

Protocole pour la réalisation d'essais pilotes utilisant un produit désinfectant homologué par l'ARLA

L'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire (ARLA) de Santé Canada est chargée de la réglementation des pesticides au Canada et procède à l'homologation de nouveaux produits. L'homologation vise un usage particulier du produit, comme la désinfection des effluents des stations d'épuration des eaux usées.

Avant qu'un nouveau produit désinfectant homologué par l'ARLA puisse être utilisé au Québec pour la désinfection d'eaux usées traitées, il doit aussi être approuvé par le ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques (MELCC). Le MELCC approuve l'usage du produit pour la désinfection des effluents des stations municipales d'assainissement des eaux usées s'il est démontré qu'il est efficace non seulement sur les indicateurs de contamination fécale comme les coliformes, mais aussi sur les organismes pathogènes et les virus. Afin de démontrer l'efficacité du produit, un essai pilote doit être réalisé. Cette condition s'applique, que le produit de désinfection soit utilisé en complémentarité ou non avec des moyens de désinfection admis dans la Position ministérielle sur la désinfection des eaux usées traitées. Le présent document résume le protocole à appliquer pour la réalisation d'un tel projet pilote.

S'il s'agit d'un système de désinfection dans lequel le nouveau produit désinfectant est utilisé en complémentarité avec un autre moyen de désinfection, les essais doivent porter sur l'ensemble du système de désinfection proposé (ex. : produit désinfectant homologué + rayonnement UV). Toutefois, il ne faut pas considérer le traitement biologique, y compris les étangs aérés, comme un moyen de désinfection faisant partie du système de désinfection, même si ce traitement permet de réaliser un enlèvement important des microorganismes 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 donne 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. MODALITÉS DU TEST ET DURÉE DES ESSAIS

L'unité pilote doit être exploitée de façon continue durant toute la période d'essai où les conditions de qualité de l'eau à désinfecter sont représentatives des variations attendues en conditions réelles. Minimalement, trois doses de produit désinfectant doivent être testées, chacune durant trois temps de contact (TC). De plus, les essais doivent être effectués à trois températures d'effluent, soit environ 15 °C, 10 °C et 3 °C.

En tout, 13 conditions d'essai devront être testées suivant le plan de test indiqué au tableau 1.

Tableau 1. Plan des conditions de test

	15°C			10°C			3°C		
	TC1	TC2	TC3	TC1	TC2	TC3	TC1	TC2	TC3
Dose 1		x		x		x		x	
Dose 2	x		x		x		x		x
Dose 3		x		x		x		x	

Où Dose1 < Dose 2 < Dose 3 et TC1 < TC2 < TC3.

TC1, TC2 et TC3 sont les mêmes pour chacune des trois températures.

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 dans laquelle 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 qui avaient cours 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 qui étaient en vigueur avant et pendant la prise des échantillons. Ces conditions doivent être présentées et commentées 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, de même 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 de l'USEPA, dans le cadre du programme ETV, et NSF International¹).

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

Mesurer en continu le débit d'eau traité par le système de désinfection pendant les périodes d'échantillonnage.

Rapporter les dosages des produits utilisés, ainsi que les temps de marche ou d'arrêt des équipements tels que les pompes d'injection, les pompes de transfert ou de recirculation, et, s'il y a lieu, les vitesses de fonctionnement, les pourcentages d'induction des variateurs, ou encore le nombre de cycles de fonctionnement des équipements à marche discontinue, etc. Vérifier la calibration des équipements.

Vérifier le volume du bassin de contact. Effectuer un essai au traceur (à dose instantanée) afin de déterminer le temps de résidence hydraulique réel des eaux dans le bassin de contact pour chacun des trois temps de contact testés. Rapporter le temps de contact lors des périodes d'échantillonnage. Ceci permettra de déterminer le CT (concentration de produit désinfectant multipliée par le temps de contact) associé à chacun des échantillons prélevés.

