6.9.2.	Critères d'évaluation de la qualité des sédiments.....	35
6.9.3.	Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement.....	35
6.9.4.	Critères de performance et acceptabilité des résultats .....	36
6.9.5.	Méthodes d'analyse recommandées .....	36
6.10.	<b>TOXAPHÈNE .....</b>	<b>37</b>
6.10.1.	Principe et théorie .....	37
6.10.2.	Critères d'évaluation de la qualité des sédiments.....	37
6.10.3.	Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement.....	37
6.10.4.	Critères de performance et acceptabilité des résultats .....	37
6.10.5.	Méthodes d'analyse recommandées .....	38
6.11.	<b>HYDROCARBURES AROMATIQUES POLYCYCLIQUES.....</b>	<b>39</b>
6.11.1.	Principe et théorie .....	39
6.11.2.	Critères d'évaluation de la qualité des sédiments.....	39
6.11.3.	Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement.....	39
6.11.4.	Critères de performance et acceptabilité des résultats .....	39
6.11.5.	Méthodes d'analyse recommandées .....	41
6.12.	<b>POLYBROMODIPHÉNYLÉTERS (PBDE) .....</b>	<b>42</b>
6.12.1.	Principe et théorie .....	43
6.12.2.	Critères d'évaluation de la qualité des sédiments.....	43
6.12.3.	Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement.....	43
6.12.4.	Critères de performance et acceptabilité des résultats .....	43
6.12.5.	Méthodes d'analyse recommandées .....	44
6.13.	<b>HYDROCARBURES PÉTROLIERS C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub>.....</b>	<b>45</b>
6.13.1.	Principe et théorie .....	45
6.13.2.	Critères d'évaluation de la qualité des sédiments.....	46
6.13.3.	Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement.....	46
6.13.4.	Critères de performance et acceptabilité des résultats .....	46
6.13.5.	Méthodes d'analyse recommandées .....	47
6.14.	<b>DIOXINES ET FURANES CHLORÉS.....</b>	<b>48</b>
6.14.1.	Principe et théorie .....	48
6.14.2.	Critères d'évaluation de la qualité des sédiments.....	49
6.14.3.	Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement.....	49
6.14.4.	Critères de performance et acceptabilité des résultats .....	49
6.14.5.	Méthodes d'analyse recommandées .....	49

6.15.	COMPOSÉS PHÉNOLIQUES, NONYLPHÉNOLS ET NONYLPHÉNOLS POLYÉTHOXYLÉS .....	50
6.15.1.	Principe et théorie .....	50
6.15.2.	Critères d'évaluation de la qualité des sédiments.....	50
6.15.3.	Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement.....	51
6.15.4.	Critères de performance et acceptabilité des résultats .....	51
6.15.5.	Méthodes d'analyse recommandées .....	52
6.16.	BUTYLÉTAINS.....	53
6.16.1.	Principe et théorie .....	53
6.16.2.	Critères d'évaluation de la qualité des sédiments.....	53
6.16.3.	Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement.....	53
6.16.4.	Critères de performance et acceptabilité des résultats .....	54
6.16.5.	Méthodes d'analyse recommandées .....	54
<b>7.</b>	<b>CARACTÉRISATION TOXICOLOGIQUE .....</b>	<b>55</b>
7.1.	PRINCIPE ET THÉORIE .....	55
7.2.	QUANTITÉ D'ÉCHANTILLON ET MODE DE CONSERVATION ET DE PRÉTRAITEMENT .....	55
7.3.	CRITÈRES DE PERFORMANCE ET ACCEPTABILITÉ DES RÉSULTATS.....	56
7.4.	MÉTHODES D'ANALYSE RECOMMANDÉES.....	56

## Liste des tableaux

Tableau 2-1.	Volumes et délais de conservation recommandés pour les échantillons de sédiments selon les paramètres physico-chimiques à analyser .....	4
Tableau 5-1.	Méthode de prétraitement des échantillons acceptables pour la détermination des caractéristiques physico-chimiques des sédiments .....	11
Tableau 6-1.	Classification généralement utilisée pour la taille des particules.....	18

## Liste des annexes

Annexe 1.	Définition des termes se rapportant à la précision et à l'exactitude des analyses .....	62
Annexe 2.	Définitions – éléments de contrôle de la qualité .....	65

# 1. INTRODUCTION

## 1.1 CONTEXTE

---

Les études de caractérisation physico-chimique ou toxicologique des sédiments visent à répondre aux préoccupations des intervenants du milieu qui sont soucieux de protéger la qualité des écosystèmes aquatiques. L'emploi de méthodes d'analyse standardisées est nécessaire, d'une part, pour répondre aux besoins de caractérisation et, d'autre part, pour harmoniser les différentes études dans un contexte de gestion uniformisée des sédiments contaminés. En effet, un des problèmes de l'interprétation des résultats d'analyse physico-chimique des sédiments est la difficulté de comparer les résultats entre eux lorsqu'ils sont de provenances diverses, car les méthodes employées pour les caractériser ne sont pas toujours uniformes d'un laboratoire à l'autre. Ainsi, ce guide a été révisé afin d'orienter les analyses physico-chimiques et toxicologiques qui doivent être effectuées pour évaluer la qualité des sédiments au Québec, selon les différents cadres d'application des critères de qualité définis pour trois contextes de gestion : 1) la prévention de la contamination des sédiments due à des rejets industriels; 2) la gestion des sédiments résultant de travaux de dragage et 3) la restauration de sites contaminés (EC et MDDEP, 2007).

## 1.2 CONTEXTE D'UTILISATION DU DOCUMENT

---

Le guide vise à uniformiser la méthodologie d'analyse des sédiments en établissant les critères de performance requis. Il renvoie à des méthodes d'analyse reconnues et validées qui permettent de produire des résultats précis et qui satisfont aux critères de performance établis. Plus généralement, le guide cherche à réduire la variabilité des résultats induite par les activités qui se déroulent au laboratoire, depuis la réception des échantillons jusqu'à la production du certificat d'analyse.

Le guide sera utile au personnel des laboratoires et aux responsables des projets de caractérisation. Il porte sur les activités effectuées au laboratoire, de la réception des échantillons à la production du certificat d'analyse. Il présente, pour chaque paramètre d'analyse : le principe de la méthode, les critères de qualité des sédiments qui s'appliquent, les critères de performance requis par la méthode, les critères d'acceptabilité des résultats ainsi qu'une liste de méthodes d'analyse recommandées. Par ailleurs, les éléments permettant de vérifier la précision et l'exactitude des analyses sont définis, de même que les éléments clés d'un programme d'assurance et de contrôle de la qualité qui permettent au responsable du projet de caractérisation de s'assurer de la représentativité des résultats d'analyse.

## 2. RÉCEPTION ET CONSERVATION DES ÉCHANTILLONS AU LABORATOIRE

### 2.1 RÉCEPTION DES ÉCHANTILLONS DE SÉDIMENTS

---

Le *Guide d'échantillonnage des sédiments du Saint-Laurent pour les projets de dragage et de génie maritime*, volumes 1 et 2 (EC, 2002 a et b) renseigne les équipes d'échantillonnage sur les pratiques à suivre pour l'ensemble des activités d'une campagne d'échantillonnage de sédiments. Ce guide indique les précautions particulières à prendre pour le transport et l'acheminement des échantillons jusqu'au laboratoire afin de garantir l'intégrité des échantillons prélevés. De façon générale, les échantillons doivent être conservés à environ 4 °C entre le moment où ils sont prélevés et leur réception au laboratoire (utilisation de glacières et d'agents réfrigérants). Le nombre, le volume et le positionnement des agents réfrigérants (congelés) doivent être adaptés en fonction du nombre, de la masse et de la température initiale des échantillons, et les échantillons doivent être envoyés le plus rapidement possible au laboratoire. Les échantillons de sédiments destinés aux analyses chimiques peuvent aussi être congelés dès le retour du terrain (voir le [tableau 2-1](#)).

Des formulaires de prélèvement, de demande d'analyse, de livraison des échantillons ainsi qu'un registre d'entrée des échantillons sont généralement utilisés pour assurer le repérage de tous les renseignements pertinents relatifs aux échantillons prélevés afin de pouvoir vérifier la correspondance et faire le suivi adéquat.

Pour les besoins des analyses de laboratoire, le formulaire de demande d'analyse est rempli de façon claire et non équivoque et contient les informations suivantes :

Renseignements à compléter sur le terrain :

- Identification du projet;
- Nom du responsable du plan d'échantillonnage;
- Coordonnées du responsable du plan d'échantillonnage;
- Nom du responsable du prélèvement;
- Coordonnées du responsable du prélèvement;
- Identification de l'échantillon et nombre de contenants identifiés;
- Date et heure du prélèvement;
- Lieu du prélèvement;
- Nature de l'échantillon (sédiments, eau, résidu solide, etc.);
- Paramètres d'analyse demandés;
- Type de prélèvement effectué (prélèvement de surface, carotte, etc.);
- Mode de prélèvement (plongeur, carottier, benne, etc.);
- Mode de conservation (p. ex. par congélation, au frais, etc.);
- Particularités relatives aux prélèvements et à la conservation;
- Autres renseignements pertinents concernant tout traitement effectué sur le terrain (échantillon tamisé, etc.).

Renseignements à compléter à l'arrivée au laboratoire :

- Date de réception au laboratoire;
- Numéro de laboratoire attribué à l'échantillon;
- Nom et coordonnées de la personne qui reçoit l'échantillon.

Le personnel du laboratoire vérifie les échantillons de sédiments reçus afin de s'assurer de leur conformité avec les informations inscrites dans les formulaires. Toutes les anomalies, telles qu'un formulaire égaré, des échantillons manquants, des échantillons mal identifiés ou des contenants endommagés, doivent être notées et signalées au responsable de l'échantillonnage ou aux personnes compétentes.

Après la vérification des informations et l'identification des échantillons par le personnel du laboratoire, tous les renseignements sur les échantillons de sédiments sont enregistrés et tous les échantillons sont entreposés dans les conditions de conservation qui réduisent au minimum les facteurs pouvant nuire à leur intégrité.

## 2.2 CONSERVATION DES ÉCHANTILLONS DE SÉDIMENTS

---

Il est primordial que le responsable du laboratoire d'analyse et le responsable de l'échantillonnage conviennent au préalable des particularités du mode de conservation des échantillons. Toute consigne précise est expressément signalée au responsable de l'échantillonnage. Il est d'ailleurs recommandé que les responsables des deux équipes communiquent entre eux le plus tôt possible, idéalement au début de la planification des travaux d'échantillonnage.

Le [tableau 2-1](#) présente les différents modes de conservation des échantillons de sédiments humides, séchés, lyophilisés à  $4 \pm 2$  °C ou congelés à une température inférieure ou égale à -18 °C, en fonction des paramètres d'analyse. Le tableau indique le volume d'échantillon requis, le type de contenant à utiliser et le délai de conservation à respecter entre le prélèvement et l'analyse. Ces informations sont intimement liées aux méthodes d'analyse employées. En effet, la sensibilité et les limites de quantification souhaitées définissent le volume d'échantillon à prélever. Les paramètres d'analyse dictent le choix des contenants et le délai de conservation des échantillons. De façon générale, les contenants de plastique ou de téflon ne sont acceptables que lorsque l'analyse porte sur des paramètres physiques ou inorganiques. Les contenants de verre conviennent pour l'ensemble des paramètres. Les contenants en métal sont à éviter. L'analyse de composés volatils nécessite l'emploi d'un contenant individuel, et il est fortement recommandé de remplir le contenant au maximum, de manière à éviter que l'échantillon s'évapore ou s'oxyde au contact de l'oxygène de l'air. Il importe d'accorder une attention particulière aux contenants et à leur niveau de remplissage afin de minimiser le risque de bris provoqué par la congélation des sédiments. Dans certains cas, par exemple pour l'analyse des sulfures volatils acides et des métaux extraits simultanément, un conditionnement sous atmosphère protectrice (flux d'azote) est à conseiller afin d'éviter de perturber les éléments sensibles aux conditions d'oxydoréduction, comme les sulfures.

Il est possible de prolonger la durée de conservation des échantillons destinés aux analyses physico-chimiques de plusieurs années en les congelant à une température inférieure ou égale à -18 °C avant l'expiration du délai recommandé de conservation à  $4 \pm 2$  °C. Il est essentiel d'indiquer le nombre de jours que les échantillons ont passé à  $4 \pm 2$  °C, afin de respecter le délai de conservation après décongélation.

**Tableau 2-1.** Volumes et délais de conservation recommandés pour les échantillons de sédiments<sup>1</sup> selon les paramètres physico-chimiques à analyser

Paramètre	Volume suggéré (mL) <sup>2</sup>	Type de contenant <sup>3</sup>	Délai de conservation à 4 ± 2 °C	Délai de conservation à < -18 °C
Humidité	25	P, T ou V	1 mois	dizaines d'années
Granulométrie	500 à 1000	P, T ou V	1 mois	dizaines d'années
Azote total Kjeldahl	25	P, T ou V	1 mois	dizaines d'années
Phosphore total	25	P, T ou V	6 mois	dizaines d'années
Mercure total	25	P, T ou V	1 mois	dizaines d'années
Métaux extractibles totaux : aluminium, arsenic, bismuth, cadmium, calcium, chrome, cuivre, fer, magnésium, manganèse, nickel, plomb, potassium, sélénium, sodium et zinc	25	P, T ou V	6 mois	dizaines d'années
Soufre total	25	P, T ou V	6 mois	dizaines d'années
Carbone organique total	25	T ou V	1 mois	dizaines d'années
Biphényles polychlorés	300	VA ou VB	14 jours	dizaines d'années
Pesticides organochlorés	50	VA ou VB	14 jours	dizaines d'années
Toxaphène	100	VB	7 jours	dizaines d'années
Hydrocarbures aromatiques polycycliques	300	VB	14 jours	dizaines d'années
Hydrocarbures pétroliers C <sub>10</sub> -C <sub>50</sub>	300	VA	14 jours	dizaines d'années
Dioxines et furanes chlorés	300	VB	14 jours	dizaines d'années
Composés phénoliques	300	VA	14 jours	dizaines d'années
Nonylphénols	100	VA	14 jours	dizaines d'années
Nonylphénols polyéthoxylés	100	VA	14 jours	dizaines d'années
Butylétains	100	P ou V	non disponible	dizaines d'années

<sup>1</sup> Échantillons secs, lyophilisés, humides ou congelés. Aucun agent de conservation n'est requis pour les paramètres présentés dans ce tableau.

<sup>2</sup> Les volumes d'échantillons sont donnés à titre indicatif seulement. Il est recommandé de vérifier avec le laboratoire.

<sup>3</sup> Type de contenant :

P : Les bouteilles et les revêtements des bouchons sont composés des plastiques suivants : polyéthylène de basse ou haute densité, polypropylène, polystyrène, chlorure de polyvinyle ou téflon.

T : Les bouteilles et les revêtements des bouchons sont composés des types de téflon suivant : polytétrafluoroéthylène (TFE), fluoroéthylène-propylène (FEP), perfluoroalkoxy (PFA), chlorotrifluoroéthylène (CTFE), copolymère d'éthylène avec du tétrafluoroéthylène (ETFE) ou avec du chlorotrifluoroéthylène (ECTFE).

V : Les bouteilles sont en verre et les revêtements des bouchons sont en verre, en plastique ou en téflon.

VA : Les bouteilles sont en verre et les revêtements des bouchons sont en aluminium (papier d'aluminium entre l'échantillon et le bouchon) ou en téflon.

VB : Les bouteilles sont en verre ambré (ou en verre clair entouré de papier d'aluminium) et les revêtements des bouchons sont en aluminium (papier d'aluminium entre l'échantillon et le bouchon) ou en téflon.

## 2.3. PRÉPARATION ET LAVAGE DES CONTENANTS

---

Il est essentiel de veiller à ce que les contenants (y compris les bouchons) destinés à l'échantillonnage et, s'ils ne sont pas les mêmes, ceux destinés à la conservation des échantillons ne soient pas une source de contamination. Il est possible de se procurer des contenants prélavés et certifiés pour les analyses organiques et inorganiques auprès de fournisseurs spécialisés en matériels de laboratoire. Pour certains paramètres, l'emploi de contenants neufs exempts de contamination (après vérification) est privilégié. Cependant, il est possible de réemployer les contenants après les avoir nettoyés. La préparation et le lavage des contenants sont effectués par le personnel du laboratoire. Les principales étapes sont résumées ci-dessous.

- Laver les contenants avec un détergent sans phosphate, en frottant toutes les surfaces.
- Les rincer ensuite généreusement à l'eau du robinet puis à l'eau déionisée ou distillée, et les faire sécher. Cette première étape est particulièrement importante lorsqu'on réutilise les contenants.

À ce procédé, s'ajoutent certaines dispositions pour les analyses des paramètres inorganiques et des paramètres organiques.

- Paramètres inorganiques : faire tremper les contenants dans une solution d'acide nitrique à 10 %, les rincer généreusement à l'eau déionisée ou distillée, puis les faire sécher.
- Paramètres organiques : rincer les contenants à l'acétone, à l'hexane, puis de nouveau à l'acétone et les faire sécher.

Il est à noter que les étapes sont les mêmes pour la décontamination des équipements et matériels qui entrent en contact avec l'échantillon au moment de l'échantillonnage (MDDEP, édition courante; EC, 2002b).

### 3. ASSURANCE ET CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

Un laboratoire qui dispose d'un système de gestion de la qualité démontre sa volonté et ses aptitudes à produire des résultats d'analyse qui sont documentés, dont on peut reproduire le processus analytique et retracer les enregistrements. Afin de caractériser des sédiments dans le contexte de l'application des *Critères pour l'évaluation de la qualité des sédiments au Québec* (EC et MDDEP, 2007), ou d'autres critères applicables, le laboratoire doit posséder un système de management reconnu en conformité avec la norme ISO/CEI 17025 : 2005 ou l'équivalent en vigueur au moment des analyses.

#### 3.1. PROGRAMME D'ASSURANCE ET DE CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

Le programme d'assurance et de contrôle de la qualité doit couvrir toutes les étapes d'une étude de caractérisation, des procédés de prélèvement sur le terrain aux enregistrements qui démontrent tout le processus, en passant par la conservation et les déterminations analytiques en laboratoire.

Pour être reconnus conformes, le système de management et le programme d'assurance qualité doivent comprendre les éléments suivants, qui font partie des exigences de la norme ISO/CEI 17025 : 2005.

Prescriptions relatives à la gestion	Prescriptions techniques
<ul style="list-style-type: none"><li>• Organisation</li><li>• Système de gestion</li><li>• Maîtrise de la documentation</li><li>• Revue des demandes, appels d'offres et contrats</li><li>• Sous-traitance des essais</li><li>• Achats de services et fournitures</li><li>• Services au client</li><li>• Réclamations</li><li>• Maîtrise des travaux d'essai non conformes</li><li>• Améliorations</li><li>• Actions correctives</li><li>• Actions préventives</li><li>• Maîtrise des enregistrements</li><li>• Audits internes</li><li>• Revues de gestion</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Personnel</li><li>• Installations et conditions ambiantes</li><li>• Méthodes d'essai et validation des méthodes</li><li>• Équipement</li><li>• Traçabilité des analyses</li><li>• Échantillonnage</li><li>• Manutention des objets d'essai</li><li>• Assurance de la qualité des résultats d'essai</li><li>• Rapport sur les résultats</li></ul>

#### 3.2. CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

Le laboratoire doit répondre aux exigences énoncées dans le document *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie* (DR-12-SCA-01) du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ, édition courante-a). Le document précise les différents éléments devant faire partie d'un contrôle de la qualité efficace lors de la

réalisation d'analyses chimiques. Ces éléments comprennent les exigences relatives aux aménagements, aux réactifs, aux équipements, aux matériaux de référence, aux méthodes d'analyse, à la traçabilité de l'information et aux activités de contrôle de la qualité.

