

PROTOCOLE D'ESSAI À UTILISER POUR LA RÉALISATION D'ESSAIS PILOTES UTILISANT DE L'ACIDE PERACÉTIQUE

L'Agence de réglementation et de la lutte antiparasitaire (ARLA) de Santé Canada a homologué un produit contenant de l'acide peracétique (PAA) pour la désinfection des effluents de stations d'épuration des eaux usées.

Avant que le PAA ne puisse être utilisé pour la désinfection d'eaux usées traitées, un projet pilote doit être réalisé. Cette condition s'applique, que le PAA soit utilisé en complémentarité ou non, avec des moyens de désinfection admis dans la *Position sur la désinfection des eaux usées traitées* du ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques (MDDELCC). Le présent document résume le protocole à utiliser pour la réalisation d'un tel projet pilote.

S'il s'agit d'un système de désinfection où le PAA est utilisé en complémentarité avec un autre moyen de désinfection, les essais doivent porter sur l'ensemble du système de désinfection proposé (Ex. : PAA + UV). Il ne faut toutefois pas considérer le traitement biologique, incluant les étangs aérés, comme un moyen de désinfection faisant partie du système de désinfection, même si ce traitement permet de réduire significativement des micro-organismes pathogènes.

1 BUT DES ESSAIS

Les essais pilotes ont pour objectifs de vérifier l'efficacité du système de désinfection, tant sur les coliformes fécaux que sur les virus, et d'évaluer la toxicité de l'effluent qui serait causée par le résiduel du produit utilisé. Ces essais sont supervisés par une tierce partie indépendante qui doit vérifier la rigueur de la validation réalisée et rapporter, de façon objective, les résultats obtenus.

Le dosage et le temps de contact doivent avoir été établis avant le début des essais, par des essais en laboratoire ou autrement, afin de démontrer que ce qui a été établi atteint les performances visées dans différentes conditions réelles.

Il est de la responsabilité du promoteur et de son ingénieur mandaté de s'assurer que le programme de suivi permettra d'obtenir toutes les données et tous les renseignements nécessaires pour démontrer les performances du système de désinfection et l'absence de toxicité à l'effluent.

2 DURÉE DES ESSAIS

L'unité pilote doit être exploitée dans les conditions de référence durant une période d'au moins cinq jours à des températures d'effluent de 15 °C ou plus, d'au moins cinq jours à des températures entre 3 et 10 °C et d'au moins cinq jours à des températures d'au plus 3 °C, et dans des conditions de qualité de l'eau à désinfecter sont représentatives des variations anticipées en conditions réelles.

3 SUPERVISION PAR UNE TIERCE PARTIE

Le suivi des essais devra être effectué sous la supervision d'une tierce partie, c'est-à-dire une firme dont au moins un spécialiste membre d'un ordre professionnel possède les connaissances nécessaires au suivi des essais.

Le mandat de la tierce partie doit inclure la mesure des débits, la supervision du prélèvement des échantillons, l'enregistrement des échantillons, la tenue du journal des activités d'échantillonnage, le suivi de tous les paramètres d'exploitation (www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/generalitesC1.pdf) et le relevé des conditions existantes à l'installation pilote lors du prélèvement des échantillons pour les analyses de laboratoire.

La tierce partie a la responsabilité de faire toutes les investigations nécessaires afin de déterminer les conditions d'exploitation en vigueur avant et pendant le prélèvement des échantillons. Ces conditions doivent être présentées et discutées dans le rapport de suivi.

La tierce partie doit rédiger un rapport de suivi incluant la présentation de tous les résultats compilés, ses propres relevés et commentaires, ainsi que l'analyse et l'interprétation des résultats relativement aux conditions d'exploitation et aux interventions effectuées.

4 PARAMÈTRES ET ANALYSES

PARAMÈTRES D'EXPLOITATION

Décrire les cycles de fonctionnement, la programmation des automates et le fonctionnement des systèmes de contrôle.

Prévoir le dosage suffisant de virus de type coliphage F-spécifique à l'affluent du système de désinfection permettant de bien évaluer l'efficacité du désinfectant (voir le protocole élaboré par USEPA, sous le programme ETV, et NSF International¹).