ÉCHANTILLONNAGE ET ANALYSES À EFFECTUER

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

- Trois prélèvements doivent être effectués sur l'affluent et sur l'effluent du système pilote pour chacune des conditions de test. Les prélèvements sont du type instantané. S'il s'agit d'un système de désinfection où le produit de désinfection à l'essai est utilisé en complémentarité avec un autre moyen de désinfection, les échantillons doivent être prélevés en

¹ ETV/NSF, 2002. *Verification Protocol for Secondary Effluent and Water Reuse Disinfection Applications*. Water Quality Protection Center, Environmental Technology Verification Protocol, 92 p. (https://archive.epa.gov/nrmrl/archive-etv/web/pdf/04_vp_waterreuse.pdf).

- amont et en aval de l'ensemble du système de désinfection proposé. Les prélèvements doivent être espacés d'au moins 30 minutes;
- Les analyses à effectuer sur l'affluent du système de désinfection pour chacun des échantillonnages doivent comprendre les données suivantes :
 - Température;
 - pH;
 - Alcalinité;
 - 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;
 - Alcalinité;
 - DBO₅C;
 - Coliformes fécaux;
 - Virus (coliphages F-spécifiques);
 - Résiduel du produit désinfectant;
 - Sous-produits générés par le désinfectant s'il y a lieu.

Les analyses du produit de désinfection testé 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 préalablement présenté et approuvé par le MELCC.

Des essais de toxicité doivent également être réalisés sur l'affluent et l'effluent du système de désinfection. Les essais de toxicité réalisés 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), 2016. *Détermination de la toxicité létale CL₅₀ 48h Daphnia magna*. MA 500 – D. mag. 1.1, Révision 2. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 18 p.
- 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, avec modification de mai 2007.

Un essai de toxicité par espèce, pour la condition Dose3/TC1/10°C, doit être réalisé, et ce, pour chacun des types d'échantillon (effluent et affluent).

Les essais sont réalisés avec des échantillons purs à 100 % (c.-à-d. sans dilution).

Les prélèvements pour les essais de toxicité sont du type instantané et il faut les faire en début de journée pour être en mesure d'acheminer les échantillons au laboratoire à temps pour permettre de débiter les essais la journée même.

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

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*

(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, selon le fascicule *DR-09-04 — Modes de conservation pour l'échantillonnage de rejets liquides (eaux usées)*

(www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/dr09_04rl.pdf)
et selon les directives du laboratoire accrédité.

LABORATOIRES ACCRÉDITÉS

Les analyses doivent être effectuées par un laboratoire accrédité par le ministre 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 indiquant les conditions en vigueur lors de l'échantillonnage, la chronologie des événements et les 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. : 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 entièrement repris 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 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 et de calibration de la méthode;
- 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 respectées;
- la présentation de tous les résultats analytiques compilés (notamment, 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, notamment :
 - le temps de marche ou d'arrêt des équipements, les vitesses de fonctionnement, les pourcentages d'induction des variateurs, ou encore le nombre de cycles de fonctionnement des équipements à marche discontinue, etc.;
 - le volume du bassin de contact;
 - les mesures du débit;
 - la description de la méthode de l'essai au traceur à dose instantanée, en rapportant le pourcentage de récupération du traceur, les mesures du traceur, la courbe de traçage, la distribution du temps de rétention, le % de volume mort et le temps de rétention hydraulique moyen;
- la méthode de dosage des produits et de calibration du système de dosage;
- le CT (concentration du produit désinfectant multipliée par le temps de contact moyen) associé à chacun des résultats;
- le plan de régression des données présentant le taux d'abattement des coliphages suivant le CT et la température, incluant l'équation du plan, la valeur des coefficients, l'erreur type sur chacun, la statistique T et la probabilité, l'analyse de variance et les statistiques de la régression;
- la description de tous les événements notables survenus (bris d'équipements, 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.