### 3.3. FIABILITÉ D'UNE MÉTHODE D'ANALYSE

---

Le présent guide propose des méthodes d'analyse en fonction des exigences relatives aux critères de performance; il faut donc obtenir des données de fiabilité d'une méthode d'analyse pour savoir si elle répond aux critères prescrits. Un protocole pour déterminer les données de fiabilité est présenté dans le document *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie* (DR-12-VMC) (CEAEQ, édition courante-b). Ce protocole définit les processus employés pour déterminer la fiabilité et valider les méthodes d'analyse, et les termes particuliers qui s'y rattachent. La validation d'une méthode d'analyse requiert l'emploi de plusieurs paramètres permettant de démontrer la précision et l'exactitude de l'analyse : limite de détection de la méthode (LDM), limite de quantification (LQM), fidélité (p. ex. réplicabilité, répétabilité), justesse, sensibilité et récupération. Ces termes sont définis à l'[annexe 1](#).

### 3.4. ÉLÉMENTS DE CONTRÔLE

---

Le laboratoire doit établir pour chaque paramètre analysé les activités de contrôle de la qualité se rapportant à une séquence d'analyse. Un contrôle adéquat de la qualité doit faire référence aux éléments de contrôle suivants : blanc, réplicat, ajout de matériau de référence certifié, étalon d'injection et étalon de recouvrement (ou d'extraction). Ces termes sont définis à l'[annexe 2](#).

Les éléments de contrôle de la qualité doivent toujours être analysés de la même façon et au même moment que les autres échantillons afin de permettre une vérification réelle de la qualité des travaux et des méthodes d'analyse. Le nombre minimal d'éléments de contrôle de la qualité à insérer dans la chaîne analytique est présenté au [tableau 1](#) de l'[annexe 2](#). Le tableau est tiré du document *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie* (DR-12-SCA-01) (CEAEQ, édition courante-a).

### 3.5. QUALITÉ DE L'EAU, DES RÉACTIFS ET DES SOLVANTS

---

L'eau utilisée dans les analyses est déionisée ou distillée et de qualité convenable pour le type d'analyse effectuée. Pour les analyses de chimie inorganique, sa conductivité doit être inférieure ou égale à 2  $\mu\text{mhos/cm}$  à 25 °C (ou sa résistivité supérieure ou égale à 0,5  $\text{M}\Omega/\text{cm}$ ) et être vérifiée hebdomadairement. L'équipement employé pour purifier et analyser l'eau fait l'objet du programme de vérification de l'équipement du laboratoire.

Les réactifs et les solvants respectent les exigences méthodologiques des analyses réalisées. Le laboratoire définit des procédures pour leur achat et pour la vérification de leur qualité avant utilisation. Le laboratoire dispose d'un inventaire à jour des réactifs, solvants et produits chimiques. Les registres d'inventaire indiquent clairement les étalons et les matériaux de référence, avec tous les renseignements nécessaires (*Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie* [DR-12-SCA-01] CEAEQ, édition courante-a).

Les solutions de travail sont identifiées clairement, et un registre de préparation des solutions est maintenu aux fins de la traçabilité.

### 3.6. APPAREILLAGE

---

Les exigences concernant l'équipement d'analyse du laboratoire doivent être énoncées dans le manuel de qualité du laboratoire et conformes aux normes et aux prescriptions auxquelles adhère le laboratoire.

Les principales exigences sont les suivantes :

- Tenir un système d'inventaire de l'équipement;
- Tenir un cahier de vérification de la performance de l'équipement;
- Tenir un registre de calibrage et d'étalonnage selon des fréquences définies;
- Tenir un cahier de procédures de calibrage et d'étalonnage de chaque appareil;
- Tenir un registre d'entretien de l'équipement;
- Tenir un registre des utilisations.

Les balances, les micropipettes, les fours et autres matériels annexes qui influent sur la qualité des analyses doivent faire l'objet du programme de vérification de l'équipement.

## 4. CERTIFICAT D'ANALYSE

Le certificat d'analyse contient suffisamment d'informations pour permettre de bien interpréter les résultats d'analyse des échantillons de sédiments. Les éléments requis dans le certificat sont précisés dans les documents normatifs ISO/CEI 17025 : 2005 – *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*, CAN-P-4<sup>E</sup> – *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais (Adoption d'ISO/CEI 17025)*, et ceux du Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse (PALA), ou les équivalents en vigueur au moment des analyses.

Règle générale, le certificat d'analyse renferme notamment les renseignements suivants :

1. Titre du projet;
2. Nom et adresse du laboratoire qui a effectué les analyses;
3. Identification exclusive du certificat;
4. Nom et adresse du client;
5. Identification de l'échantillon analysé;
6. Nature de l'échantillon analysé;
7. Date du prélèvement de l'échantillon;
8. Nom du préleveur ou de son répondant;
9. Date de réception de l'échantillon;
10. Identification de chacune des pages et indication du nombre total de pages;
11. Méthode de prétraitement et d'analyse des échantillons et tout écart par rapport au protocole cité (voir la section 5.1);
12. Résultats et unités de mesure, en conditions sèches ou en conditions humides, pourcentages de récupération des étalons utilisés et des corrections appliquées, s'il y a lieu;
13. Renseignements sur l'assurance et le contrôle de la qualité, comme les résultats obtenus pour les éléments de contrôle traités à la section 3.4;
14. Signature et titre du superviseur ou de son remplaçant autorisé;
15. Date d'émission du certificat;
16. Avertissement selon lequel le certificat ne doit pas être reproduit, sinon en entier, sans l'autorisation écrite du laboratoire;
17. Mention claire des travaux réalisés en sous-traitance, s'il y a lieu.

## 5. TECHNIQUE GÉNÉRALE DE PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Quand les résultats doivent être comparés aux *Critères pour l'évaluation de la qualité des sédiments au Québec* (EC et MDDEP, 2007), les analyses chimiques effectuées portent obligatoirement sur la fraction des sédiments, tamisés à l'état sec ou humide, dont la taille des particules est inférieure à 2 mm, après une désagrégation suffisante pour briser les agrégats sans écraser les particules siliceuses. Il est primordial que la désagrégation soit superficielle et ne détériore pas l'échantillon.

Lors de la préparation des échantillons, tous les équipements qui entrent en contact avec les sédiments doivent être composés d'un matériel qui ne risque pas d'altérer les résultats. Ainsi, pour l'analyse des substances organiques, il est essentiel d'utiliser des équipements en acier inoxydable (ou en métal) alors que pour l'analyse des substances inorganiques, le téflon (ou le polyéthylène haute densité, ou le nylon) est nécessaire. L'acier inoxydable ou le laiton peuvent être utilisés pour les paramètres inorganiques, mais les tamis ne doivent pas avoir de détérioration visible.

### 5.1. PRÉTRAITEMENT DES ÉCHANTILLONS

---

Les opérations de prétraitement décrites au tableau 5-1 sont employées pour traiter les échantillons de sédiments avant leur analyse chimique. Ces opérations ne sont toutefois pas nécessaires pour déterminer l'humidité, la granulométrie et le carbone organique total, à moins que ces caractéristiques soient requises pour effectuer une correction de la façon de présenter les résultats de la caractérisation chimique. Dans ce cas précis, les mêmes opérations de prétraitement que celles prévues pour l'analyse chimique doivent être effectuées.

S'il s'agit d'établir les caractéristiques physiques pour décrire les sédiments tels qu'ils étaient avant l'échantillonnage (données utiles, entre autres, pour le choix des méthodes de dragage et de gestion des sédiments), le prétraitement n'est pas nécessaire. Encore une fois, on constate l'importance d'une bonne communication entre l'équipe d'échantillonnage et l'équipe d'analyse dès l'étape de la planification, pour convenir explicitement des opérations de prétraitement à effectuer en fonction de chaque cas.

Selon les paramètres requis pour l'étude de caractérisation, il peut être recommandé de procéder à des analyses chimiques à partir d'échantillons humides, secs ou lyophilisés (tableau 5-1). Les résultats pouvant varier en fonction de la méthode de séchage, il convient d'indiquer la méthode dans les certificats d'analyse.

**Tableau 5-1.** Méthodes acceptables de prétraitement des échantillons pour la détermination des caractéristiques physico-chimiques des sédiments

Paramètres	Humide sans traitement	Séchage à 105 °C	Séchage à 60 °C	Séchage à température ambiante	Lyophilisation < 0 °C
<b>Paramètres physiques</b>					
Humidité	OUI	NON	NON	NON	NON
Granulométrie	OUI	NON	NON	OUI	OUI
<b>Paramètres inorganiques</b>					
Azote total Kjeldahl	OUI	NON	NON	NON	OUI
Phosphore total	OUI	NON	NON	NON	OUI
Mercure total	OUI	NON	NON	NON	OUI
Aluminium, arsenic, bismuth, cadmium, calcium, chrome, cuivre, fer, magnésium, manganèse, nickel, plomb, potassium, sélénium, sodium et zinc	OUI	OUI	OUI	OUI	OUI
Soufre total	NON	OUI	OUI	OUI	OUI
<b>Paramètres organiques</b>					
Carbone organique total	OUI	NON	NON	NON	OUI
Biphényles polychlorés	OUI	NON	NON	OUI	OUI
Pesticides organochlorés	OUI	OUI	OUI	OUI	OUI
Toxaphène	OUI	OUI	OUI	OUI	OUI
Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)	OUI	NON	NON	NON	OUI
Hydrocarbures pétroliers C <sub>10</sub> -C <sub>50</sub>	OUI	NON	NON	NON	OUI
Dioxines et furanes chlorés	OUI	NON	NON	OUI	OUI
Composés phénoliques	OUI	NON	NON	NON	OUI
Nonylphénols	OUI	NON	NON	NON	OUI
Nonylphénols polyéthoxylés (NPEO)	OUI	NON	NON	NON	OUI
Butylétains	OUI	NON	NON	OUI	OUI

### 5.1.1. Prétraitement pour les dosages sur sédiments secs

Lorsque les sédiments sont analysés à sec, une aliquote est d'abord prélevée pour la détermination du taux d'humidité de l'échantillon. La décantation des échantillons n'est pas souhaitable. Il est recommandé de réintégrer l'eau dans les sédiments par brassage avant de prélever l'aliquote, afin d'éviter la perte des contaminants plus solubles. On procède par la suite aux étapes de prétraitement des échantillons indiquées ci-dessous.

#### Séchage

Il existe plusieurs techniques de séchage – à la température ambiante sous la hotte, au four à 105 °C, par lyophilisation à une température inférieure à 0 °C, etc. Le choix est dicté par les propriétés physiques et chimiques du paramètre à doser dans les sédiments (tableau 5-1). L'échantillon doit être séché jusqu'à l'obtention d'un poids constant.

#### Tamissage à 2 mm

La portion séchée des sédiments est passée au tamis de 2 mm afin d'éliminer les débris grossiers et les graviers. Pour ce faire, les agrégats de particules doivent être désagrégés délicatement à l'aide d'une spatule. Il est primordial de ne pas broyer l'échantillon pour ne pas le détériorer, c'est-à-dire pour ne pas modifier la granulométrie des sédiments. Attention de ne pas casser les coquillages et de ne pas « égrainer » inutilement la matière. Les particules retenues par le tamis ne sont pas conservées pour la suite du prétraitement.

#### Homogénéisation

La fraction des sédiments ayant passé le tamis est recueillie dans un contenant approprié. L'échantillon est ensuite bien homogénéisé à l'aide d'une spatule ou d'une tige avant le prélèvement d'une aliquote pour l'analyse.

Notons que si le besoin de gestion des sédiments est différent ou encore si les paramètres d'analyse ne sont pas les mêmes que ceux présentés à la section 6, il faut définir les étapes de prétraitement et les présenter explicitement dans le certificat d'analyse.

### 5.1.2. Prétraitement pour les dosages sur sédiments humides

Lorsqu'il est recommandé d'effectuer les analyses chimiques sur sédiments humides, les résultats de ces analyses sont présentés en poids sec pour permettre le rapprochement avec les critères de qualité (EC et MDDEP, 2007). La décantation des échantillons n'est pas souhaitable. Il est recommandé de réintégrer l'eau dans les sédiments par brassage avant de prélever l'aliquote, afin d'éviter la perte des contaminants plus solubles. Pour les dosages à l'état humide, les étapes de prétraitement des échantillons sont les suivantes.

#### Tamissage à 2 mm

L'échantillon humide est passé par portions successives au tamis de 2 mm, sans ajout d'eau, afin d'éliminer les débris grossiers et les graviers. Pour ce faire, on peut désagréger délicatement les agrégats de particules à l'aide d'une spatule, sans modifier la granulométrie originelle des sédiments. Il est primordial que ce broyage soit superficiel et ne détériore pas l'échantillon. Attention de ne pas casser

les coquillages et de ne pas « égrainer » inutilement la matière. Après le tamisage, les particules retenues par le tamis sont éliminées.

### **Homogénéisation**

La fraction des sédiments ayant passé le tamis est recueillie dans un contenant approprié. Il est recommandé de réintégrer l'eau dans les sédiments par brassage, afin d'éviter la perte des contaminants plus solubles. L'échantillon est ensuite bien homogénéisé à l'aide d'une spatule ou d'une tige avant le prélèvement d'une aliquote pour l'analyse.

Cependant, si le besoin de gestion des sédiments est différent ou encore si les paramètres ne sont pas les mêmes que ceux présentés à la section 6, il faut définir les étapes de prétraitement et les présenter explicitement dans le certificat d'analyse. De plus, si les sédiments contiennent un pourcentage d'eau très élevé (>60%) une lyophilisation peut être envisagée. Cela doit être discuté avec le laboratoire d'analyse.

## 6. CARACTÉRISATION PHYSICO-CHIMIQUE

Le principal objectif de cette section est de recommander les méthodes qui conviennent pour la caractérisation des paramètres selon les *Critères pour l'évaluation de la qualité des sédiments au Québec* (EC et MDDEP, 2007) ainsi que de paramètres complémentaires.

Dans cette section, les paramètres d'analyse sont présentés un par un comme suit :

1. Le principe et la théorie de la méthode d'analyse présentant 1) le paramètre à analyser et, quand cela est pertinent, les sources principales de rejets dans l'environnement ainsi que l'importance d'évaluer ce paramètre pour les sédiments, 2) le principe et la théorie de la méthode recommandée propres au paramètre décrit. Les méthodes présentées le sont à titre indicatif et sont appelées à évoluer avec les technologies.
2. Les critères de qualité des sédiments qui s'appliquent, s'ils existent. Ainsi, dans ce chapitre, les « critères de qualité des sédiments au Québec » renvoient aux *Critères pour l'évaluation de la qualité des sédiments au Québec et cadres d'application : prévention, dragage et restauration* (EC et MDDEP, 2007) ou à ses mises à jour éventuelles.
3. La quantité d'échantillon et le mode de conservation et de prétraitement recommandés des échantillons, en complément des informations données aux sections 2 à 5 du présent guide.
4. Les critères de performance requis par la méthode recommandée et établis en fonction des limites analytiques des laboratoires du CEAEQ et d'Environnement et Changement climatique Canada. Les critères d'acceptabilité des résultats selon la plage d'acceptabilité définie par le laboratoire quant aux éléments de contrôle. Les fréquences minimales d'insertion des éléments de contrôle sont présentées au [tableau 1](#) de l'[annexe 2](#). Les termes utilisés pour les critères de performance et les critères d'acceptabilité sont définis pour chacun des paramètres d'analyse à la section « Assurance et contrôle de la qualité ».
5. Les références aux méthodes d'analyse reconnues et validées qui satisfont les critères de performance établis dans le guide.

## 6.1. HUMIDITÉ

---

### 6.1.1. Principe et théorie

La détermination de l'humidité est la mesure de la teneur en eau des sédiments, l'eau pouvant représenter jusqu'à 90 % du poids des sédiments en place. L'humidité est exprimée comme le rapport, en pourcentage, du poids d'eau contenu dans un volume des sédiments au poids de l'échantillon total.

Cette information sert, entre autres, à corriger ou à interpréter les résultats des analyses d'autres paramètres. En effet, la connaissance du degré d'humidité d'un échantillon permet de convertir sa teneur en contaminants en poids sec, lorsque les analyses doivent être effectuées à partir de sédiments humides, et vice versa. Pour cette raison, il est important de déterminer l'humidité sur un sous-échantillon représentatif de l'échantillon soumis aux analyses des paramètres d'intérêt. Par ailleurs, la teneur en eau des sédiments est un paramètre utile pour apprécier les caractéristiques physiques des sédiments (densité, porosité, etc.).

La méthode choisie doit permettre de sécher l'échantillon jusqu'à un poids constant, sans entraîner de perte significative des composés volatils. Le séchage à 105 °C ou moins, la déshydratation lente à la température ambiante ou la lyophilisation sont des méthodes satisfaisantes.

Les résultats sont exprimés en pourcentage du poids.

### 6.1.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments

Il n'existe pas de critère de qualité relatif à la teneur en humidité des sédiments au Québec. Toutefois, tous les résultats d'analyses chimiques qui seront comparés aux *Critères pour l'évaluation de la qualité des sédiments au Québec* doivent être présentés en poids sec (EC et MDDEP, 2007).

### 6.1.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire que le volume d'échantillon ainsi que la méthode de conservation et de prétraitement soient conformes à ce qui est présenté aux chapitres 2 à 5.

### 6.1.4. Critères de performance et acceptabilité des résultats

Le choix d'une méthode d'analyse de la teneur en humidité doit permettre de respecter les critères de performance suivants :

Caractéristique	Critère de performance
Limite de détection	0,5 %

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire de respecter les fréquences minimales d'insertion des éléments de contrôle présentées aux [tableaux 1 et 2](#) de l'[annexe 2](#). De plus, il faut que les résultats relatifs aux éléments de contrôle satisfassent aux critères d'acceptabilité définis. Le tableau ci-dessous indique quels sont ces critères.

Caractéristique	Critère d'acceptabilité
Matériau de référence	La valeur obtenue doit se situer dans l'intervalle de $\pm 2$ écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour les échantillons de contrôle. Lorsque la valeur obtenue se situe entre 2 et 3 écarts types, il y a mise en garde. Lorsque la valeur obtenue dépasse 3 écarts types, le résultat est hors critère.
Duplicata	L'écart entre les duplicatas doit être de 30 % ou moins.

### 6.1.5. Méthodes d'analyse recommandées

- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Détermination des solides totaux et des solides totaux volatils : méthode gravimétrique*, MA. 100 – S.T. 1.1. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.
- Environnement Canada. *Détermination du pourcentage d'humidité des sols, sédiments et boues*, E0009D. Laboratoire des Prairies et du Nord. (Version en vigueur disponible sur demande adressée à : [ec.enviroinfo.ec@canada.ca](mailto:ec.enviroinfo.ec@canada.ca)).

## 6.2. GRANULOMÉTRIE

---

### 6.2.1. Principe et théorie

L'analyse granulométrique vise à déterminer la distribution des tailles des particules constituant les sédiments. Cette analyse aide à l'interprétation des données géochimiques et permet d'évaluer les effets physiques du dragage et du dépôt des sédiments, en regard notamment de l'hydrodynamique et de la dynamique sédimentaire. La granulométrie des sédiments peut également être considérée comme une variable de l'habitat des communautés benthiques et faire partie de l'interprétation de la biodisponibilité des contaminants ainsi que des résultats des essais de toxicité.

Dans le fleuve Saint-Laurent, la quantité de matière organique est généralement faible (< 2,5 %). Il n'est donc pas nécessaire d'éliminer la matière organique avant de faire l'analyse granulométrique. Toutefois, s'il est nécessaire de connaître le volume occupé par la matière organique, cette dernière peut être éliminée à l'aide de peroxyde d'hydrogène ou par combustion. C'est notamment le cas lorsqu'on cherche à définir la porosité et la densité spécifique des sédiments.