¹ ETV/NSF, 2002. *Verification Protocol for Secondary Effluent and Water Reuse Disinfection Applications*. Water Quality Protection Center, Environmental Technology Verification Protocol, 92 p. [En ligne] [http://www.epa.gov/nrmrl/std/etv/pubs/04_vp_waterreuse.pdf].

Avant le début de chacune des périodes d'essais, calibrer les équipements, tels que les pompes d'injection et les pompes de transfert, et faire des essais de fonctionnement.

Mesurer le débit d'eau traitée par le système de désinfection pendant les périodes d'échantillonnage.

Rapporter les dosages des produits utilisés ainsi que le temps de contact lors des périodes d'échantillonnage afin de déterminer le CT (concentration de produit désinfectant x temps de contact) associé à chacun des échantillons prélevés.

ÉCHANTILLONNAGES ET ANALYSES À EFFECTUER

Les échantillonnages et les analyses doivent comprendre, au minimum, ce qui suit :

- 25 prélèvements (c'est-à-dire 5 prélèvements par jour d'essai durant 5 jours) pour chacune des trois périodes d'essai. Les prélèvements sont du type instantané et comprennent chacun la collecte d'un échantillon à l'affluent et une autre à l'effluent du système pilote. S'il s'agit d'un système de désinfection où le PAA est utilisé en complémentarité avec un autre moyen de désinfection, les échantillons doivent être prélevés en amont et en aval de l'ensemble du système de désinfection proposé. Il faut prévoir un délai équivalent au temps de contact du produit désinfectant entre la prise de l'échantillon à l'affluent et la prise de l'échantillon à l'effluent. Les prélèvements doivent être espacés d'au moins une heure et avoir lieu durant le jour, lorsque les débits à la station d'épuration sont importants.
- Les analyses à effectuer sur l'affluent du système de désinfection pour chacun des échantillonnages doivent comprendre les données suivantes :
 - Température;
 - pH;
 - DBO₅C;
 - DCO;
 - MES;
 - Azote ammoniacal total (NH₃-NH₄⁺);
 - Coliformes fécaux;
 - Virus (coliphages F-spécifiques).
- Les analyses à effectuer sur l'effluent du système de désinfection pour chacun des échantillonnages doivent comprendre les données suivantes :
 - pH;
 - DBO₅C;
 - Coliformes fécaux ;
 - Virus (coliphages F-spécifiques);
 - PAA;
 - Peroxyde d'hydrogène.

Les analyses du PAA doivent être effectuées immédiatement après le prélèvement (donc sur place à moins que sa concentration puisse être stabilisée par l'ajout d'un produit), selon un protocole d'analyse validé par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec ou provenant d'un organisme reconnu.

Des essais de toxicité doivent également être effectués sur l'affluent et l'effluent du système de désinfection. Les essais de toxicité effectués sur l'affluent du système pilote permettront de vérifier si la toxicité mesurée est réellement causée par le résiduel du produit désinfectant.

Les essais de toxicité à utiliser sont les suivants :

- Détermination de la toxicité létale chez les microcrustacés (*Daphnia magna*).
Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ), 2007 (révisé 2011). *Détermination de la toxicité létale CL₅₀ 48h Daphnia magna*. MA 500 – *D.mag. 1.1*. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec.
- Détermination de la létalité aiguë chez la truite arc-en-ciel (*Oncorhynchus mykiss*).
Environnement Canada, 2000. *Méthode d'essai biologique : méthode de référence pour la détermination de la létalité aiguë d'effluents chez la truite arc-en-ciel*. Environnement Canada, Conservation et Protection, Ottawa. SPE 1/RM/13 deuxième édition.

À chacune des périodes d'essai, deux essais de toxicité par espèce doivent être réalisés, et ce, pour chacun des types d'échantillon (effluent et affluent). Un total de douze essais pour la daphnie et de douze essais pour la truite doivent donc être effectués.

Les essais sont effectués avec 100 % d'échantillon (c'est-à-dire sans dilution) et avec renouvellement d'eau aux 24 heures. Le prélèvement d'eau de la première journée sert à amorcer un premier essai de toxicité pour la daphnie et pour amorcer un premier essai de toxicité pour la truite. Le prélèvement d'eau de la deuxième journée sert à amorcer un deuxième essai de toxicité pour la daphnie, à amorcer un deuxième essai de toxicité pour la truite et à servir d'eau de renouvellement pour les deux essais déjà en cours. Les prélèvements d'eau des journées subséquentes servent uniquement d'eau de renouvellement pour les essais déjà en cours.

