

Annexe 1. Procédures opérationnelles normalisées (PON)

a. PON pour le nettoyage et la préparation des bouteilles à échantillon

Les bouteilles à échantillon sont des bouteilles en verre ambré de 65 ml dotées de bouchons dévissables ouverts avec septums en téflon.

Nettoyage des bouteilles à échantillon : faites tremper, pendant deux heures, les bouteilles en verre ambré de 65 ml, dotées de bouchons dévissables ouverts avec septum en téflon, dans de l'eau chaude et du détergent liquide fourni par le laboratoire. Rincez-les quatre fois à l'eau chaude du robinet, puis trois fois à l'eau Milli-Q et placez-les, bouchon vers le bas, sur un plateau recouvert d'essuie-tout pour qu'elles s'égouttent. Placez les bouteilles sur le côté dans un four à moufle et faites-les chauffer à une température de 400 °C pendant six heures puis laissez-les refroidir pendant la nuit. Fermez les bouteilles à l'aide de bouchons propres recouverts d'un joint Tuf-bond en téflon.

Bouchons et septums : nettoyez-les dans un bécher en les faisant tremper dans l'eau chaude savonneuse. Rincez-les cinq fois à l'eau du robinet et quatre fois à l'eau Milli-Q. Laissez-les sécher sur des plateaux recouverts d'essuie-tout et de grands chiffons Kimwipes.

Étiquetez chaque bouteille conformément au protocole de Statistique Canada. Avant d'expédier les bouteilles, ajoutez 1 ml de solution tampon (pH 4,0 à 4,3, préparée au laboratoire) ou 1 ml d'acide chlorhydrique dilué (0.1 N) et 0,2 ml d'une solution d'acide ascorbique (0,114 M) à chacune d'entre elles.

b. PON pour l'expédition des bouteilles à échantillon et des échantillons

Placez les bouteilles dans une glacière avec des blocs réfrigérants qui garderont la température entre 4 et 10 °C, et envoyez-les au laboratoire de terrain de Statistique Canada.

Avant l'expédition, conservez tous les échantillons recueillis dans un réfrigérateur ou dans une glacière remplie de blocs réfrigérants pour que la température ne dépasse pas 10 °C (pour garder les bouteilles à la bonne température, remplacez les blocs réfrigérants à mesure qu'ils dégèlent). Les échantillons ne doivent pas geler.

Placez un blanc de voyage (bouteille avec un point vert que fournit notre laboratoire) dans chaque glacière à échantillons.

Placez les bouteilles dans les glacières de façon à ce qu'elles ne se brisent pas et n'aient pas de fuite et veillez à maintenir une température froide :

- placez les bouteilles à échantillon et les blancs dans leur boîte d'origine;
- bourrez les espaces vides de papier d'emballage;

- mettez les boîtes à échantillons dans les sacs en plastique à fermeture à glissière fournis par le laboratoire et fermez bien les sacs pour éviter que l'eau n'endommage la boîte ou l'échantillon;
- placez les boîtes contenant un échantillon dans une glacière, ajoutez deux blocs réfrigérants et bourrez les espaces vides de papier d'emballage brun froissé jusqu'à ce que les boîtes n'aient plus d'espace pour bouger lorsque vous secouez la glacière;
- assurez-vous que les blocs réfrigérants sont complètement gelés. Vous pouvez utiliser des blocs qui ont déjà commencé à dégeler, mais vous devez les mettre dans deux sacs en plastique, que nous vous fournirons, pour éviter qu'il y ait une fuite d'eau;
- scellez les glacières avec du ruban adhésif d'une largeur de 3 po, étiquetez-les et envoyez-les au laboratoire de Santé Canada par Purolator ou FedEx afin qu'elles soient reçues le jour suivant avant 9 h.

c. PON pour la chaîne de possession des échantillons

Les bouteilles à échantillons sont préparées et emballées par le laboratoire de la DEB, puis expédiées sur le site. Les étiquettes sont apposées et les codes des bouteilles à échantillon sont saisis dans le système. Les bouteilles à échantillon sont conservées dans un réfrigérateur sur le site puis distribuées aux interviewers. Ensuite, les interviewers vont recueillir un échantillon chez les participants et rapportent les bouteilles sur le site. Les étiquettes des échantillons sont saisies dans le système et les échantillons sont envoyés par service de messagerie de 24 heures au laboratoire de la DEB. Les échantillons sont déballés puis saisis dans le système du laboratoire. Les échantillons qui remplissent les critères de rejet sont analysés au laboratoire puis jetés.

d. PON pour la réception des échantillons recueillis sur le site et leur analyse relative aux critères de rejet

Volume minimal requis : pour ce projet, l'exigence d'un volume minimal est remplacée par l'exigence de « remplir la bouteille ». Les bouteilles à échantillon doivent donc être entièrement remplies; il ne doit y avoir aucun espace vide.