Il est recommandé d'effectuer l'analyse granulométrique par un tamisage humide pour l'ensemble des échantillons. Le tamisage s'effectue sur plusieurs tamis, dont les mailles vont de 0,0625 mm à 16 mm. Idéalement, on emploie les tamis de 4 mm, 2 mm, 1 mm, 0,500 mm, 0,025 mm, 0,125 mm et 0,0625 mm afin de couvrir l'ensemble de la distribution granulométrique des sables ([tableau 6-1](#)). Les fractions plus fines que 0,0625 mm ([tableau 6-1](#)) sont déterminées à l'aide des méthodes manuelles classiques (pipette, hydromètre) ou instrumentales (p. ex. Coulter Counter<sup>®</sup>, Sedigraph<sup>®</sup>, Brinkman PSA<sup>®</sup>). La vitesse de sédimentation, la zone de sensibilité électrique, la théorie de la durée de transition laser, la spectroscopie par diffraction au laser ou l'analyse de l'image sont les principaux principes sur lesquels se fondent ces méthodes. Une combinaison de plusieurs méthodes peut être efficace pour obtenir une détermination plus raffinée de la granulométrie. La proportion de chacune des classes granulométrique, exprimée en pourcentage du poids sec, est obtenue par gravimétrie ou à partir de calculs propres à l'instrument de mesure, selon la méthode employée.

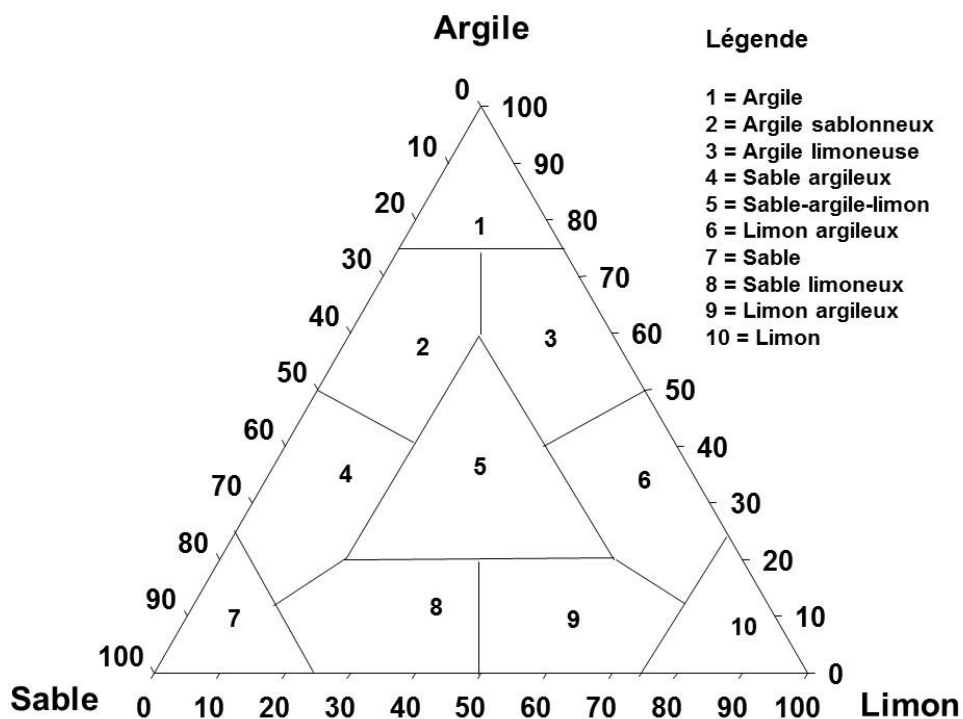
**Tableau 6-1.** Classification généralement utilisée pour la taille des particules

Méthode	Taille (mm)	Taille (PHI) <sup>1</sup>	Classe Wentworth <sup>2</sup>
Tamisage humide	> 16	≤ -4	Gravier très grossier
	≤ 16 et > 8	≤ -3 et > -4	Gravier grossier
	≤ 8 et > 4	≤ -2 et > -3	Gravier fin
	≤ 4 et > 2	≤ -1 et > -2	Gravier très fin
	≤ 2 et > 1	≤ 0 et > -1	Sable très grossier
	≤ 1 et > 0,5	≤ 1 et > 0	Sable grossier
	≤ 0,5 et > 0,25	≤ 2 et > 1	Sable moyen
	≤ 0,25 et > 0,125	≤ 3 et > 2	Sable fin
	≤ 0,125 et > 0,0625	≤ 4 et > 3	Sable très fin
Pipette, hydromètre ou système numérique	≤ 0,0625 et > 0,031	≤ 5 et > 4	Limon grossier
	≤ 0,031 et > 0,0156	≤ 6 et > 5	Limon moyen
	≤ 0,0156 et > 0,008	≤ 7 et > 6	Limon fin
	≤ 0,008 et > 0,004	≤ 8 et > 7	Limon très fin
	≤ 0,004	> 8	Argile

<sup>1</sup> La taille PHI est la valeur logarithmique en base 2 de la taille en mm.

<sup>2</sup> Selon Wentworth (1922).

Les résultats sont exprimés en pourcentage des fractions granulométriques pertinentes selon les objectifs de l'étude. Minimale, il est pertinent d'obtenir les pourcentages de sable, de limon et d'argile pour classer les sédiments selon le diagramme ternaire de Shepard (1954) présenté dans la figure suivante :



## 6.2.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments

Au Québec, il n'existe pas de critère de qualité relatif à la granulométrie des sédiments. Toutefois, un échantillon de sédiments doit contenir une proportion suffisante de particules fines pour permettre la réalisation des analyses physico-chimiques. D'ailleurs, dans le document relatif aux critères, il est indiqué que ceux-ci s'appliquent à tous les types de sédiments, sauf à ceux dont les particules ont une taille supérieure à 2 mm (EC et MDDEP, 2007).

## 6.2.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement

Pour que les résultats de l'analyse soient acceptables, il est nécessaire que le volume d'échantillon et que la méthode de conservation et de prétraitement soient conformes à ce qui est présenté aux chapitres 2 à 5.

Par ailleurs, l'échantillon de sédiments peut être conservé congelé ou humide dans un contenant de verre ou de plastique à une température maximale de  $4 \pm 2$  °C ou séché à la température ambiante en attendant l'analyse. Dans les conditions de conservation des sédiments secs ou congelés, il n'y a pas de délai prescrit pour l'analyse. Cependant, si les sédiments sont séchés, il faut utiliser un dispersant comme l'hexamétophosphate de sodium (5 %) avant l'analyse afin de dissocier les agglomérats qui se seront formés au moment du séchage. En effet, les sédiments du fleuve Saint-Laurent et de ses affluents peuvent contenir plus de 20 % d'argile issue des dépôts de la mer de Champlain, et cette argile a tendance à s'agglomérer au moment du séchage.

## 6.2.4. Critères de performance et acceptabilité des résultats

Le choix d'une méthode d'analyse de la granulométrie doit permettre de respecter les critères de performance suivants :

Caractéristique	Critère de performance
Limite de détection	0,01 % (précision de la balance)

En l'absence de matériau de référence, comme c'est le cas pour la granulométrie, ce matériau peut être remplacé par 10 à 15 % de duplicata.

## 6.2.5. Méthodes d'analyse recommandées

- ASTM. *Standard method for particle-size analysis of soil*, ASTM D422-63.
- McKeague, J. A., et C. De Kimpe. 1980. *Manuel des méthodes d'échantillonnage et d'analyse des sols*. Société canadienne de la science du sol, p 16-31.
- Environnement Canada. *Analyse granulométrique des sédiments – Méthode par hydrométrie et tamisage*, CPQ007S et E0011S. Laboratoire des essais environnementaux du Québec et laboratoire des essais environnementaux des Prairies et du Nord. (Version en vigueur disponible sur demande adressée à : [ec.enviroinfo.ec@canada.ca](mailto:ec.enviroinfo.ec@canada.ca)).
- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Détermination de la granulométrie*. MA. 100 – Gran 2.0. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.

## 6.3. AZOTE TOTAL KJELDAHL ET PHOSPHORE TOTAL

---

### 6.3.1. Principe et théorie

Avec le carbone, l'azote et le phosphore constituent les macronutriments les plus importants dans le milieu aquatique. Ils y sont normalement présents en équilibre naturel dans l'eau, les sédiments et les organismes vivants. L'équilibre peut être modifié par leur trop grand apport de sources anthropiques. L'excès d'azote et de phosphore peut conduire à différentes manifestations telles que des fleurs d'eau (efflorescences d'algues), l'accélération de l'eutrophisation et la diminution des concentrations d'oxygène dans l'eau de surface et les sédiments.

La méthode Kjeldahl permet de doser simultanément l'azote ammoniacal et l'azote organique présents dans les sédiments. Ces deux formes d'azote résultent de l'action des processus naturels de décomposition sur la matière organique d'origine naturelle ou anthropique. Le phosphore total représente l'ensemble du phosphore présent sous forme de phosphates ou de composés organophosphorés dans les sédiments. Comme pour l'azote, la décomposition de la matière organique est une source majeure du phosphore dans les sédiments.

Plusieurs méthodes permettent de déterminer l'azote total et le phosphore total dans les sédiments. La méthode Kjeldahl consiste en une minéralisation à chaud dans de l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur. Il existe un procédé qui permet de déterminer l'azote total Kjeldahl et le phosphore total à partir d'une même étape de minéralisation suivie d'un dosage combiné ou individuel. Tout le phosphore est décomposé en orthophosphate, et les composés organiques azotés, en azote ammoniacal. Lors du dosage par colorimétrie, l'ion orthophosphate forme du bleu de molybdène, dont l'absorbance à 660 nm est proportionnelle à la concentration. Dans le cas du dosage de l'azote total Kjeldahl, l'azote ammoniacal devient un complexe salicylate ammoniacal dont l'absorbance à 660 nm est proportionnelle à la concentration. Le phosphore total peut également être dosé par spectrométrie de masse couplée à un plasma inductif (ICP-MS) après une digestion, comme pour les analyses de métaux.

Les résultats sont exprimés en mg/kg de sédiments secs en tenant compte du pourcentage d'humidité de l'échantillon.

### 6.3.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments

Il n'existe pas de critères de qualité relatif à la teneur en azote total Kjeldahl et en phosphore total des sédiments au Québec. Toutefois, ces substances peuvent être la cause de proliférations d'algues et de problèmes d'eutrophisation qu'il peut être pertinent d'évaluer lors d'activités de dragage ou de restauration de sites contaminés.

### 6.3.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire que le volume d'échantillon et que la méthode de conservation et de prétraitement soient conformes à ce qui est présenté aux chapitres 2 à 5.

### 6.3.4. Critères de performance et acceptabilité des résultats

Le choix d'une méthode d'analyse de ces nutriments doit permettre de respecter les critères de performance suivants :

#### pour l'azote Kjeldahl

Caractéristique	Critère de performance
Limite de détection	100 mg de N/kg

#### pour le phosphore total

Caractéristique	Critère de performance
Limite de détection	200 mg de P/kg

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire de respecter les fréquences minimales d'insertion des éléments de contrôle présentées aux [tableaux 1 et 2](#) de l'[annexe 2](#). De plus, il faut que les résultats de ces éléments satisfassent aux critères d'acceptabilité définis. Le tableau ci-dessous indique quels sont ces critères.

Caractéristique	Critère d'acceptabilité
Matériau de référence	La valeur obtenue doit se situer dans l'intervalle de $\pm 2$ écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour les échantillons de contrôle. Lorsque la valeur obtenue se situe entre 2 et 3 écarts types, il y a mise en garde. Lorsque la valeur obtenue dépasse 3 écarts types, le résultat est hors critère.
Blanc	Lorsque le blanc présente une concentration mesurable qui est trois fois supérieure à la LDM, le résultat est soustrait à moins qu'il s'agisse d'une contamination isolée, reliée au blanc seulement et démontrable.
Duplicata	L'écart entre les duplicatas doit être de 30 % ou moins.

### 6.3.5. Méthodes d'analyse recommandées

- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Détermination de l'azote total Kjeldahl et du phosphore total : digestion acide – méthode colorimétrique automatisée*, MA. 300 – NTPT 2.0. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.

## 6.4. MERCURE TOTAL

---

### 6.4.1. Principe et théorie

Dans l'environnement, le mercure se trouve sous de nombreuses formes inorganiques et organiques. Règle générale, toutes les formes présentent une forte affinité pour la matière organique et les sulfures. Puisqu'une bonne partie de la matière organique présente dans le milieu aquatique l'est sous forme particulaire ou colloïdale, le mercure a tendance à être facilement transféré de la colonne d'eau vers les sédiments.

Le mercure étant un élément très volatil, les échantillons ne peuvent être séchés. Par conséquent, pour l'analyse, on pèse l'échantillon à l'état humide ou on utilise un échantillon lyophilisé.

La détermination du mercure dans les sédiments s'effectue par différentes méthodes de dosage telles que l'absorption atomique ou la fluorescence atomique à la vapeur froide, la spectrométrie de masse couplée à un plasma inductif (ICP-MS) après digestion des échantillons ou par analyse directe par absorption atomique avec combustion de l'échantillon.

Pour la méthode par vapeur froide, dans une première étape, l'échantillon est pesé et minéralisé avec des acides forts en milieu oxydant. Cette étape permet de décomposer la matière organique et amène le mercure sous forme d'ions mercuriques ( $\text{Hg}^{2+}$ ). Dans une seconde étape, les ions mercuriques sont réduits en mercure élémentaire par une solution de chlorure stanneux ( $\text{SnCl}_2$ ), avant d'être amenés sous forme gazeuse dans une cellule. Le mercure contenu dans la cellule est alors dosé par spectrophotométrie d'absorption atomique ou par fluorescence atomique.

Pour la méthode ICP-MS, l'échantillon est pesé, puis minéralisé avec des acides forts en milieu oxydant avant d'être dosé.

Pour l'analyse directe du mercure, l'échantillon est pesé, puis décomposé thermiquement dans un four à température contrôlée en présence d'oxygène. Les gaz de combustion sont ensuite traités dans un tube catalytique chauffé à 750 °C et le mercure est amalgamé sur un support en or. Après désorption par chauffage, le mercure est dosé par absorption atomique.

Les résultats sont exprimés en mg/kg de sédiments secs en tenant compte du pourcentage d'humidité de l'échantillon.

### 6.4.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments

Des critères de qualité relatifs à la teneur en mercure dans les sédiments ont été adoptés au Québec (EC et MDDEP, 2007). Comme pour les métaux, ils s'appliquent à la concentration extractible totale déterminée soit en minéralisant les sédiments avec des acides forts (nitrique, sulfurique et chlorhydrique) en milieu oxydant, soit en les décomposant thermiquement et chimiquement dans un four à combustion. Cette approche différente par rapport aux autres métaux découle de considérations analytiques propres au mercure. Aux fins de la gestion en milieu terrestre de sédiments dragués, la concentration mesurée est jugée en fonction des critères de qualité des sols.

### 6.4.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire que le volume d'échantillon et que la méthode de conservation et de prétraitement soient conformes à ce qui est présenté aux chapitres 2 à 5.

### 6.4.4. Critères de performance et acceptabilité des résultats

Les méthodes d'analyse employées pour le mercure doivent respecter les limites de détection équivalentes ou inférieures aux valeurs des critères de qualité des sédiments qui seront utilisés pour l'étude. Tous les critères de performance sont calculés à partir du poids sec des sédiments. Les méthodes d'analyse employées doivent ainsi respecter les performances et critères définis dans le tableau suivant :

Caractéristique	Critère de performance
Limite de détection	0,05 mg/kg

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire de respecter les fréquences minimales d'insertion des éléments de contrôle présentées aux [tableaux 1 et 2](#) de l'[annexe 2](#). De plus, il faut que les résultats de ces éléments satisfassent aux critères d'acceptabilité définis. Le tableau ci-dessous indique quels sont ces critères.

Caractéristique	Critère d'acceptabilité
Matériau de référence	La valeur obtenue doit l'intervalle de $\pm 2$ écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour ces échantillons de contrôle. Lorsque la valeur obtenue se situe entre 2 et 3 écarts types, il y a mise en garde. Lorsque la valeur obtenue dépasse 3 écarts types, le résultat est hors critère.
Blanc	Lorsque le blanc présente une concentration mesurable qui est trois fois supérieure à la LDM, le résultat est soustrait à moins qu'il s'agisse d'une contamination isolée, reliée au blanc seulement et démontrable.
Duplicata	L'écart entre les duplicatas doit être de 30 % ou moins.

### 6.4.5. Méthodes d'analyse recommandées

- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Détermination des métaux : méthode par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon*, MA. 200 – Mét. 1.2. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.
- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Détermination du mercure dans les tissus biologiques et les sédiments par décomposition thermique : dosage par photométrie UV*, MA.207-Hg 2.0. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.
- Environnement Canada. 2008. *Analyse du mercure total dans les sédiments*, Q0143S et E0260S. Laboratoire des essais environnementaux du Québec et laboratoire des essais environnementaux des Prairies et du Nord. (Version en vigueur disponible sur demande adressée à : [ec.enviroinfo.ec@canada.ca](mailto:ec.enviroinfo.ec@canada.ca)).

- Environnement Canada. *Procédure standard d'opération pour l'analyse du mercure dans les solides par décomposition thermique, amalgamation et spectrométrie d'absorption atomique*, B0406S. Laboratoire des essais environnementaux national. (Version en vigueur disponible sur demande adressée à : [ec.enviroinfo.ec@canada.ca](mailto:ec.enviroinfo.ec@canada.ca)).

## 6.5. ALUMINIUM, ARSENIC, CADMIUM, CALCIUM, CHROME, CUIVRE, FER, MAGNÉSIUM, MANGANÈSE, NICKEL, PLOMB, SÉLÉNIUM ET ZINC

---

### 6.5.1. Principe et théorie

Les métaux et métalloïdes sont des éléments qui se trouvent naturellement dans l'environnement. Néanmoins, des concentrations élevées observées dans les sédiments sont généralement associées à des sources anthropiques. Selon leur origine et les conditions qui prévalent dans le milieu, les métaux seront présents sous diverses formes plus ou moins disponibles pour les organismes vivants. Suivant la forme, le métal sera plus ou moins extractible par les méthodes d'analyse des métaux.

Trois méthodes sont fréquemment employées pour extraire les métaux d'un échantillon de sédiments. La méthode « des métaux totaux » utilise l'acide fluorhydrique. La méthode « des métaux extractibles totaux » a recours à l'acide nitrique et à l'acide chlorhydrique. Enfin, la méthode « des métaux extractibles au HCl » emploie l'acide chlorhydrique 1N pour solubiliser les métaux. L'extraction au HCl est plus douce et rend compte des métaux potentiellement biodisponibles à court terme, alors que la méthode des métaux totaux extrait tous les métaux, même ceux qui sont emprisonnés dans la matrice de silice. L'agressivité de la méthode des métaux extractibles totaux se situe entre les deux. Cette méthode extrait les métaux qui présentent un potentiel de biodisponibilité à court, moyen et même long terme. Mentionnons qu'il existe d'autres approches analytiques pour la détermination des métaux dans les sédiments, comme les extractions séquentielles qui permettent de doser séparément différents regroupements d'espèces métalliques dans un même échantillon. Ces approches plus spécialisées peuvent être utiles pour des études qui exigent des informations plus pointues.