Les prélèvements pour les essais de toxicité sont du type instantané et doivent se faire en début de journée pour être en mesure d'acheminer rapidement les échantillons au laboratoire à temps afin d'initier les essais la journée même ou afin de renouveler à temps les eaux des essais déjà en cours.

Des essais de toxicité *in situ*, avec alimentation en continu, peuvent également être effectués. Dans ce cas, le protocole d'essai devra être approuvé par le MDDELCC.

PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS

Le prélèvement des échantillons doit être fait par une personne qualifiée conformément aux prescriptions du *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales — Échantillonnage des rejets liquides — Cahiers 1 et 2* [En ligne]

[www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/generalitesC1.pdf,
www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/rejets_liquidesC2.pdf].

Les prélèvements sont de type instantané.

La firme indépendante responsable du suivi des essais doit attester, dans le rapport de suivi, que les échantillons ont été prélevés par une personne qualifiée et que les normes concernant l'échantillonnage et les méthodes et délais de préservation des échantillons ont été respectées.

PRÉSERVATION DES ÉCHANTILLONS

La préservation, le transport et le stockage des échantillons doivent être effectués conformément au paragraphe 5.4 de la norme ISO 5667-10 : 1992 et au fascicule *DR-09-04 — Modes de conservation pour l'échantillonnage de rejets liquides (eaux usées)* [En ligne]

[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/dr09_04r1.pdf] et selon les directives du laboratoire accrédité.

LABORATOIRES ACCRÉDITÉS

Les analyses doivent être effectuées par un laboratoire accrédité par le ministre du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, en vertu de l'article 118.6 de la Loi sur la qualité de l'environnement et conformément à son domaine d'accréditation. La liste des laboratoires accrédités est publiée par le Ministère. Les analyses effectuées à l'extérieur du Québec doivent l'être par un laboratoire accrédité selon la norme internationale ISO/CEI 17025 par un organisme signataire de l'Accord de reconnaissance mutuelle (ARM) de l'International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC).

REGISTRE DES ÉVÉNEMENTS

La tierce partie responsable du suivi des essais doit tenir un registre des conditions en vigueur à l'échantillonnage, de la chronologie des événements et des interventions effectuées sur le système. Elle doit, notamment, noter et rapporter :

- le dosage des produits ajoutés et le temps de contact avant la prise d'échantillons;
- tous les événements notables (Ex.º: bris d'équipements, réparations, ajustements ou modifications mineures apportés au système);
- l'état des systèmes, des automates et de l'instrumentation;
- les dates de calibration des équipements.

MODIFICATIONS EN COURS D'ESSAI

Lors des essais pilotes, aucune modification importante ne doit être apportée à l'installation. Si une telle modification est apportée, le suivi des essais doit être réinitialisé après la modification.

5 CONTENU DU RAPPORT DE SUIVI DES ESSAIS

Le rapport de suivi des essais pilotes doit être préparé par la tierce partie et doit porter la signature de l'ingénieur responsable sur une page décrivant de façon explicite son mandat.

Le rapport de suivi doit comprendre les éléments suivants :

- les procédures de mesure de débits;
- le protocole utilisé pour la prise, la préservation et le transport des échantillons;
- l'attestation que les échantillons ont été prélevés par une personne qualifiée et que les normes concernant l'échantillonnage et les méthodes et délais de préservation des échantillons ont été respectés;
- la présentation de tous les résultats analytiques compilés (inclure en annexe les certificats d'analyses de laboratoire). Tous les résultats doivent être présentés :
 - sous forme de tableaux, en précisant la date et l'heure d'échantillonnage;
 - sous forme de figures, en fonction des dates d'échantillonnage et des dosage et temps de contact appliqués;
- les conditions d'exploitation qui avaient cours avant le prélèvement des échantillons et au moment du prélèvement, y compris les paramètres d'exploitation;
- la nature et le dosage des produits ajoutés;
- le CT (concentration du produit désinfectant x le temps de contact) associé à chacun des résultats;
- la description de tous les événements notables survenus (bris d'équipement, réparations, ajustements, modifications mineures apportées au système ou autres);
- l'interprétation de l'incidence des interventions et des paramètres d'exploitation ainsi que des événements observés lors des essais sur les résultats obtenus;
- les commentaires.