Les *Critères pour l'évaluation de la qualité des sédiments au Québec* s'appliquent aux concentrations extractibles totales obtenues par minéralisation à chaud des sédiments au moyen d'un mélange d'acide nitrique et d'acide chlorhydrique (HCl et HNO<sub>3</sub>) appelé eau régale (EC et MDDEP, 2007). La méthode permet de déterminer la quantité de métaux échangeables, liés aux carbonates, aux oxydes de fer et de manganèse ainsi qu'à la matière organique et aux sulfures. Étant donné que son utilisation est généralisée depuis longtemps, elle permet d'effectuer des comparaisons temporelles. L'expression « métaux extractibles totaux » est souvent utilisée pour décrire cette méthode, mais elle ne lui est pas réservée. Il est ainsi préférable de toujours préciser l'agent d'extraction, soit, dans le cas de la méthode préconisée, « des métaux extractibles à l'eau régale ». Le dosage peut être réalisé en spectrophotométrie d'absorption atomique à atomisation électrothermique, ou en spectrométrie d'émission au plasma d'argon avec détection spectrométrique ou de masse (ICP-AES, OES ou MS). Dans le cas de l'arsenic, une étape de génération d'hydrure est nécessaire si le dosage est réalisé en spectrophotométrie d'absorption atomique à la flamme.

Précisons enfin que les méthodes d'analyse de métaux ne se limitent habituellement pas aux dosages, dont il est question ici, et qu'elles permettent donc d'avoir accès, au besoin, à une caractérisation plus exhaustive des métaux présents dans l'échantillon de sédiments.

Les résultats sont exprimés en mg/kg de sédiments secs.

### 6.5.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments

Des critères de qualité relatifs à la teneur en arsenic, cadmium, chrome, cuivre, nickel, plomb et zinc dans les sédiments ont été adoptés au Québec (EC et MDDEP, 2007). Ils s'appliquent à la concentration extractible totale. Dans les cas de la gestion en milieu terrestre de sédiments dragués, la concentration mesurée est jugée en fonction des critères de qualité des sols.

### 6.5.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire que le volume d'échantillon et que la méthode de conservation et de prétraitement soient conformes à ce qui est présenté aux chapitres 2 à 5.

### 6.5.4. Critères de performance et acceptabilité des résultats

Les méthodes d'analyse employées pour les métaux doivent respecter les limites de détection équivalentes ou inférieures aux valeurs des critères de qualité des sédiments qui seront utilisés pour l'étude. Tous les critères de performance sont calculés à partir du poids sec des sédiments. Les méthodes d'analyse employées doivent respecter les performances et critères définis dans le tableau suivant :

Élément	Limite de détection (mg/kg)
Al	20
As	2
Ca	30
Cd	0,15
Cr	25
Cu	10
Fe	20
Mg	24
Mn	9
Ni	20
Pb	10
Se	1
Zn	40

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire de respecter les fréquences minimales d'insertion des éléments de contrôle présentées aux [tableaux 1 et 2](#) de l'[annexe 2](#). De plus, il faut que les résultats de ces éléments satisfassent aux critères d'acceptabilité définis. Le tableau ci-dessous indique quels sont ces critères.

Caractéristique	Critère d'acceptabilité
Matériau de référence	La valeur obtenue doit se situer dans l'intervalle de $\pm 2$ écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour ces échantillons de contrôle. Lorsque la valeur obtenue se situe entre 2 et 3 écarts types, il y a mise en garde. Lorsque la valeur obtenue dépasse 3 écarts types, le résultat est hors critère.
Blanc	Lorsque le blanc présente une concentration mesurable qui est trois fois supérieure à la LDM, le résultat est soustrait à moins qu'il s'agisse d'une contamination isolée, reliée au blanc seulement et démontrable.
Duplicata	L'écart entre les duplicatas doit être de 30 % ou moins.

### 6.5.5. Méthodes d'analyse recommandées

- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Détermination des métaux – méthode par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon*, MA. 200 – Mét. 1.2. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.
- Environnement Canada. *Analyse des métaux totaux par ICP-MS*, CPQ134E et E0263D. Laboratoire des essais environnementaux du Québec et laboratoire des essais environnementaux des Prairies et du Nord. (Version en vigueur disponible sur demande adressée à : [ec.enviroinfo.ec@canada.ca](mailto:ec.enviroinfo.ec@canada.ca)).
- Environnement Canada. *Procédure opérationnelles standard pour l'analyse des métaux extractibles totaux dans les solides par digestion aux blocs chauffants « aqua regia » et spectrométrie de masse (crc-icp-qms)*, B0403S. Laboratoire des essais environnementaux national. (Version en vigueur disponible sur demande adressée à : [ec.enviroinfo.ec@canada.ca](mailto:ec.enviroinfo.ec@canada.ca)).
- USEPA. *Microwave assisted acid digestion of sediments, sludge, soils and oils*, Method 3051A-2 Revision 1. February 2007.

## 6.6. SOUFRE TOTAL

### 6.6.1. Principe et théorie

Dans les sédiments, le soufre peut-être d'origine naturelle ou anthropique. Les sulfures forment un groupe d'environ 350 minéraux, dont les plus communs sont le monosulfure de fer (FeS) et la pyrite (FeS<sub>2</sub>), qui ont comme principale caractéristique de s'oxyder, libérant ainsi le soufre et les contaminants qui y étaient associés. Les sulfures sont présents dans la plupart des minerais de cuivre, de zinc et de plomb qui sont en exploitation au Québec. On les trouve en abondance dans plusieurs roches sédimentaires et volcaniques comme celles des Appalaches et du Bouclier Canadien. Le groupe minéral des sulfates (SO<sub>4</sub>) compte environ 220 minéraux dont le plus connu est le gypse (sulfate de calcium). Le soufre sous forme de sulfures peut également provenir de la réduction de sulfates par les bactéries sulfato-réductrices dans un milieu riche en matière organique et déficient en oxygène. Enfin, et toujours de manière naturelle, le soufre se présente sous différentes formes organiques, principalement dans le pétrole, le charbon et le gaz naturel. L'apport anthropique de soufre dans l'environnement provient surtout des procédés industriels de traitement et de transformation des minéraux et des produits pétroliers. Solubles et friables, les sulfates sont abondamment utilisés comme engrais chimiques, pour la fabrication des panneaux de gypse et aussi comme pesticides dans les peintures.

La méthode d'analyse préconisée permet d'obtenir la concentration de soufre total à l'aide d'un détecteur infrarouge. L'échantillon est chauffé, puis inséré dans un four à haute température en présence d'oxygène afin de dégrader la matière en dioxyde de soufre.

Les résultats sont exprimés en mg/kg de sédiments secs.

### 6.6.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments

Il n'existe pas de critère de qualité relatif à la teneur en soufre total des sédiments au Québec. Toutefois, l'analyse du soufre total est recommandée lors de la caractérisation des sédiments pour l'évaluation du risque écotoxicologique du rejet en eau libre des sédiments, en soutien à la gestion des projets de dragage en eau douce (MDDEFP et EC, 2013).

### 6.6.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire que le volume d'échantillon et que la méthode de conservation et de prétraitement soient conformes à ce qui est présenté aux chapitres 2 à 5.

### 6.6.4. Critères de performance et acceptabilité des résultats

Tous les critères de performance sont calculés à partir du poids sec des sédiments. Les méthodes d'analyse employées doivent respecter les performances et critères définis dans le tableau suivant :

Caractéristique	Critère de performance
Limite de détection	100 mg/kg

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire de respecter les fréquences minimales d'insertion des éléments de contrôle présentées aux [tableaux 1 et 2](#) de l'[annexe 2](#). De plus, il faut que les résultats de ces éléments satisfassent aux critères d'acceptabilité définis. Le tableau ci-dessous indique quels sont ces critères.

Caractéristique	Critère d'acceptabilité
Matériau de référence	La valeur obtenue doit se situer dans l'intervalle de $\pm 2$ écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour ces échantillons de contrôle. Lorsque la valeur obtenue se situe entre 2 et 3 écarts types, il y a mise en garde. Lorsque la valeur obtenue dépasse 3 écarts types, est hors critère.
Blanc	Lorsque le blanc présente une concentration mesurable qui est trois fois supérieure à la LDM, le résultat est soustrait à moins qu'il s'agisse d'une contamination isolée, reliée au blanc seulement et démontrable.
Duplicata	L'écart entre les duplicatas doit être de 30 % ou moins.

### 6.6.5. Méthodes d'analyse recommandées

- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Détermination du carbone et du soufre : méthode par combustion et dosage par spectrophotométrie infrarouge*, MA. 310 – CS 1.0. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.
- Environnement Canada. *Analyse du carbone, de l'azote, de l'hydrogène et du soufre – technique d'analyse élémentaire*, Q0118D. Laboratoire des essais environnementaux du Québec. (Version en vigueur disponible sur demande adressée à : [ec.enviroinfo.ec@canada.ca](mailto:ec.enviroinfo.ec@canada.ca)).

## 6.7. CARBONE ORGANIQUE TOTAL

---

### 6.7.1. Principe et théorie

Dans les sédiments, le carbone est présent sous forme organique, par exemple dans les substances humiques et les matières végétales, et inorganique (carbonates, bicarbonates). La présence de carbone organique dans les sédiments est un déterminant important de la biodisponibilité des composés organiques non ioniques. Elle influence aussi sur la biodisponibilité des métaux.

L'échantillon servant à la détermination du carbone organique total (COT) ne doit pas avoir été préalablement séché, afin d'éviter la perte de matière organique volatile. La méthode d'analyse préconisée permet d'obtenir la valeur du COT dans l'échantillon par titrage. Une solution de bichromate de potassium est ajoutée à l'échantillon en présence d'acide sulfurique. Après la réaction, le dosage du bichromate de potassium qui n'a pas réagi avec l'échantillon permet d'établir la concentration de carbone organique total.

Les résultats sont exprimés en pourcentage de carbone, en considérant le pourcentage d'humidité de l'échantillon.

### 6.7.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments

Il n'existe pas de critère de qualité relatif à la teneur en carbone organique total des sédiments au Québec.

Le COT est souvent utilisé pour normaliser, d'après la teneur en carbone organique des sédiments, les concentrations exprimées en base sèche des composés organiques non ioniques. Cependant, bien que la teneur en COT des sédiments puisse réduire la biodisponibilité des substances organiques non polaires et, par conséquent, la toxicité pour les organismes benthiques, les données employées pour établir les critères sont insuffisantes pour permettre de quantifier et de déterminer l'influence de ce paramètre sur la toxicité des contaminants (CCME, 1995). Par conséquent, les critères qui s'appliquent aux hydrocarbures aromatiques polycycliques et aux autres composés organiques, à l'exception du toxaphène et du nonylphénol, ne devraient pas être ajustés en fonction du contenu en COT. Dans le cas du toxaphène et du nonylphénol et ses dérivés éthoxylés, étant donné que les concentrations seuils produisant un effet (CSE) ont été calculées sur la base d'une teneur en COT des sédiments de 1 %, la valeur du critère de qualité peut être corrigée en multipliant la CSE par le pourcentage de COT de l'échantillon, jusqu'à une valeur maximale de 10 % de COT (EC et MDDEP, 2007).

### 6.7.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire que le volume d'échantillon et que la méthode de conservation et de prétraitement soient conformes à ce qui est présenté aux chapitres 2 à 5.

### 6.7.4. Critères de performance et acceptabilité des résultats

Le choix d'une méthode d'analyse du COT doit permettre de respecter les critères de performance suivants :

Caractéristique	Critère de performance
Limite de détection	0,1 %

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire de respecter les fréquences minimales d'insertion des éléments de contrôle présentées aux [tableaux 1 et 2](#) de l'[annexe 2](#). De plus, il faut que les résultats de ces éléments satisfassent aux critères d'acceptabilité définis. Le tableau ci-dessous indique quels sont ces critères.

Caractéristique	Critère d'acceptabilité
Matériau de référence	La valeur obtenue doit se situer dans l'intervalle de $\pm 2$ écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour ces échantillons de contrôle. Lorsque la valeur obtenue se situe entre 2 et 3 écarts types, il y a mise en garde. Lorsque la valeur obtenue dépasse 3 écarts types, le résultat est hors critère.
Duplicata	L'écart entre les duplicatas doit être de 30 % ou moins.

### 6.7.5. Méthodes d'analyse recommandées

- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Détermination du carbone organique total dans les solides : dosage par titrage*, MA. 405 – C 1.1. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.
- Environnement Canada. *Analyse du carbone organique total dans les sédiments – Méthode par oxydation au dichromate de potassium*, Q0115S. Laboratoire des essais environnementaux du Québec. (Version en vigueur disponible sur demande adressée à : [ec.enviroinfo.ec@canada.ca](mailto:ec.enviroinfo.ec@canada.ca)).

## 6.8. BIPHÉNYLES POLYCHLORÉS (BPC)

---

### 6.8.1. Principe et théorie

Les biphényles polychlorés (BPC) sont des composés synthétiques formés de 2 noyaux benzéniques joints par un de leurs sommets et dont les 10 atomes d'hydrogène peuvent être substitués par autant d'atomes de chlore. Les BPC sont peu solubles dans l'eau, mais très solubles dans les graisses, les huiles et les liquides non polaires.

Les mélanges commerciaux de BPC ont été fabriqués dès 1929. La plupart des fabricants ont réduit ou cessé de les produire dans les années 1970, mais certains ont continué jusqu'en 1983. De faibles quantités sont toujours produites, surtout pour utilisation dans les laboratoires. Les BPC peuvent aussi être la conséquence non intentionnelle – impuretés ou sous-produits – de plusieurs procédés chimiques, dont la synthèse du chlorobenzène, des solvants chlorés (p. ex. le chloroforme), des alcanes chlorés, de certains pigments, etc. Ils se forment aussi lors de la dégradation thermique de composés organiques chlorés, par exemple, dans les incinérateurs municipaux.

La teneur en BPC doit être mesurée par une méthode qui permet de tenir compte adéquatement de leur profil dans les sédiments à l'étude. Il est primordial d'utiliser une méthode qui fait appel à la détermination des biphényles polychlorés par congénères. De plus, il est fortement recommandé de présenter dans les certificats d'analyse des BPC les concentrations individuelles des 41 congénères énumérés dans la version courante de la méthode MA. 400 BPC 1.0. De même, il faut que le certificat d'analyse indique le sous-total des groupes homologues, en plus de la concentration totale de BPC. Cette détermination des BPC se fait couramment par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM) basse résolution.

Lorsque des effets toxiques similaires à ceux attribués aux dioxines et aux furanes sont soupçonnés, en raison de la présence possible dans les sédiments de quantités importantes de BPC planaires et coplanaires, la méthode d'analyse retenue devra permettre d'obtenir à la fois les concentrations des BPC totaux et les concentrations des 12 congénères auxquels sont attribués des facteurs d'équivalence de toxicité au 2,3,7,8-TCDD pour les poissons (EC et MDDEP, 2007). Dans ce cas, s'il est impossible de respecter les exigences à l'aide de la CG-SM basse résolution, la CG-SM haute résolution doit être utilisée.

Les BPC sont extraits des échantillons de sédiments avec de l'hexane ou du toluène grâce à différentes techniques telles que la sonication et l'extraction au Soxhlet. Les extraits sont purifiés par passage successif sur du cuivre activé et un adsorbant tel que l'alumine. L'extrait purifié est recueilli, et son solvant est évaporé pour réduire le volume final et ainsi respecter les limites de détection méthodologiques.

Les extraits sont analysés par CG-SM avec détection ionique sélective. La concentration de chacun des congénères spécifiques est obtenue par comparaison de la surface du pic chromatographique de l'échantillon avec celle des solutions étalons. Les variations instrumentales sont compensées par l'ajout d'étalons d'injection ou étalons volumétriques. Un facteur de réponse est calculé en fonction des congénères spécifiques. Tous les congénères qui ne sont pas spécifiques (non ciblés dans la table d'étalonnage) sont quantifiés par rapport au facteur de réponse moyen de leur groupe homologue correspondant (CI-3 à CI-10). Ainsi, il est possible d'obtenir un sous-total pour chaque groupe homologue CI-3 à CI-10. La somme des sous-totaux homologues permet d'obtenir

la concentration en BPC totaux. Dans la mesure du possible, les concentrations des congénères spécifiques, des congénères non ciblés, des groupes homologues et des BPC totaux sont corrigées en fonction des étalons de recouvrement (étalons d'extraction) correspondants. Le certificat d'analyse doit indiquer si les résultats sont corrigés ou non en fonction des étalons de recouvrement et quel est le pourcentage de recouvrement de ces étalons d'extraction.

Les résultats sont exprimés en mg/kg de sédiments secs pour permettre la comparaison avec les critères de qualité.

### 6.8.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments

Des critères de qualité relatifs à la teneur en BPC totaux dans les sédiments ont été adoptés au Québec (EC et MDDEP, 2007). Ils s'appliquent à la somme des concentrations de chaque groupe homologue d'après l'analyse de 41 congénères. Dans les cas de gestion en milieu terrestre de sédiments dragués, la concentration mesurée est jugée en fonction des critères de qualité des sols.

### 6.8.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire que le volume d'échantillon et que la méthode de conservation et de prétraitement soient conformes à ce qui est présenté aux chapitres 2 à 5.

### 6.8.4. Critères de performance et acceptabilité des résultats

Les méthodes d'analyse des BPC doivent respecter des limites de détection méthodologiques équivalentes ou inférieures aux valeurs des critères de qualité des sédiments qui seront utilisés. Tous les critères de performance sont calculés à partir du poids sec des sédiments. Les méthodes d'analyse employées doivent respecter les performances et les critères définis dans le tableau suivant :

Groupe homologue	Nom du composé (N° IUPAC)	Position de substitution	Limite de détection mg/kg
Trichlorobiphényles	17 <sup>*</sup>	2,2',4'-BPC	0,007
	18 <sup>*</sup>	2,2',5'-BPC	0,007
	28 <sup>**</sup>	2,4,4'-BPC	0,005
	31 <sup>**</sup>	2,4',5'-BPC	0,005
	33	2',3,4'-BPC	0,005
Tétrachlorobiphényles	44	2,2',3,5'-BPC	0,005
	49	2,2',4,5'-BPC	0,005
	52	2,2',5,5'-BPC	0,005
	70	2,3',4',5'-BPC	0,005
	74	2,4,4',5'-BPC	0,005
Pentachlorobiphényles	82	2,2',3,3',4'-BPC	0,005
	87	2,2',3,4,5'-BPC	0,005
	95	2,2',3,5',6'-BPC	0,005
	99	2,2',4,4',5'-BPC	0,005
	101	2,2',4,5,5'-BPC	0,005
	105	2,3,3',4,4'-BPC	0,005
	110	2,3,3',4',6'-BPC	0,005
118	2,3',4,4',5'-BPC	0,005	
Hexachlorobiphényles	128	2,2',3,3',4,4'-BPC	0,005
	132	2,2',3,3',4,6'-BPC	0,005
	138 <sup>***</sup>	2,2',3,4,4',5'-BPC	0,005
	149	2,2',3,4',5',6'-BPC	0,005
	151	2,2',3,5,5',6'-BPC	0,005

Groupe homologue	Nom du composé (N° IUPAC)	Position de substitution	Limite de détection mg/kg
	153	2,2',4,4',5,5'-BPC	0,005
	156	2,3,3',4,4',5-BPC	0,005
	158 <sup>***</sup>	2,3,3',4,4',6-BPC	0,005
	169	3,3',4,4',5,5'-BPC	0,005
Heptachlorobiphényles	170	2,2',3,3',4,4',5-BPC	0,005
	171	2,2',3,3',4,4',6-BPC	0,005
	177	2,2',3,3',4',5,6-BPC	0,005
	180	2,2',3,4,4',5,5'-BPC	0,005
	183	2,2',3,4,4',5',6-BPC	0,005
	187	2,2',3,4',5,5',6-BPC	0,005
	191	2,3,3',4,4',5',6-BPC	0,005
Octachlorobiphényles	194	2,2',3,3',4,4',5,5'-BPC	0,005
	195	2,2',3,3',4,4',5,6-BPC	0,005
	199	2,2',3,3',4,5,5',6'-BPC	0,005
	205	2,3,3',4,4',5,5',6'-BPC	0,005
Nonachlorobiphényles	206	2,2',3,3',4,4',5,5',6-BPC	0,005
	208	2,2',3,3',4,5,5',6,6'-BPC	0,005
Décachlorobiphényle	209	2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-BPC	0,006

<sup>\*</sup> Ces deux composés pouvant coéluer, ils peuvent être rapportés ensemble.

<sup>\*\*</sup> Ces deux composés pouvant coéluer, ils peuvent être rapportés ensemble.

<sup>\*\*\*</sup> Ces deux composés pouvant coéluer, ils peuvent être rapportés ensemble.

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire de respecter les fréquences minimales d'insertion des éléments de contrôle présentées aux [tableaux 1 et 2](#) de l'[annexe 2](#). De plus, il faut que les résultats de ces éléments satisfassent aux critères d'acceptabilité définis. Le tableau ci-dessous indique quels sont ces critères.

Caractéristique	Critère d'acceptabilité
Matériau de référence	La valeur obtenue doit se situer dans l'intervalle de $\pm 2$ écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour ces échantillons de contrôle. Lorsque la valeur obtenue se situe entre 2 et 3 écarts types, il y a mise en garde. Lorsque la valeur obtenue dépasse 3 écarts types, le résultat est hors critère.
Blanc	Lorsque le blanc présente une concentration mesurable qui est trois fois supérieure à la LDM, le résultat est soustrait à moins qu'il s'agisse d'une contamination isolée, reliée au blanc seulement et démontrable.
Étalon de recouvrement (extraction)	Le pourcentage de récupération doit se situer entre 40 et 130 %. Cependant, en fonction des résultats colligés pour un projet (et une matrice), cette gamme peut être réduite afin de mieux refléter les conditions d'extraction d'une matrice donnée.
Duplicata	L'écart entre les duplicatas doit être de 30 % ou moins.

### 6.8.5. Méthodes d'analyse recommandées

- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Détermination des biphényles polychlorés : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse – méthode par congénère et groupe homologue*, MA. 400 – BPC 1.0. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.
- Environnement Canada. *Congénères de biphényles polychlorés dans l'eau et les solides par HRGC-HRMS*, Q0506D. Laboratoire des essais environnementaux du Québec. (Version en vigueur disponible sur demande adressée à : [ec.enviroinfo.ec@canada.ca](mailto:ec.enviroinfo.ec@canada.ca)).

## 6.9. PESTICIDES ORGANOCHLORÉS

---

### 6.9.1. Principe et théorie

Les pesticides de type organochlorés sont des composés organiques qui contiennent plusieurs atomes de chlore. Surtout utilisés comme insecticides, ils sont caractérisés par une grande stabilité dans l'environnement et une toxicité non sélective pour certaines formes de vie. À l'exception du lindane et de l'endosulfan qui sont encore en usage, plusieurs insecticides de type organochloré ne sont plus utilisés au Canada depuis les années 1970. Cependant, de faibles concentrations sont encore présentes dans l'environnement.

Les pesticides de type organochloré sont extraits de l'échantillon de sédiments avec un mélange d'acétone et d'hexane par agitation mécanique ou au Soxhlet à l'aide du toluène. L'extrait peut-être filtré sur membrane en fibre de verre et concentré à un faible volume. Par la suite, il est purifié et fractionné par chromatographie sur colonne de florisil ou de silice 3 %. Les pesticides peuvent aussi être purifiés par extraction en phase solide (SPE). L'extrait peut-être dosé par CG-SM avec détection ionique sélective ou au moyen d'un chromatographe en phase gazeuse couplé à un détecteur à capture d'électron. Lorsqu'il est impossible de respecter les exigences en termes de limite de détection en CG-SM basse résolution, il faut employer la CG-SM haute résolution. Les concentrations des pesticides de type organochloré contenus dans l'échantillon sont calculées en comparant les hauteurs ou les surfaces des pics chromatographiques des produits présents dans l'échantillon à celles des solutions étalons dont les concentrations sont connues. Les variations analytiques causées par l'appareillage sont compensées par l'ajout d'étalons d'injection, et la récupération des analytes peut être corrigée par l'ajout d'étalons analogues marqués isotopiquement. La spectrométrie de masse haute résolution peut servir à abaisser les limites de détection et ainsi permettre de respecter les critères.

Les résultats sont exprimés en mg/kg de sédiments secs.

### 6.9.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments

Des critères de qualité relatifs à la teneur en chlordane, DDD, DDE, DDT, dieldrine, endrine, heptachlore époxyde et lindane ont été adoptés au Québec (EC et MDDEP, 2007). Ils s'appliquent aux concentrations totales. Lorsque les analyses portent sur des isomères, ce qui est le cas du chlordane, du DDD, du DDE et du DDT, la concentration totale est obtenue par la sommation des isomères. Dans les cas de gestion en milieu terrestre de sédiments dragués, la concentration mesurée est jugée en fonction des critères de qualité des sols.

### 6.9.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire que le volume d'échantillon et que la méthode de conservation et de prétraitement soient conformes à ce qui est présenté aux chapitres 2 à 5.

#### 6.9.4. Critères de performance et acceptabilité des résultats

Les méthodes d'analyse employées pour les pesticides organochlorés doivent respecter les limites de détection équivalentes ou inférieures aux valeurs des critères d'évaluation de la qualité des sédiments qui seront utilisés. Le tableau ci-dessous indique quelles sont ces limites de détection.

Composé	Limite de détection mg/kg
Chlordane	0,0009
DDD	0,0002
DDE	0,0003
DDT	0,0003
Dieldrine	0,0004
Endrine	0,0006
Heptachlore epoxyde	0,0002
Lindane	0,0002

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire de respecter les fréquences minimales d'insertion des éléments de contrôle présentés aux [tableaux 1 et 2](#) de l'[annexe 2](#). De plus, il faut que les résultats de ces éléments entrent dans la plage d'acceptabilité prédéfinie par le personnel du laboratoire.

Tous les critères de performance sont calculés à partir du poids sec des sédiments. Les méthodes d'analyse employées doivent respecter les performances et critères définis dans le tableau suivant :

Caractéristique	Critère de performance
Matériau de référence	La valeur obtenue doit se situer dans l'intervalle de $\pm 2$ écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour ces échantillons de contrôle ou se situer dans l'intervalle, valeur moyenne $\pm 30$ %.
Blanc	Lorsque le blanc présente une concentration mesurable et inférieure ou égale à 10 fois la limite de détection (LDM), le résultat est soustrait de la concentration des échantillons de la série.
Étalon de recouvrement (extraction)	Le pourcentage de récupération doit être de 60 % et plus.

#### 6.9.5. Méthodes d'analyse recommandées

- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Détermination de pesticides de type organochloré dans des sols et des sédiments : extraction avec acétone et hexane; dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse*, MA. 416 – P. Ocl 1.0. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.
- Environnement Canada. *Pesticides organochlorés dans les solides par HRGC-HRMS*, Q0514S. Laboratoire des essais environnementaux du Québec. (Version en vigueur disponible sur demande adressée à : [ec.enviroinfo.ec@canada.ca](mailto:ec.enviroinfo.ec@canada.ca)).

## 6.10. TOXAPHÈNE

---

### 6.10.1. Principe et théorie

Le toxaphène est un pesticide fait d'un mélange complexe de composés chlorés pouvant contenir de 6 à 10 atomes de chlore. Ce pesticide est notamment connu pour sa persistance dans l'environnement, son potentiel de bioaccumulation, sa forte toxicité ainsi que sa capacité à parcourir de longues distances par le transport atmosphérique. Ces caractéristiques lui confèrent une place parmi les polluants organiques persistants (POP). Après que l'usage du DDT a été grandement limité au début des années 1970, celui du toxaphène a connu une forte croissance. Il était le pesticide le plus employé dans le monde entre 1972 et 1984. À cause de sa forte toxicité, il a été interdit aux États-Unis en 1982, puis dans d'autres pays du monde, notamment au Canada (1985) ainsi que plusieurs pays d'Europe.

Le toxaphène est extrait des sédiments avec un mélange d'acétone et d'hexane (1/1), à l'aide d'un agitateur mécanique. Ensuite, une colonne de gel de silice désactivé est utilisée pour le séparer des BPC. La fraction d'intérêt est dosée par chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur à capture d'électrons. La concentration de toxaphène dans l'échantillon est calculée en comparant la somme de la surface des pics des produits de l'échantillon à celle des solutions étalons de concentrations connues.

Les résultats sont exprimés en mg/kg de sédiments secs.

### 6.10.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments

Un critère de qualité relatif à la teneur en toxaphène dans les sédiments a été adopté au Québec (EC et MDDEP, 2007).

### 6.10.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire que le volume d'échantillon et que la méthode de conservation et de prétraitement soient conformes à ce qui est présenté aux chapitres 2 à 5.

### 6.10.4. Critères de performance et acceptabilité des résultats

Les méthodes d'analyse employées pour le toxaphène doivent respecter les limites de détection équivalentes ou inférieures aux valeurs des critères d'évaluation de la qualité des sédiments qui seront utilisés. Pour le moment, les méthodes disponibles ne permettent pas d'obtenir une limite de détection égale ou inférieure au critère de qualité. Comme le toxaphène ne fait pas partie de l'évaluation courante de la qualité des sédiments et qu'il s'agit d'un pesticide qui n'est pratiquement plus utilisé au Canada depuis plusieurs décennies, il fait rarement l'objet d'analyses. Ainsi, le besoin d'établir des limites de détection plus performantes semble peu justifié. Toutefois, la situation pourra être réévaluée au besoin.

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire de respecter les fréquences minimales d'insertion des éléments de contrôle présentés aux [tableaux 1 et 2](#) de l'[annexe 2](#). De plus, les méthodes d'analyse employées doivent respecter les performances et critères définis dans le tableau suivant :

Caractéristique	Critère de performance
Matériau de référence	La valeur obtenue doit se situer dans l'intervalle de $\pm 2$ écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour les échantillons de contrôle ou se situer dans l'intervalle, valeur moyenne $\pm 40$ %.
Blanc	Lorsque blanc donne un résultat positif, jusqu'à concurrence de 3 fois la limite de détection, ce résultat sera soustrait du résultat des échantillons.
Étalon de recouvrement (extraction)	Le pourcentage de récupération est d'environ 60 %, puisqu'une partie est perdue dans la fraction 1. On accepte donc $60 \pm 40$ %.

### 6.10.5. Méthodes d'analyse recommandées

- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Détermination du toxaphène dans les sols par chromatographie en phase gazeuse*. MA. 405 – Toxaphène 1.0. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.

## 6.11. HYDROCARBURES AROMATIQUES POLYCYCLIQUES

---

### 6.11.1. Principe et théorie

Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) sont des composés organiques constitués de deux ou de plusieurs noyaux benzéniques, dont au moins deux adjacents se partagent au minimum deux atomes de carbone (noyaux fusionnés). Des hétérocycles et des hydrocarbures alicycliques peuvent également être présents. En général, les HAP se divisent en deux groupes : les HAP de faible poids moléculaire (2 et 3 noyaux benzéniques) et les HAP de poids moléculaire élevé (plus de 3 noyaux benzéniques). Ils se présentent sous forme de cristaux colorés avec des points de fusion et d'ébullition élevés. Cependant, quelques composés de la famille des HAP ont la propriété de se volatiliser ou de se sublimer à la température de la pièce.

Les principales sources de rejet de HAP dans l'environnement sont les alumineries, l'utilisation du bois comme combustible, les feux de forêt, l'incinération des déchets, les moteurs à combustion interne, l'industrie pétrochimique et les centrales thermiques.

Les HAP peuvent être extraits de l'échantillon de sédiments, par exemple avec du dichlorométhane ou du toluène, selon diverses techniques d'extraction dont le Soxhlet. L'extrait est concentré à un faible volume sous jet d'azote et purifié sur colonne de gel de silice-alumine. Le volume final de l'extrait purifié est concentré en fonction des limites de détection visées. Les extraits sont analysés par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse (CG-SM) avec détection ionique sélective. La concentration de chacun des HAP spécifiques est calculée en comparant la surface du pic chromatographique obtenue pour l'échantillon avec celles des solutions étalons. Les variations dues à l'appareillage sont compensées par l'ajout d'étalons d'injection (étalons volumétriques), et les résultats individuels des HAP sont généralement corrigés au moyen d'étalons de recouvrement (extraction).

Les résultats sont exprimés en mg/kg de sédiments secs.

### 6.11.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments

Des critères de qualité relatifs à la teneur en HAP dans les sédiments ont été adoptés au Québec (EC et MDDEP, 2007). Dans les cas de gestion en milieu terrestre de sédiments dragués, la concentration mesurée est jugée en fonction des critères de qualité des sols.

### 6.11.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire que le volume d'échantillon et que la méthode de conservation et de prétraitement soient conformes à ce qui est présenté aux chapitres 2 à 5.

### 6.11.4. Critères de performance et acceptabilité des résultats

Les méthodes d'analyse employées pour les HAP doivent au minimum respecter les limites de détection équivalentes ou inférieures aux valeurs des critères de qualité des sédiments qui seront utilisés. Le tableau suivant présente la liste des HAP analysés et leur limite de détection méthodologique correspondante.

Composé	Limite de détection mg/kg
Acénaphthène*	0,003
Acénaphthylène*	0,003
Anthracène*	0,01
Benzo[a]anthracène*	0,01
Benzo[b]fluoranthène**	0,01
Benzo[j]fluoranthène**	0,01
Benzo[k]fluoranthène	0,01
Benzo[c]phénanthrène	0,01
Benzo[g,h,i]pérylène	0,01
Benzo[a]pyrène*	0,01
Chrysène*	0,02
Dibenzo[a,h]anthracène*	0,003
Dibenzo[a,h]pyrène	0,01
Dibenzo[a,i]pyrène	0,01
Dibenzo[a,l]pyrène	0,01
7,12-Diméthylbenzo[a]anthracène	0,01
1,3-Diméthylnaphtalène	0,01
Fluoranthène*	0,04
Fluorène*	0,01
Indéno[1,2,3-cd]pyrène	0,01
3-Méthylcholanthrène	0,02
1-Méthylnaphtalène	0,01
2-Méthylnaphtalène*	0,01
Naphtalène*	0,01
Phénanthrène*	0,02
Pyrène*	0,02
2,3,5-Triméthylnaphtalène	0,01

\* HAP auquel s'appliquent les *Critères pour l'évaluation de la qualité des sédiments au Québec* (EC et MDDEP, 2007).

\*\* Ces deux composés pouvant coéluer, ils peuvent être rapportés ensemble.

Le dibenzo[a,h]anthracène pouvant éluer avec le dibenzo[a,c]anthracène, le certificat d'analyse doit le préciser.

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire de respecter les fréquences minimales d'insertion des éléments de contrôle présentés aux [tableaux 1 et 2](#) de l'[annexe 2](#). De plus, il faut que les résultats de ces éléments respectent les performances et critères définis dans le tableau suivant :

Caractéristique	Critère de performance
Matériau de référence	La valeur obtenue doit se situer dans l'intervalle de $\pm 2$ écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour ces échantillons de contrôle. Lorsque la valeur obtenue se situe entre 2 et 3 écarts types, il y a mise en garde. Lorsque la valeur obtenue dépasse 3 écarts types, le résultat est hors critère.
Blanc	Lorsque le blanc présente une concentration mesurable qui est trois fois supérieure à la LDM, le résultat est soustrait à moins qu'il s'agisse d'une contamination isolée, reliée au blanc seulement et démontrable.
Étalon de recouvrement (extraction)	Le pourcentage de récupération doit se situer entre 40 et 130 %. Cependant, en fonction des résultats colligés pour un projet (et une matrice) en particulier, cette gamme peut être réduite afin de mieux refléter les conditions d'extraction d'une matrice donnée.
Duplicata	L'écart entre les duplicatas doit être de 30 % ou moins.

### 6.11.5. Méthodes d'analyse recommandées

- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Détermination des hydrocarbures aromatiques polycycliques : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse*, MA. 400 – HAP 1.1. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.
- Environnement Canada. *Hydrocarbures aromatiques polycycliques dans l'eau et les solides par HRGC-HRMS*, Q0511D. Laboratoire des essais environnementaux du Québec. (Version en vigueur disponible sur demande adressée à : [ec.enviroinfo.ec@canada.ca](mailto:ec.enviroinfo.ec@canada.ca)).
- Environnement Canada. *Hydrocarbures aromatiques polycycliques alkylés dans les solides par GC-MS*, Q0509S. Laboratoire des essais environnementaux du Québec. (Version en vigueur disponible sur demande adressée à : [ec.enviroinfo.ec@canada.ca](mailto:ec.enviroinfo.ec@canada.ca)).

## 6.12. POLYBROMODIPHÉNYLÉTHERS (PBDE)

---

Les polybromodiphényléthers (PBDE) sont des ignifuges largement utilisés dans les thermoplastiques, les mousses de polyuréthane et les textiles. Les PBDE se répartissent en trois mélanges commerciaux en fonction du degré relatif de substitution du brome, soit : pentaBDE, octaBDE et décaBDE. Les mélanges commerciaux de pentaBDE et octaBDE ont été classés parmi les produits chimiques persistants, toxiques et bioaccumulables par les autorités canadiennes et américaines. Il y a plusieurs années, la demande nord-américaine de ces produits chimiques était à l'origine de la majorité de la production mondiale. Mais, vu leur dangerosité, ils ont été volontairement abandonnés par l'industrie avant d'être interdits par la loi.

Principalement en Europe, mais aussi en Amérique du Nord, plusieurs mesures de réduction volontaire des PBDE ont été entreprises depuis 2001. Ces initiatives visent à éliminer le pentaBDE et l'octaBDE. En juillet 2008, le gouvernement du Canada a publié le *Règlement sur les polybromodiphényléthers* (DORS/SOR/2008-218) afin de protéger l'environnement contre les risques associés aux PBDE en empêchant leur fabrication et en limitant leur utilisation au Canada, ce qui a diminué dès lors leur rejet dans l'environnement. Plus précisément, le Règlement interdit la fabrication des PBDE au Canada (congénères tétraBDE, pentaBDE, hexaBDE, heptaBDE, octaBDE, nonaBDE and décaBDE); et interdit l'utilisation, la vente, la mise en vente et l'importation des PBDE qui répondent aux critères de la quasi-élimination en vertu de la *Loi canadienne de la protection de l'environnement 1999* (congénères tétraBDE, pentaBDE et hexaBDE), ainsi que des mélanges, des polymères et des résines contenant ces substances.

Depuis la publication du Rapport d'évaluation écologique préalable sur les PBDE (EC 2006), beaucoup de nouvelles informations ont été publiées relativement à l'accumulation du décaBDE dans le biote et à sa transformation possible en produits bioaccumulables et persistants. Cette information a été résumée et évaluée dans le Rapport final écologique sur l'état des connaissances scientifiques sur le décaBDE (EC 2010). Les résultats de cette évaluation et les commentaires reçus du public ont justifié l'élaboration de mesures de contrôle réglementaires additionnelles pour cette forme de PBDE. La mesure de gestion des risques proposée a été d'étendre l'interdiction afin d'interdire la fabrication, l'utilisation, la vente, la mise en vente et l'importation des tous les PBDE, incluant les congénères heptaBDE, octaBDE, nonaBDE et décaBDE, ainsi que toutes les résines et polymère incluant ces substances. Par conséquent, le mélange commercial DécaBDE serait interdit.

Le projet de *Règlement modifiant le Règlement sur certaines substances toxiques interdites* (2012), comprenant des mesures de contrôle pour les PBDE, a été publié le 4 avril 2015 dans la Partie I de la *Gazette du Canada*. Les modifications proposées élargiraient la portée de l'interdiction à tous les PBDE (y compris le décaBDE). Le *Règlement sur les polybromodiphényléthers* (DORS/SOR/2008-218) sera abrogé au moment de l'entrée en vigueur des modifications proposées.

Durant ce temps, selon Environnement et Changement climatique Canada, au 31 décembre 2013, les trois principaux fabricants de mélanges commerciaux de décaBDE ont volontairement cessé les exportations vers le Canada. Environnement Canada a reçu la confirmation que cet objectif a été atteint et, actuellement, il n'y a aucun utilisateur ou importateur canadien connu du mélange décaBDE.

### 6.12.1. Principe et théorie

Après avoir été séché, chaque échantillon de sédiments est fortifié avec une solution de PBDE marqué au carbone 13 (<sup>13</sup>C) (étalon de recouvrement = étalon analogue; voir DR-12-VMC, CEAEQ, édition courante-b). Les PBDE sont ensuite extraits au Soxhlet avec du toluène. L'extrait est concentré, et le solvant échangé pour de l'hexane. L'extrait est ensuite purifié sur une colonne multicouche contenant du cuivre, puis sur une colonne de florisil. Ces colonnes enlèvent, par réaction et adsorption sélective, la plupart des composés organiques coextraits avec les PBDE. L'extrait est concentré, et on y ajoute un volume connu d'une solution étalon pour injection (étalon volumétrique), qui contient des composés marqués au <sup>13</sup>C. On injecte une aliquote dans un chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse à haute résolution fonctionnant en mode détection ionique sélective.

L'identification et la concentration des PBDE sont déterminées par comparaison du signal mesuré pour une solution étalon connue avec le signal obtenu pour l'échantillon, en regard des critères du temps de rétention, du rapport isotopique et de l'intensité des signaux correspondants. Les concentrations mesurées sont corrigées pour la récupération des étalons analogues ajoutés au début des manipulations. Les limites de détection sont calculées dynamiquement pour chaque échantillon et chaque congénère.

Les résultats sont exprimés en ng/g ou µg/kg de sédiments secs.

### 6.12.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments

Il n'existe pas de critère de qualité relatif à la teneur en polybromodiphényléthers des sédiments au Québec. Toutefois, la teneur en PBDE peut devenir un paramètre d'analyse pour l'évaluation de la qualité des sédiments. Les PBDE font d'ailleurs l'objet de recommandations de la part du gouvernement fédéral (EC, 2013).

### 6.12.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire que le volume d'échantillon et que la méthode de conservation et de prétraitement soient conformes à ce qui est présenté aux chapitres 2 à 5.

### 6.12.4. Critères de performance et acceptabilité des résultats

Le tableau suivant présente la liste des PBDE analysés et leur limite de détection méthodologique correspondante.

Groupe homologue	Nom du composé (N° IUPAC)	Position de substitution	Limite de détection (µg/kg)
Tribromodiphényléther	17	2,2',4'-triBDE	0,01 à 0,05 µg/kg selon le congénère et selon l'échantillon
	28	2,4,4'-triBDE	
Tétrabromodiphényléther	49	2,2',4,5'-tétraBDE	
	71	2,3',4',6'-tétraBDE	
	47	2,2',4,4'-tétraBDE	
	66	2,3',4,4'-tétraBDE	
	77	3,3',4,4'-tétraBDE	
Pentabromodiphényléther	100	2,2',4,4',6'-pentaBDE	
	119	2,3',4,4',6'-pentaBDE	
	99	2,2',4,4',5'-pentaBDE	
	85	2,2',3,4,4'-pentaBDE	

Groupe homologue	Nom du composé (N° IUPAC)	Position de substitution	Limite de détection (µg/kg)
	126	3,3',4,4',5-pentaBDE	
Hexabromodiphényléther	154	2,2',4,4',5,6'-hexaBDE	
	153	2,2',4,4',5,6'-hexaBDE	
	138	2,2',3,4,4',5'-hexaBDE	
Heptabromodiphényléther	156	2,3,3',4,4',5-hexaBDE	
	184	2,2',3,4,4',6,6'-heptaBDE	
	183	2,2',3,4,4',5',6-heptaBDE	
	191	2,3,3',4,4',5',6-heptaBDE	
Octabromodiphényléther	197	2,2',3,3',4,4',6,6'-octaBDE	
	196	2,2',3,3',4,4',5,6'-octaBDE	
Nonabromodiphényléther	207	2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonaBDE	
	206	2,2',3,3',4,4',5,5',6-nonaBDE	
Décabromodiphényléther	209	2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-décaBDE	

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire de respecter les fréquences minimales d'insertion des éléments de contrôle présentés aux [tableaux 1 et 2](#) de l'[annexe 2](#). De plus, il faut que les résultats de ces éléments respectent les performances et critères définis dans le tableau suivant :

Caractéristique	Critère de performance
Matériau de référence	La valeur obtenue doit se situer dans l'intervalle de $\pm 2$ écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour ces échantillons de contrôle. Lorsque la valeur obtenue se situe entre 2 et 3 écarts types, il y a mise en garde. Lorsque la valeur obtenue dépasse 3 écarts types, le résultat est hors critère.
Blanc	Lorsque le blanc présente une concentration mesurable qui est trois fois supérieure à la LDM, le résultat est soustrait.
Étalon de recouvrement (extraction)	Le pourcentage de récupération doit se situer entre 40 et 130 %.
Duplicata	L'écart entre les duplicatas doit être de 30 % ou moins.

### 6.12.5. Méthodes d'analyse recommandées

- Environnement Canada. *Polybromodiphényléthers dans l'eau et les solides par HRGC-HRMS*, Q0512D. Laboratoire des essais environnementaux du Québec. (Version en vigueur disponible sur demande adressée à : [ec.enviroinfo.ec@canada.ca](mailto:ec.enviroinfo.ec@canada.ca)).
- Méthode en développement à la Division des contaminants industriels organiques du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec.

## 6.13. HYDROCARBURES PÉTROLIERS C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub>

---

### 6.13.1. Principe et théorie

Les hydrocarbures sont des composés organiques à base de carbone et d'hydrogène provenant de la distillation du pétrole. Ils peuvent être linéaires (paraffines), ramifiés (isoparaffines), cycliques (naphtènes), aromatiques ou oléfiniques (contenant un ou plusieurs liens doubles).

Les produits pétroliers sont des mélanges complexes qui peuvent contenir des centaines d'hydrocarbures différents, dans des concentrations variables et dont plusieurs ne sont pas identifiés. Par exemple, la composition de l'essence varie selon l'origine du pétrole brut de départ, le procédé de fabrication et le grade. L'essence peut contenir des centaines de produits différents, allant du propane aux composés aromatiques à dix atomes de carbone, de même que certains additifs. Bien que les produits pétroliers contiennent des traces de composés polaires tels que des mercaptans, des alcools, des phénols, des indoles et des pyrroles, ils se composent surtout d'hydrocarbures non polaires.

Les produits pétroliers sont utilisés généralement comme carburants, lubrifiants ou diluants. Lorsqu'ils sont rejetés dans l'environnement, leurs constituants sont altérés par des phénomènes de biodégradation, d'évaporation, de lixiviation, etc., et ils présentent, à l'analyse, des profils chromatographiques tout à fait différents de ceux des mélanges frais. Les composés observés après la dégradation correspondent en effet aux fractions les plus persistantes du mélange d'origine.

Pour déterminer le contenu en hydrocarbures pétroliers, l'échantillon de sédiments est asséché et extrait à l'hexane. On y ajoute du gel de silice afin d'adsorber les substances polaires, puis on analyse le surnageant au moyen d'un chromatographe en phase gazeuse couplé à un détecteur à ionisation de flamme (GC-FID). La concentration des hydrocarbures présents dans l'échantillon est déterminée en comparant la surface totale de l'ensemble des pics résolus et non résolus entre nC<sub>10</sub> et nC<sub>50</sub> avec les surfaces de la courbe d'étalonnage établie dans les mêmes conditions.

Les résultats sont exprimés en mg/kg de sédiments secs.

Pour mieux refléter la diversité des types d'hydrocarbures lourds ou raffinés pouvant contaminer les sols ou les sédiments, le CCME (CCME 2008) a défini des fractions d'hydrocarbures couvrant la plage des C<sub>10</sub> à C<sub>50</sub>. Définies par la longueur des chaînes de carbone des molécules d'hydrocarbures, ces fractions sont exprimées en F2 (>C<sub>10</sub>-C<sub>16</sub>), F3 (>C<sub>16</sub>-C<sub>34</sub>) et F4 (>C<sub>34</sub>). Ce fractionnement a été basé sur le standard américain : *US Total Petroleum Hydrocarbons Criteria Working Group*. Les fractions peuvent encore être subdivisées en sous-fractions, selon les besoins. Ce type d'analyse offre une meilleure caractérisation de l'échantillon contaminé aux hydrocarbures et peut être recommandé pour un suivi particulier. Le même type de traitement que pour l'analyse des C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub> est effectué et la détection est également effectuée par GC-FID.

### 6.13.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments

Il n'existe pas de critère de qualité relatif à la teneur en hydrocarbures pétroliers C<sub>10</sub> à C<sub>50</sub> dans les sédiments au Québec. Toutefois, compte tenu de l'observation récurrente de ce type de contaminant dans les sédiments, particulièrement dans les milieux portuaires, non seulement ce paramètre peut servir d'outil de dépistage et de priorisation des sites de sédiments contaminés, mais il pourrait éventuellement être retenu dans les paramètres d'analyse pour l'évaluation courante de la qualité des sédiments. Dans les cas de gestion en milieu terrestre de sédiments dragués, la concentration mesurée est jugée en fonction des critères de qualité des sols.

Cependant, il existe des valeurs seuils qui ont été développées pour répondre à divers besoins de gestion de la contamination des sédiments par les hydrocarbures pétroliers et qui peuvent servir de balises. Il s'agit des valeurs de références proposées dans le contexte de l'évaluation de la qualité des sédiments du lac Mégantic et de la rivière Chaudière suite à l'accident ferroviaire de Lac-Mégantic en 2013 (MDDELCC 2013), générées à partir des études de Di Toro et collaborateurs (Di Toro et al., 2000, Di Toro and McGrath 2000) ainsi que des valeurs proposées par le Regroupement de l'Atlantiques pour l'assainissement des sites contaminés en fonction des risques (*Atlantic PIRI* 2012, *Atlantic RBCA*, 2015).

### 6.13.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire que le volume d'échantillon et que la méthode de conservation et de prétraitement soient conformes à ce qui est présenté aux sections 2 à 5.

### 6.13.4. Critères de performance et acceptabilité des résultats

Le tableau suivant présente la limite de détection méthodologique pour le paramètre intégrateur C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub>.

Composé	Limite de détection mg/kg
C <sub>10</sub> -C <sub>50</sub>	100

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire de respecter les fréquences minimales d'insertion des éléments de contrôle présentés aux [tableaux 1 et 2](#) de l'[annexe 2](#). De plus, il faut que les résultats de ces éléments satisfassent aux critères d'acceptabilité définis ci-dessous.

Caractéristique	Critère de performance
Matériau de référence	La valeur obtenue doit se situer dans l'intervalle de $\pm 2$ écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour ces échantillons de contrôle. Lorsque la valeur obtenue se situe entre 2 et 3 écarts types, il y a mise en garde. Lorsque la valeur obtenue dépasse 3 écarts types, le résultat est hors critère.
Blanc	Lorsque le blanc présente une concentration mesurable qui est trois fois supérieure à la LDM, le résultat est soustrait à moins qu'il s'agisse d'une contamination isolée, reliée au blanc seulement et démontrable.
Duplicata	L'écart entre les duplicatas doit être de 30 % ou moins.

### 6.13.5. Méthodes d'analyse recommandées

- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Détermination des hydrocarbures pétroliers (C<sub>10</sub> à C<sub>50</sub>) : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur à ionisation de flamme*, MA. 400 – HYD. 1.1. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.
- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Détermination des hydrocarbures pétroliers : analyse par fractions*. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, méthode en rédaction.
- [CCME] Conseil canadien des Ministres de l'Environnement. 2001. *Méthode de référence pour le standard pancanadien relatif aux hydrocarbures pétroliers dans le sol-méthode du 1<sup>er</sup> volet*. ISBN 1-896997-01-5.
- Environnement Canada. *Hydrocarbures pétroliers (C<sub>10</sub> à C<sub>40</sub>) dans les sols et sédiments*, E0760D. Laboratoire des essais environnementaux des Prairies et du Nord. (Version en vigueur disponible sur demande adressée à : [ec.enviroinfo.ec@canada.ca](mailto:ec.enviroinfo.ec@canada.ca)).

## 6.14. DIOXINES ET FURANES CHLORÉS

---

### 6.14.1. Principe et théorie

Les polychlorodibenzo-*p*-dioxines et les polychlorodibenzofuranes (PCDD et PCDF) sont deux groupes de composés aromatiques chlorés planaires qui possèdent des propriétés physico-chimiques semblables et qui agissent donc sur les systèmes biologiques de façon très similaire. Il existe 75 congénères de PCDD et 135 congénères de PCDF. Les congénères substitués aux quatre positions latérales 2, 3, 7 et 8 sont les congénères les plus toxiques, et la 2,3,7,8-tétrachlorodibenzo-*p*-dioxine (2,3,7,8-T<sub>4</sub>CDD) est reconnue comme le plus toxique. Ces composés sont produits de façon accidentelle, soit lors de la synthèse industrielle de composés organiques en présence de chlore, soit simplement lors de la combustion de composés organiques chlorés.

Parmi les principales sources connues d'émissions de dioxines et de furanes, on compte les usines de pâtes et papiers qui blanchissent la pâte au chlore, les incinérateurs municipaux et biomédicaux, les fonderies, les usines de synthèse de composés chlorés (p. ex. pesticides, BPC) et les usines de traitement du bois au pentachlorophénol. On retrouve ainsi des dioxines et des furanes à l'état de trace dans pratiquement tous les milieux de l'environnement dont l'air, l'eau, les sédiments, les sols et la végétation, de même que chez les animaux et les humains.

La méthode d'analyse recommandée permet de mesurer la concentration des congénères de dioxines et de furanes chlorés possédant entre 4 et 8 atomes de chlore, et plus précisément ceux substitués aux positions 2, 3, 7 et 8. Afin de déterminer la concentration de dioxines et de furanes en unités d'équivalence de la toxicité, des facteurs d'équivalence de la toxicité ont été déterminés pour dix-sept (17) congénères, en relativisant leur toxicité par rapport à celle de la 2,3,7,8-T<sub>4</sub>CDD. Après avoir été séché, chaque échantillon de sédiments est fortifié avec une solution de PCDD et de PCDF marqués au carbone 13 (<sup>13</sup>C) (étalon de recouvrement = étalon analogue; voir DR-12-VMC, CEAEQ, édition courante-b). Les dioxines et les furanes sont ensuite extraits au Soxhlet avec du toluène. L'extrait est concentré et solubilisé dans l'hexane, puis purifié sur une colonne multicouche contenant du cuivre et une colonne d'alumine. Ces colonnes enlèvent, par réaction et adsorption sélective, la plupart des composés organiques coextraits avec les dioxines et les furanes. L'extrait est ensuite concentré à sec puis dissous avec une solution étalon pour injection (étalon volumétrique), qui contient des composés marqués au <sup>13</sup>C, puis injecté dans un chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse à haute résolution.

L'identification et la concentration des dioxines et des furanes sont déterminées par comparaison du signal mesuré pour une solution étalon connue avec le signal obtenu pour l'échantillon, en regard des critères du temps de rétention, du rapport ionique et de l'intensité des signaux correspondants. Les concentrations mesurées sont corrigées pour la récupération des étalons analogues ajoutés au début des manipulations. Les limites de détection sont calculées dynamiquement pour chaque échantillon et chacun des congénères.

Les résultats sont exprimés en mg/kg de sédiments secs ou en ng éq. tox/kg aux fins de comparaison aux critères de qualité des sédiments (EC et MDDEP, 2007).

### 6.14.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments

Des critères de qualité relatifs à la teneur en dioxines et furanes chlorés dans les sédiments ont été adoptés au Québec (EC et MDDEP, 2007). Les critères de qualité sont exprimés en équivalent de la toxicité, calculé au moyen des facteurs déterminés par l'Organisation mondiale de la santé (OMS; van den Berg et coll., 1998) pour les poissons (EC et MDDEP, 2007). Lorsque les concentrations mesurées sont exprimées en facteurs d'équivalence de la toxicité différents de ceux de l'OMS (van den Berg et coll., 1998), les concentrations totales des dioxines et des furanes doivent être recalculées en utilisant les facteurs d'équivalence proposés dans le document *Critères pour l'évaluation de la qualité des sédiments au Québec et cadres d'application : prévention, dragage et restauration* (EC et MDDEP, 2007). Dans les cas de gestion en milieu terrestre de sédiments dragués, la concentration mesurée est jugée en fonction des critères de qualité des sols.

### 6.14.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire que le volume d'échantillon et que la méthode de conservation et de prétraitement soient conformes à ce qui est présenté aux sections 2 à 5.

### 6.14.4. Critères de performance et acceptabilité des résultats

Les méthodes d'analyse employées pour les dioxines et les furanes chlorés doivent respecter les performances et critères définis dans le tableau suivant :

Caractéristique	Critère de performance
Limite de détection	Entre 0,0005 et 0,004 mg/kg selon le congénère et selon l'échantillon.
Pourcentage de récupération des analogues marqués dans chaque échantillon	40 à 130 %.

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire de respecter les fréquences minimales d'insertion des éléments de contrôle présentés aux [tableaux 1 et 2](#) de l'[annexe 2](#). De plus, il faut que les résultats de ces éléments entrent dans la plage d'acceptabilité prédéfinie par le personnel du laboratoire.

### 6.14.5. Méthodes d'analyse recommandées

- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Détermination des dibenzo-para-dioxines polychlorés et dibenzofuranes polychlorés : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse*. MA. 400 – D.F. 1.0. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.
- Environnement Canada. *Dioxines et furane dans l'eau et les solides par HRGC-HRMS*, Q0508D. Laboratoire des essais environnementaux du Québec. (Version en vigueur disponible sur demande adressée à : [ec.enviroinfo.ec@canada.ca](mailto:ec.enviroinfo.ec@canada.ca)).

## 6.15. COMPOSÉS PHÉNOLIQUES, NONYLPHÉNOLS ET NONYLPHÉNOLS POLYÉTHOXYLÉS

---

### 6.15.1. Principe et théorie

Le terme « phénol » regroupe un ensemble de molécules benzéniques hydroxylées diversement substituées ainsi que leurs homologues supérieurs (p. ex. crésols, nitrophénols, diméthylphénols, chlorophénols). Les principales sources de rejet de composés phénoliques dans l'environnement sont l'industrie pétrolière, les industries chimiques (produits de nettoyage industriels, institutionnels et domestiques, adhésifs et peintures) et pharmaceutiques. Les chlorophénols entrent dans la fabrication de plusieurs pesticides. Ils peuvent aussi se former dans les usines de pâtes et papiers, lors du blanchiment de la pâte, ou dans les usines de traitement d'eau qui emploient du chlore dans leurs procédés.

Les phénols sont probablement les composés organiques le plus souvent associés à des problèmes d'odeur. On peut les déceler par l'odorat à des concentrations aussi faibles que 0,001 mg/L. À concentration plus élevée, les phénols dénaturent les protéines et détruisent les parois cellulaires.

Les composés phénoliques sont tout d'abord extraits de l'échantillon de sédiments avec du dichlorométhane. On en produit des dérivés acétates à l'aide de l'anhydride acétique en milieu aqueux. L'extrait est concentré puis injecté dans un chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse et analysé en mode détection ionique sélective. La concentration des phénols présents dans l'extrait est calculée par comparaison de la surface des pics obtenus pour l'échantillon avec ceux obtenus à partir de solutions étalons.

Les nonylphénols sont des composés de synthèse utilisés dans la fabrication des nonylphénols polyéthoxylés (NPEO) utilisés comme agents tensioactifs dans plusieurs produits industriels et domestiques. Ils servent aussi à fabriquer des résines phénoliques. L'octylphénol a un usage et des propriétés similaires au nonylphénol. Ces produits sont classés comme oestrogénomimétiques et pourraient être des perturbateurs endocriniens chez plusieurs espèces. Le Conseil canadien des ministres de l'environnement a émis une recommandation pour la protection de la vie aquatique limitant à 1,0 µg/L la concentration dans l'eau de l'ensemble de ces produits. Le gouvernement du Canada a placé les nonylphénols et leurs dérivés éthoxylés sur la liste des substances toxiques en 2001, et l'objectif de réduction du risque était de diminuer l'usage des NPEO de 95 % pour 2010.

Les résultats sont exprimés en mg/kg de sédiments secs.

### 6.15.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments

Il n'existe pas de critère de qualité relatif à la teneur en composés phénoliques, en nonylphénols et nonylphénols polyéthoxylés des sédiments au Québec. Toutefois, cette teneur pourrait devenir un paramètre d'analyse pour l'évaluation de la qualité des sédiments. Dans les cas de gestion en milieu terrestre de sédiments dragués, la concentration mesurée est jugée en fonction des critères de qualité des sols.

### 6.15.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire que le volume d'échantillon et que la méthode de conservation et de prétraitement soient conformes à ce qui est présenté aux sections 2 à 5.

### 6.15.4. Critères de performance et acceptabilité des résultats

Les méthodes d'analyse employées pour les composés phénoliques doivent respecter les limites de détection méthodologiques définies dans le tableau suivant :

Composé	Limite de détection µg/kg	Composé	Limite de détection µg/kg
Phénol	60	2-Nitrophénol	60
O-Crésol	30	3,4-Dichlorophénol	5
M-Crésol	40	2,4,6-Trichlorophénol	10
P-Crésol	30	4-Nitrophénol	40
2-chlorophénol	30	2,3,6-trichlorophénol	20
3-chlorophénol	20	2,3,5-trichlorophénol	40
4-chlorophénol	20	2,4,5-trichlorophénol	30
2,4-diméthylphénol	30	2,3,4-trichlorophénol	20
2,6-dichlorophénol	10	3,4,5-trichlorophénol	40
4-Chloro 3-méthylphénol	20	2,3,5,6-Tétrachlorophénol	20
2,4-dichlorophénol + 2,5-dichlorophénol	50	2,3,4,6-tétrachlorophénol	20
3,5-dichlorophénol	20	2,3,4,5-tétrachlorophénol	10
2,3-dichlorophénol	20	Pentachlorophénol	20
Nonylphénols (isomères)	6	Nonylphénols polyéthoxylés (npe <sub>n</sub> ) n = 1 à 17	Non disponible

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire de respecter les fréquences minimales d'insertion des éléments de contrôle présentés aux [tableaux 1 et 2](#) de l'[annexe 2](#). De plus, il faut que les résultats de ces éléments satisfassent aux critères d'acceptabilité définis ci-dessous.

Caractéristique	Critère de performance
Matériau de référence	La valeur obtenue doit se situer dans l'intervalle de $\pm 2$ écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour ces échantillons de contrôle. Lorsque la valeur obtenue se situe entre 2 et 3 écarts types, il y a mise en garde. Lorsque la valeur obtenue dépasse 3 écarts types, le résultat est hors critère.
Blanc	Lorsque le blanc présente une concentration mesurable qui est trois fois supérieure à la LDM, le résultat est soustrait à moins qu'il s'agisse d'une contamination isolée, reliée au blanc seulement et démontrable.
Étalon de recouvrement (extraction)	Le pourcentage de récupération doit se situer entre 20 et 110 %. Cependant, en fonction des résultats colligés pour un projet (et une matrice) en particulier, cette gamme peut être réduite afin de mieux refléter les conditions d'extraction d'une matrice donnée.
Duplicata	L'écart entre les duplicatas doit être de 30 % ou moins.

#### 6.15.5. Méthodes d'analyse recommandées

- Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Détermination des composés phénoliques : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse après dérivation avec l'anhydride acétique*, MA. 400 – Phé 1.0. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante.
- Hong, S.H., C. Munschy, N. Kannan, C. Tixier, J. Tronczynski, K. Héas-Moisan et W. J. Shim. 2009. *PCDD/F, PBDE, and nonylphenol contamination in a semi-enclosed bay (Masan Bay, South Korea) and a Mediterranean lagoon (Thau, France)*. *Chemosphere*, 77(6) : 854-862.
- Shao, B., J. Y. Hu et M. Yang. 2002. *Determination of nonylphenol ethoxylates in the aquatic environment by normal phase liquid chromatography–electrospray mass spectrometry*. *Journal of Chromatography A*, 950 (1-2) : 167–174.

## 6.16. BUTYLÉTAIENS

---

Les butylétains (BT) sont des composés organométalliques utilisés depuis 1960 comme biocides dans les peintures antisalissures pour les coques de navire, comme fongicides et insecticides, comme produits de préservation du bois et comme stabilisants dans le chlorure de polyvinyle. Les butylétains peuvent être mesurés dans les sédiments sous la forme de tributylétain (TBT) et de ses produits de dégradation, le dibutylétain (DBT) et le monobutylétain (MBT). Ces substances sont persistantes dans l'environnement et s'accumulent dans les organismes aquatiques. Le TBT étant hautement toxique, l'utilisation des peintures à base de TBT pour les petites embarcations (moins de 25 m) est réglementée au Canada depuis 1989, mais elle est demeurée permise jusqu'en 2002 pour les grandes embarcations. De plus, le *Règlement sur certaines substances toxiques interdites (2012)* interdit la fabrication, l'utilisation, la vente, la mise en vente ou l'importation de TBT au Canada.

Les butylétains ont été échantillonnés et analysés dans tous les secteurs du fleuve Saint-Laurent dans le contexte du Plan d'action Saint-Laurent. Les sédiments échantillonnés dans les infrastructures portuaires (port de Montréal) et de navigation (chenal et écluses) et dans les zones d'activités récréatives comme les marinas montrent des contaminations de butylétains plus élevées que dans le fleuve (Pelletier et coll., 2014).

### 6.16.1. Principe et théorie

Plusieurs méthodes sont employées pour former et extraire les dérivés volatils de ces substances. La séparation de ces dérivés est généralement faite en utilisant la chromatographie en phase gazeuse. Les limites de détection recherchées pour ces substances sont habituellement entre 0,5 et 1 ng Sn/g de sédiments secs (International Program on Chemical Safety, 1990).

Les résultats sont exprimés en ng Sn/g de sédiments secs.

### 6.16.2. Critères d'évaluation de la qualité des sédiments

En l'absence de critère de qualité québécois ou canadien officiel pour l'évaluation de la contamination des sédiments par les butylétains, des valeurs « guides », basées sur des critères existants dans d'autres juridictions, ont été établies. Il s'agit des critères de qualité de tributylétain élaboré en Norvège pour les sédiments d'eaux salées (Bakke et coll., 2010) et le critère « intérimaire » proposé pour les zones portuaires dans les Grands Lacs (Bartlett et coll., 2005). Ces valeurs guides ont permis de déterminer des niveaux de contamination, qui sont expliqués dans une fiche du Plan d'action Saint-Laurent portant sur les butylétains (Pelletier et coll., 2014). En résumé, la catégorie « pas ou peu contaminé » se situe entre 0 et  $\leq 5$  ng Sn/g, la catégorie « contaminée », entre 5 et  $\leq 100$  ng Sn/g et la catégorie « très contaminée » à  $> 100$  ng Sn/g.

### 6.16.3. Quantité d'échantillon et mode de conservation et de prétraitement

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire que le volume d'échantillon et que la méthode de conservation et de prétraitement soient conformes à ce qui est présenté aux sections 2 à 5.

#### 6.16.4. Critères Critère de performance et acceptabilité des résultats

Les méthodes d'analyse employées pour les butylétains doivent respecter les limites de détection méthodologiques définies dans le tableau suivant :

Composé	Limite de détection (ng Sn/g)
Tributylétain	1
Dibutylétain	1
Monobutylétain	1
Butylétain total	1

Pour que les résultats des analyses soient acceptables, il est nécessaire de respecter les fréquences minimales d'insertion des éléments de contrôle présentés au tableau 1 de l'annexe 2. De plus, il faut que les résultats de ces éléments satisfassent aux critères d'acceptabilité définis dans le tableau ci-dessous.

Caractéristique	Critère de performance
Matériau de référence	La valeur obtenue doit se situer dans l'intervalle de $\pm 2$ écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour ces échantillons de contrôle ou se situer dans l'intervalle, valeur moyenne $\pm 30$ %.
Blanc	Lorsque le blanc présente une concentration mesurable et inférieure ou égale à 10 fois la limite de détection, ce résultat sera soustrait de la concentration des échantillons de la série.
Étalon de recouvrement (extraction)	La récupération doit être supérieure à 50 % et inférieure à 130 %. Cependant, en fonction des résultats colligés pour un projet (et une matrice) en particulier, cette gamme peut être réduite afin de mieux refléter les conditions d'extraction d'une matrice donnée.
Duplicata	L'écart entre les duplicatas doit être de 30 % ou moins.

#### 6.16.5. Méthodes d'analyse recommandées

- Méthode en développement à la Division de la chimie organique du milieu du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec.

## 7. CARACTÉRISATION TOXICOLOGIQUE

### 7.1. PRINCIPE ET THÉORIE

---

Pour compléter l'évaluation de la qualité des sédiments, il convient d'évaluer les effets biologiques, en l'occurrence la biodisponibilité des contaminants et leur toxicité pour les organismes du milieu. D'une part, la biodisponibilité des contaminants présents dans les sédiments peut varier en fonction de divers facteurs abiotiques (p. ex. pH, COT, oxydes de fer ou de manganèse et sulfures volatils acides). D'autre part, le comportement des organismes aquatiques (p. ex. niche écologique et mode d'alimentation) influe sur le degré d'exposition et sur l'absorption des contaminants potentiellement toxiques. Ainsi, outre la détermination des concentrations de contaminants présents dans la phase solide et l'eau interstitielle des sédiments, plusieurs outils et approches de caractérisation ont été élaborés pour évaluer les effets biologiques des sédiments contaminés – mesures de la concentration de contaminants dans les tissus biologiques, essais de toxicité sur l'eau interstitielle et sur les sédiments entiers, évaluations *in situ* de la structure de la communauté benthique et intégration de l'ensemble des données par des approches de type évaluation de danger et du risque.

Dans le présent guide, seuls les essais de toxicité en laboratoire sur sédiments entiers sont présentés.

### 7.2. QUANTITÉ D'ÉCHANTILLON ET MODE DE CONSERVATION ET DE PRÉTRAITEMENT

---

À la suite de l'échantillonnage et du transport au laboratoire, les sédiments entiers sont homogénéisés par brassage manuel à l'aide d'une spatule. Ils sont ensuite conservés au laboratoire dans des récipients ou des sacs constitués de matériaux chimiquement inertes : téflon, verre ou polyéthylène haute densité. Les sédiments sont stockés à l'abri de la lumière, à  $4 \pm 2$  °C. Ils sont stockés idéalement pour une durée de moins de 2 semaines, et jusqu'à un maximum de 6 semaines (EC, 1994).

Dès réception des sédiments au laboratoire ou avant leur utilisation pour les essais de toxicité, les gros débris sont retirés à l'aide de pinces : grosses roches, débris végétaux, etc. Les organismes indigènes (p. ex. tubificidés) sont ensuite éliminés par tri manuel à l'aide de pinces ou par tamisage (EC, 1994; AFNOR, 2003 et 2004). Le tamisage se fait sans addition d'eau, sur sédiments frais, sous l'action d'une pression mécanique, dans des tamis en acier inoxydable, en laiton ou en polymères de plastique tissés (EC, 1994). Les sédiments sont tamisés à 2 mm pour la réalisation des essais de toxicité mentionnés dans cette section (AFNOR, 2003 et 2004), ce qui correspond également à la fraction granulométrique retenue pour les paramètres chimiques.

Avant d'être répartis dans les récipients d'essai, les sédiments sont homogénéisés par brassage manuel à l'aide d'une spatule.

Pour obtenir des renseignements supplémentaires, les préleveurs et les analystes peuvent se référer aux documents de l'ASTM (1999a, b, c), d'Environnement Canada (1994) et de l'USEPA (1999 et 1995).

### 7.3. CRITÈRES DE PERFORMANCE ET ACCEPTABILITÉ DES RÉSULTATS

---

Les exigences générales de qualité en toxicologie environnementale qui portent sur les locaux et l'environnement, l'eau de laboratoire et les réactifs, les équipements, les méthodes d'analyse, la traçabilité de l'information et les éléments de contrôle de la qualité sont précisées dans le document intitulé *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en toxicologie* (DR-12-SCA-03, CEAEQ, édition courante-c).

Des directives particulières pour déterminer la précision des essais sont présentées dans le *Document d'orientation sur la mesure de la précision des essais sur sédiment de contrôle dopé avec un produit toxique de référence* d'Environnement Canada (1995).

Enfin, dans chaque méthode de détermination de la toxicité (AFNOR, 2003 et 2004; EC, 1997 a et b et 1998), des critères de validité sont précisés. Ils portent sur les concentrations maximales de nitrites et d'ammoniac dans la colonne d'eau des récipients d'essai, sur le taux de survie minimal des organismes témoins et la croissance minimale des organismes témoins (taille ou poids).

### 7.4. MÉTHODES D'ANALYSE RECOMMANDÉES

---

Il existe plusieurs essais de toxicité sur sédiments entiers permettant d'évaluer la toxicité des matrices sur les organismes benthiques. Ces essais sont largement employés dans les contextes de recherche sur les sédiments, et plusieurs font l'objet de protocoles normalisés par l'AFNOR, Environnement Canada, etc. Pour les sédiments d'eau douce, les espèces biologiques utilisées sont essentiellement l'amphipode *Hyalella azteca*, les larves des insectes *Chironomus dilutus* (anciennement *tentans*) et *Chironomus riparius* de la famille des Chironomidés et l'oligochète *Lumbriculus variegatus*.

Dans les évaluations du risque écotoxicologique du rejet en eau libre de sédiments et des projets de restauration de sites de sédiments contaminés en eau douce, les essais de toxicité sur l'amphipode *H. azteca* (survie, croissance) et la larve d'insecte *C. riparius* (survie, croissance) doivent être réalisés conformément aux méthodes d'Environnement Canada, avec les modifications suivantes :

- La durée d'exposition de *C. riparius* doit être de 7 jours et non de 10 jours, pour que les mesures de croissance en fin d'essai portent sur des larves et non de nymphes. Si *C. dilutus*, est utilisé, l'exposition est de 10 jours.
- Les essais sont réalisés en conditions statiques.
- Le ratio eau/sédiments dans les enceintes d'essai est de 4/1 en volume/volume pour limiter les problèmes d'ammoniac liés à l'absence de renouvellement.
- La température est de  $23 \pm 1$  °C, la photopériode de 16 heures de jour pour 8 heures de nuit et la luminosité de 1000 lux  $\pm$  20 %.
- L'âge des amphipodes *H. azteca* au début des essais est compris entre 7 et 14 jours.
- L'âge des larves de *C. riparius* au début des essais est de 24 heures après éclosion.

Paramètre	Survie/croissance des amphipodes	Survie/croissance des chironomes
Type d'essai	Statique	Statique
Organisme d'essai	<i>H. azteca</i>	<i>C. riparius</i> ou <i>C. dilutus</i>
Traitement de l'échantillon	Aucun	Aucun
Réceptacle d'essai	500 mL	500 mL
Ratio eau/sédiments	4/1	4/1
Nombre d'organismes/pot	10	10
Âge des organismes	7-14 jours	24 h après éclosion
Température	23 ± 1 °C	23 ± 1 °C
Photopériode	16 heures de jour 8 heures de nuit	16 heures de jour 8 heures de nuit
Luminosité	1000 lux ± 20 %	1000 lux ± 20 %

Les paramètres d'effets mesurés le plus couramment sont la survie et la croissance et, dans certains cas, la reproduction ou l'émergence. La croissance est établie par une mesure de la taille des organismes. Les documents de référence sont les suivants :

- AFNOR. 2004. *Qualité de l'eau – Détermination de la toxicité des sédiments d'eau douce vis-à-vis de Chironomus riparius*. XP T 90-339-1. Paris, France.
- AFNOR. 2003. *Qualité de l'eau – Détermination de la toxicité des sédiments d'eau douce vis-à-vis de Hyalella azteca*. XP T 90-338-1. Paris, France.
- Environnement Canada. 1997a. *Méthode d'essai biologique : essai de survie et de croissance des larves dulcicoles de chironomes (Chironomus tentans ou Chironomus riparius) dans les sédiments*. SPE 1/RM/32. Série de la protection de l'environnement. Ottawa.
- Environnement Canada. 1997b. *Méthode d'essai biologique : essai de survie et de croissance de l'amphipode Hyalella azteca dans les sédiments*. SPE 1/RM/33. Série de la protection de l'environnement. Ottawa.
- USEPA. 2000. *Methods for measuring the toxicity and bioaccumulation of sediment-associated contaminants with freshwater invertebrates – second edition*. EPA-823-F-00-002. Office of Water.
- USEPA. 1994. *Methods for measuring the toxicity and bioaccumulation of sediment-associated contaminants with estuarine and marine amphipods*. EPA-600/R-94/025, Narragansett, RI.
- USEPA. 1993. *Standard operating procedures for culturing Hyalella azteca (ERL-D-SOP-CTI-016), Chironomus tentans (ERL-D-SOP-CTI-015) and Lumbriculus variegatus (ERL-D-SOP-CTI-017)*. USEPA, Environmental Research Laboratory, Duluth, MN.
- ASTM. 1999b. *Standard test methods for measuring the toxicity of sediment-associated contaminants with freshwater invertebrates*. E1706-95b. In *Annual Book of ASTM Standards*, Vol. 11.05, Philadelphia. PA.
- ASTM. 1999c. *Standard guide for designing biological tests with sediments*. E1525-94a. In *Annual Book of ASTM Standards*, Vol. 11.05, Philadelphia. PA.

Pour les sédiments d'eau salée, il est recommandé de se reporter aux procédures et aux essais de toxicité proposés dans le Programme sur l'immersion en mer d'Environnement et Changement climatique Canada

(<http://ec.gc.ca/Publications/default.asp?lang=Fr&xml=48C87536-9FE9-49F0-B6A5-32EFB1364A17>).

- Environnement Canada. 2001. *Méthode d'essai biologique : essai de survie et de croissance des vers polychètes spionides (Polydora cornuta) dans les sédiments*. SPE1/RM/41. Série de la protection de l'environnement. Ottawa.
- Environnement Canada. 1998. *Méthode d'essai biologique : méthode de référence pour la détermination de la létalité aiguë d'un sédiment pour des amphipodes marins ou estuariens*. SPE 1/RM/35. Série de la protection de l'environnement. Ottawa.

## Références

[AFNOR] Association française de normalisation. 2004. *Qualité de l'eau – Détermination de la toxicité des sédiments d'eau douce vis-à-vis de Chironomus riparius*. XP T 90-339-1. Paris, France.

[AFNOR] Association française de normalisation. 2003. *Qualité de l'eau – Détermination de la toxicité des sédiments d'eau douce vis-à-vis de Hyalella azteca*. XP T 90-338-1. Paris, France.

[ASTM] American Society for Testing and materials. 1999a. *Standard guide for collection, storage, characterisation and manipulation of sediments for toxicological testing*. E1391-94. In *Annual Book of ASTM Standards*, Vol. 11.05, Philadelphia, PA.

[ASTM] American Society for Testing and materials. 1999b. *Standard test methods for measuring the toxicity of sediment-associated contaminants with freshwater invertebrates*. E1706-95b. In *Annual Book of ASTM Standards*, Vol. 11.05, Philadelphia. PA.

[ASTM]. American Society for Testing and materials. 1999c. *Standard guide for designing biological tests with sediments*. E1525-94a. In *Annual Book of ASTM Standards*, Vol. 11.05, Philadelphia. PA.

Atlantic PIRI. 2012. *Atlantic RBCA (Risk-Based Corrective Action) Ecological Screening Protocol for Petroleum Impacted Sites in Atlantic Canada: Scientific Rationale to support the Adoption/Development of Tier 1 Ecological Screening Levels for Soil, Surface Water, Groundwater and Sediment*. Version 3, July 2012.

Atlantic RBCA. 2015. *Risk-Based Corrective Action for Petroleum Impacted Sites in Atlantic Canada*. Version 3. User Guidance. Revised January 2015.

Bakke, T., T. Källqvist, A. Ruus, G.D. Breedveld et K. Hylland. 2010. *Development of sediment quality criteria in Norway*. *J. Soils Sediments*, 10:172-178.

Bartlett, A.J., U. Borgmann, D.G. Dixon, S.P. Batchelor et R.J. Maguire. 2005. *Toxicity and bioaccumulation of tributyltin in Hyalella azteca from freshwater harbour sediments in the Great Lakes Basin, Canada*. *Can. J. Fish. Aquat. Sci.*, 62:1243-1253.

[CEAEQ] Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, Québec. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante - a.

[CEAEQ] Centre d'expertise en analyse environnementale de Québec. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC, Québec. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante - b.

[CEAEQ] Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en toxicologie*, DR-12-SCA-03, Québec. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, édition courante-c.

[CCME] Conseil Canadien des Ministres de l'Environnement. 2008. Standards pancanadiens relatifs aux hydrocarbures pétroliers (HCP) dans le sol.

[CCME] Conseil canadien des ministres de l'environnement. 1995. *Protocole pour l'élaboration de recommandations pour la qualité des sédiments en vue de la protection de la vie aquatique*. CCME EPC-98E. Établi par Environnement Canada, Division des recommandations, Secrétariat technique du CCME, Groupe de travail sur les

recommandations pour la qualité des eaux. Ottawa. (Repris dans les Recommandations canadiennes pour la qualité de l'environnement, chapitre 6.)

DiToro, D.M., J.A. McGrath and D.J. Hansen. 2000. *Technical basis for narcotic chemicals and polycyclic aromatic hydrocarbon criteria. I. Water and tissue*. Environ. Toxicol. Chem. 19: 1951-1970.

DiToro, D.M. and J.A. McGrath. 2000. *Technical basis for narcotic chemicals and polycyclic aromatic hydrocarbon criteria. II. Mixtures and sediments*. Environ. Toxicol. Chem. 19: 1971-1982.

[EC] Environnement Canada. 2013. *Recommandations fédérales pour la qualité de l'environnement pour les polybromodiphényléthers (PBDE)*. Bureau national des recommandations et des normes, Gatineau, QC. 28 pp.

[EC] Environnement Canada. 2010. *Rapport final écologique sur l'état des connaissances scientifiques sur le décaBDE, bioaccumulation et transformation*. 180 pp.

[EC] Environnement Canada. 2006. Loi canadienne sur la protection de l'Environnement 1999 – Rapport d'évaluation écologique préalable des polybromodiphényléthers (PBDE) 57 pp.

[EC] Environnement Canada. 2002a. *Guide d'échantillonnage des sédiments du Saint-Laurent pour les projets de dragage et de génie maritime. Volume 1 : Directive de planification*. Environnement Canada, Direction de la Protection de l'Environnement, Région du Québec, Section innovation technologique et secteurs industriels.

[EC] Environnement Canada. 2002b. *Guide d'échantillonnage des sédiments du Saint-Laurent pour les projets de dragage et de génie maritime. Volume 2 : Manuel du praticien de terrain*. Environnement Canada, Direction de la Protection de l'Environnement, Région du Québec, Section innovation technologique et secteurs industriels

[EC] Environnement Canada. 1998. *Méthode d'essai biologique : méthode de référence pour la détermination de la létalité aiguë d'un sédiment pour des amphipodes marins ou estuariens*. SPE 1/RM/35. Série de la protection de l'environnement. Ottawa.

[EC] Environnement Canada. 1997a. *Méthode d'essai biologique : essai de survie et de croissance des larves dulcicoles de chironomes (Chironomus tentans ou Chironomus riparius) dans les sédiments*. SPE 1/RM/32. Série de la protection de l'environnement. Ottawa.

[EC] Environnement Canada. 1997b. *Méthode d'essai biologique : essai de survie et de croissance de l'amphipode Hyaella azteca dans les sédiments*. SPE 1/RM/33. Série de la protection de l'environnement. Ottawa.

[EC] Environnement Canada. 1994. *Document d'orientation sur le prélèvement et la préparation de sédiments en vue de leur caractérisation physico-chimique et d'essais biologiques*. SPE 1/RM/29. Série de la protection de l'environnement. Ottawa.

[EC et MDDEP] Environnement Canada et ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec. 2007. *Critères pour l'évaluation de la qualité des sédiments au Québec et cadres d'application : prévention, dragage et restauration*. 39 pages ou édition courante.

Gazette du Canada Partie 1, le 4 avril 2015. Règlement modifiant le Règlement sur certaines substances toxiques interdites. 72 pp.

International Programme on chemical Safety, 1990. Environmental Health Criteria 116 : Tributyltin Compounds.

Justice Canada. *Règlement sur les polybromodiphényléthers* (DORS/SOR/2008-218). À jour au 12 avril 2016. 3pp.

[MDDEFP] Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Faune et des Parcs du Québec. 2013. *Lignes directrices pour l'évaluation de la qualité des sédiments du lac Mégantic et de la rivière Chaudière, en lien avec l'accident ferroviaire du 6 juillet 2016*. 6 pages + annexe

[MDDEFP et EC] Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Faune et des Parcs du Québec et Environnement Canada. 2013. *L'évaluation du risque écotoxicologique (ERE) du rejet en eau libre des sédiments, en soutien à la gestion des projets de dragage en eau douce*. 44 pages + annexes.

[MDDEP] Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec. *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales : Cahier 1 – généralité*, édition courante.

Pelletier, M., M. Desrosiers, S. Lepage, Y. de Lafontaine. 2014. *Les butylétains dans les sédiments du fleuve Saint-Laurent*. Fiche de suivi de l'état du Saint-Laurent, Environnement Canada et ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques.

Shepard, F. P., 1954. *Nomenclature based on sand-silt ratios*. Journal of Sedimentary Petrology **24**: 151-158.

USEPA. 1999. *Methods for collection, storage, and manipulation of sediments for chemical and toxicological analyses* (May 14, 1999 draft).

USEPA. 1995. *QA/QC guidance for sampling and analysis of sediments, water and tissues for dredged material evaluations-chemical evaluations*. EPA 823-B-95-001. Office of Water, Washington, DC.

Van Den Berg, M., L. Birnbaum, B.T.C. Bosveld, B. Brunström, P. Cook, M. Feeley, J.P. Giesy, A. Hanberg, R. Hasegawa, S.W. Kennedy, T. Kubiak, J.C. Larsen, F.X. Rolaf Van Leeuwen, A.K.D. Liem, C. Nolt, R.E. Peterson, L. Poellinger, S. Safe, D. Schrenk, D. Tillitt, M. Tysklind, M. Younes, F. Waern et T. Zacharewski. 1998. *Toxic equivalency factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for humans and wildlife*. Environmental Health Perspectives, 106:775-792.

Wentworth, C.K. 1922. A scale of grade and class terms of clastic sediments. *J. Geol.*, 30:377-392.

# Annexe 1. Définition des termes se rapportant à la précision et à l'exactitude des analyses

## LIMITE DE DÉTECTION DE LA MÉTHODE

La limite (ou seuil) de détection est la concentration minimale qui peut être décelée avec une fiabilité définie pour une méthode d'analyse. À une concentration inférieure à la limite de détection de la méthode (LDM), le signal produit par la substance analysée ne se démarque pas du bruit de fond de l'appareil de mesure. La LDM est la concentration équivalant à trois fois l'écart type calculé à partir d'au moins dix mesures effectuées sur des échantillons dont la concentration est aussi proche que possible de la LDM prévue. Dans le choix des échantillons pour déterminer la LDM, il faut considérer que la valeur de LDM ne sera valide que si le rapport de la moyenne des n répliqués sur la LDM obtenue se situe entre 4 et 10.

$$\text{LDM} = 3 \times s_1$$

où  $s_1$  : l'écart type d'une série de répliqués.

Si le nombre de répliqués est supérieur à sept, le *Guide de caractérisation des eaux usées industrielles* (CSL, 1996) indique que la LDM peut être définie par l'équation suivante :

$$\text{LDM} = t_{(0,975; n-1)} \times s_2$$

où  $s_2$  : l'écart type d'une série de répliqués;  
 $t_{(0,975; n-1)}$  : la valeur de Student à un niveau de confiance de 97,5 %;  
 $n$  : le nombre de répliqués.

Noter que pour les analyses réalisées par spectrométrie de masse haute résolution, les limites de détection et de quantification peuvent être déterminées pour chaque échantillon.

## LIMITE DE QUANTIFICATION (LQM)

La limite (ou seuil) de quantification est la concentration minimale qui peut être quantifiée par une méthode d'analyse avec une fiabilité définie. C'est la concentration correspondant à dix fois l'écart type calculé à partir d'au moins dix mesures effectuées sur des échantillons dont la concentration est aussi proche que possible de la LDM (ce qui est équivalent à  $3,33 \times \text{LDM}$ ). Il est donc important de connaître la LQM d'une méthode d'analyse pour savoir s'il est possible d'affirmer qu'une substance est présente à une concentration donnée, avec un degré de fiabilité donné, dans un échantillon.

$$\text{LQM} : 10 \times s_1$$

où  $s_1$  : l'écart type d'une série de répliqués.

## FIDÉLITÉ OU PRÉCISION

La fidélité à un niveau donné correspond à l'étroitesse de l'accord entre les résultats obtenus en appliquant le procédé expérimental à plusieurs reprises ( $n = 10$  répliqués) dans des conditions déterminées. Selon les conditions d'exécution de l'essai, cette caractéristique s'exprime sous forme de répliquabilité ou de répétabilité.

## Répliquabilité

La répliquabilité à un niveau donné correspond à l'étroitesse de l'accord entre les résultats individuels successifs obtenus sur le même échantillon soumis à l'essai dans le même laboratoire et dans les conditions suivantes : même analyste, même appareil, même jour. La valeur sera déterminée à partir de l'équation suivante :

$$\frac{t_{(0,975; n-1)} \times S_3}{\sqrt{n}}$$

- où  $s_3$  : l'écart type d'une série de mesures se référant à la répliquabilité;  
 $t_{(0,975; n-1)}$  : la valeur de Student à un niveau de confiance de 97,5 %;  
 $n$  : le nombre de réplicats;

## Répétabilité

La répétabilité à un niveau donné correspond à l'étroitesse de l'accord entre les résultats individuels successifs obtenus sur le même échantillon soumis à l'essai dans le même laboratoire et dont au moins l'un des éléments suivants est différent : l'analyste, l'appareil, le jour. La valeur sera déterminée à partir de l'équation suivante :

$$\frac{t_{(0,975; n-1)} \times S_4}{\sqrt{n}}$$

- où  $s_4$  : l'écart type d'une série de mesures se référant à la répétabilité;  
 $t_{(0,975; n-1)}$  : la valeur de Student à un niveau de confiance de 97,5 %;  
 $n$  : le nombre de réplicats.

## JUSTESSE OU EXACTITUDE

La justesse à un niveau donné correspond à l'étroitesse de l'accord entre la valeur certifiée par un organisme reconnu et le résultat moyen qui serait obtenu en appliquant dix fois le procédé expérimental ( $n=10$  réplicats). La justesse se mesure, à un niveau donné de concentration, dans la zone quantifiable usuelle de la méthode. Elle s'exprime par l'erreur relative. Elle se calcule à l'aide de la formule suivante :

$$\text{Justesse (\%)} = 100 - |\text{Erreur relative (\%)}|$$

où 
$$\text{Erreur relative (\%)} = \frac{V_s - V_o}{V_s} \times 100$$

- et où  $V_s$  : la valeur suggérée;  
 $V_o$  : la moyenne des valeurs observées.

## RÉCUPÉRATION

Le taux de récupération permet d'identifier, pour un échantillon donné et à un niveau de concentration donné, une possible interférence lors de l'analyse. Il se mesure, à un niveau donné de concentration, dans la zone quantifiable usuelle de la méthode. Il correspond à la différence (en pourcentage) entre la concentration mesurée d'un échantillon fortifié avec

une substance d'intérêt et la concentration mesurée du même échantillon non fortifié, divisé par la concentration de l'analyte ajouté :

$$\text{Récupération (\%)} = \frac{C_f - C}{C_a} \times 100$$

- où
- $C_f$  : concentration mesurée d'un échantillon fortifié;
  - $C$  : concentration mesurée d'un échantillon non fortifié;
  - $C_a$  : Concentration de la substance ajoutée.

## Annexe 2. Définitions – éléments de contrôle de la qualité

### BLANC DE MÉTHODE

Les blancs de méthode renseignent sur toute contamination possible. Les blancs sont composés des solvants ou des réactifs utilisés dans l'analyse, en quantités égales à celles utilisées dans l'analyse, et ils sont soumis à toutes les étapes du protocole d'analyse.

### RÉPLICAT ET DUPLICATA

Les réplicats sont plusieurs parties aliquotes distinctes obtenues à partir d'un même échantillon et soumises au même processus d'analyse, du prétraitement au dosage. Le duplicata est un réplicat ayant 2 parties aliquotes distinctes. Cet élément de contrôle sert à vérifier la variabilité d'une méthode d'analyse.

### ÉCHANTILLON FORTIFIÉ

Un échantillon fortifié est un échantillon déjà analysé auquel a été ajoutée une quantité connue d'une ou plusieurs substances chimiques d'intérêt. La quantité ajoutée doit être constituée d'entre 50 et 100 % de la quantité préalablement mesurée. L'échantillon fortifié permet de vérifier le taux de récupération sur un échantillon réel.

### MATÉRIAU DE RÉFÉRENCE CERTIFIÉ (MRC)

Les MRC sont des échantillons prélevés et préparés (homogénéisés, séchés et tamisés) par un organisme reconnu. Ils sont caractérisés par leur stabilité et leur homogénéité. Leur teneur en certaines substances est déterminée par plusieurs laboratoires qualifiés et reconnus, et elle peut donc être considérée avec un haut niveau de confiance comme une valeur de référence. Les MRC sont accompagnés d'un certificat délivré par l'organisme.

Ces matériaux existent dans une gamme étendue de concentrations pour la majorité des substances dont traite le présent guide. Voici quelques fournisseurs :

- CEAEQ, Centre d'expertise en environnementale du Québec. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Québec, Québec.
- CNRC, Programme de standards de chimie analytique marine, Conseil national de recherches du Canada, Ottawa, Ontario.
- INRE, Institut national de recherche sur les eaux, Centre canadien des eaux intérieures, Burlington, Ontario.
- NIST, National Institute of Standards and Technology (Standard Reference Material Program), Gaithersburg, Maryland, E.-U.
- USEPA, United States Environmental Protection Agency, Quality Assurance Branch, Cincinnati, Ohio, E.U.
- USGS, US Geological Survey, Reston, Virginie, E.-U.

## **MATÉRIAU DE RÉFÉRENCE (MR)**

Les MR sont des matériaux de référence préparés par le laboratoire qui fait les analyses. Ces matériaux sont préparés à partir de vrais échantillons dont le laboratoire a préalablement déterminé les caractéristiques chimiques d'intérêt. Ils doivent être stabilisés et homogénéisés. On établit les valeurs attendues de concentration des éléments d'intérêt en réalisant un minimum de sept à dix analyses et en calculant la moyenne de résultats valables obtenus. Cette valeur moyenne devient la valeur attendue du MR. Les analyses initiales doivent être réalisées simultanément avec des échantillons de contrôle certifiés (MRC) afin de s'assurer de la validité du processus analytique et des résultats obtenus. Les MR doivent être retraçables et validés périodiquement par rapport à des MRC de même nature.

## **ÉTALON D'INJECTION (OU VOLUMÉTRIQUE) ET ÉTALON DE RECOUVREMENT (D'EXTRACTION OU ANALOGUE)**

(Paramètres de chimie organique)

L'étalon d'injection est un étalon ajouté à l'extrait purifié immédiatement avant le dosage. Il sert à vérifier la stabilité de l'appareil de mesure et à corriger toute variation instrumentale. Un étalon de recouvrement est un composé qui se comporte de façon similaire aux composés analysés et qu'on ajoute à l'échantillon avant tout traitement. Il sert à évaluer le rendement du procédé d'extraction et de purification et à corriger les effets de matrice.

Un choix judicieux des étalons d'injection et des étalons de recouvrement permet d'obtenir des données de validation qui représentent le plus fidèlement possible la performance de la méthode d'analyse. Il est recommandé de choisir les étalons de recouvrement de façon à obtenir une appréciation valable tout au long de l'analyse. De plus, si plusieurs laboratoires travaillent à un même projet, il est beaucoup plus facile de comparer les performances s'ils utilisent les mêmes étalons d'injections et les mêmes étalons de recouvrement.

**TABLEAU 1** – Nombre minimal des éléments de contrôle à insérer par série d'analyses<sup>1</sup>

Nombre d'échantillons à analyser	Nombre de blancs	Nombre de MR ou de MRC	Nombre d'autres éléments <sup>2</sup>
1	1	1	0
11	1	1	1
18	1	1	2
24	1	1	3
29	2	2	3
30	2	2	3
37	2	2	4
44	2	2	5
50	2	2	6
56	3	3	5
57	3	3	6
64	3	3	7
70	3	3	8
76	4	4	8
84	4	4	9
90	4	4	10
100 et plus	Fréquence d'insertion des blancs et des MR ou des MRC : minimum 4 % des échantillons. Fréquence d'insertion de tous les éléments de contrôle de la qualité autres que les blancs : minimum 15 % des échantillons.		

<sup>1</sup> Pour l'analyse de substances organiques, il est souvent nécessaire d'ajouter des étalons d'injection et des étalons d'extraction aux éléments de contrôle présentés dans ce tableau. Le nombre minimal d'étalons d'extraction et d'injection à ajouter à chaque échantillon est présenté au tableau 2.

<sup>2</sup> Éléments : duplicata, réplikat et échantillon fortifié. (Il est recommandé d'utiliser en alternance l'ensemble de ces éléments de contrôle afin d'obtenir des informations plus complètes sur la performance de la méthode au moment des analyses.)

**TABLEAU 2** – Nombre minimal d'étalons d'injection et d'étalons de recouvrement recommandé à ajouter à chaque échantillon

Paramètre	Nombre d'étalons d'injection	Nombre d'étalons d'extraction
Biphényles polychlorés	4	3
Toxaphène	1	1
Pesticides organochlorés	2	1
Hydrocarbures aromatiques polycycliques	1	3
Hydrocarbures pétroliers C <sub>10</sub> -C <sub>50</sub>	S.O.	S.O.
Dioxines et furanes chlorés	4	9
Composés phénoliques	1	3
Nonylphénols	1	1
NPEO	1	1
PBDE	4	6

S.O. : sans objet.



Environnement et  
Changement climatique Canada

Environment and  
Climate Change Canada

***Développement durable,  
Environnement et Lutte  
contre les changements  
climatiques***

**Québec** 

The logo for the province of Quebec, featuring the word "Québec" in a serif font followed by a blue square containing four white fleur-de-lis symbols arranged in a 2x2 grid.