Exigences d'expédition : les échantillons doivent être gardés à une température entre le point de congélation et 10 °C.

Critère de rejet des échantillons

Les échantillons congelés, dont la bouteille s'est brisée, qui ont plus de 3 ml d'espace vide, qui ont un septum dont le téflon est à l'endroit ou dont la bouteille est « expirée » doivent être rejetés.

Après avoir mesuré le chlore et le pH, rejetez les échantillons contenant du chlore et ceux qui ont un pH supérieur à 6,0.

Lorsque les échantillons arrivent au laboratoire, utilisez la fiche d'information de la glacière pour vérifier l'exactitude des échantillons reçus dans la liste de réception du système de suivi de l'ECMS (utilisez le scanneur laser Voyager CG).

Classez les échantillons en fonction de la journée où ils ont été recueillis (aidez-vous de la pastille de couleur apposée sur la bouteille; chaque couleur correspond à une journée de la semaine).

Saisissez le code à barres sur la feuille de données du laboratoire. Faites-la imprimer.

Inspectez visuellement les échantillons et prenez en note toutes les irrégularités que vous voyez.

Les échantillons congelés, dont la bouteille s'est brisée, qui ont plus de 3 ml d'espace vide, qui ont un septum dont le téflon est à l'endroit ou dont la bouteille est « expirée » doivent être rejetés. Notez le nombre d'échantillons rejetés sur la feuille de données du laboratoire.

Commencez à traiter les échantillons dans le même ordre où ils ont été recueillis. Vous ne pouvez traiter que 20 échantillons par jour en raison des exigences de temps qui s'appliquent à l'appareil d'analyse. Conservez le reste à une température de 4 °C.

Avant de traiter les échantillons d'eau, laissez-les à température de la pièce pendant 30 minutes. Si les échantillons sont trop froids, la condensation nuira à la mesure du chlore libre.

Mesurez la quantité de chlore libre dans le premier échantillon à l'aide d'un colorimètre Hach (et d'un sachet DPD). Notez le résultat sur la feuille de données.

Tout de suite après, utilisez une pipette graduée jetable de 10 ml et une aide à pipetage pour prélever deux portions aliquotes de 12 ml (duplicata A et B) et mettez-les dans les flacons de MEPS contenant 1,2 g de NaCl. Rebouchez immédiatement. Prélevez une portion aliquote de 6 ml et mettez-la dans un flacon de MEPS contenant 6 ml d'eau du Labrador au pH ajusté et 1,2 g de NaCl (portion aliquote D). Rebouchez. La portion aliquote D (diluée) sera analysée seulement si la concentration en THM du duplicata A dépasse la gamme linéaire et s'il doit être dilué.

Mesurez la quantité de chlore et prélevez des portions aliquotes pour tous les échantillons en appliquant cette méthode.

Après avoir prélevé toutes les portions aliquotes, déterminez le pH des échantillons en utilisant des bandes d'essais de pH EMD (pH 4,0 à 7,0). Notez les résultats.

Les échantillons qui n'ont pas été trempés adéquatement (contenant encore du chlore libre) ou qui ont un pH supérieur à 6,0 seront rejetés.

Sécurité dans le laboratoire de chimie.

Respectez les procédures habituelles de sécurité concernant les opérations en laboratoire. Des fiches signalétiques sont disponibles pour tous les éléments sur lesquels portent les PON.

- e. PON pour la méthode d'analyse relative à l'analyse des COV dans l'eau potable.

Matériel et instruments

Matériel et instruments pour la préparation des échantillons.

La préparation des échantillons se fait au moyen d'un échantillonneur automatique CombiPAL (CTC Analytics AG, Zwingen, Suisse) doté d'une fibre de microextraction en phase solide (fibre de MEPS) de PDMS de 100 μm (Sigma-Aldrich, St. Louis, Missouri).

Solvants, réactifs

Solution d'acide ascorbique : préparez une solution de 0,114 M dans de l'eau purifiée (0,50 mg par 25 ml).

Solution tampon – pH 4,3 : préparez 250 ml de solution en mettant 4,6 ml de NaOH 0,2 N et 63,5 ml de phthalate monopotassique 0,2 M dans un flacon jaugé. Diluez le mélange avec de l'eau purifiée. Calculez le pH réel à l'aide d'un pH-mètre.

Solution d'acide chlorhydrique 0,1 N :

Préparez de l'eau purifiée en distillant de l'eau Milli-Q avec du KMnO_4 et du H_2SO_4 (0,38 g de permanganate de potassium et 6 ml d'acide sulfurique concentré par 3 ml d'eau Milli-Q).

Eau du Labrador, ajustée à un pH 4,5 : déterminez le volume de HCl 0,1 N nécessaire pour ajuster le pH d'un échantillon de 50 ml d'eau du Labrador. Calculez la quantité nécessaire pour un échantillon de 4 l et ajoutez cette quantité à 4 l d'eau du Labrador.

Chlorure de sodium (CAS 7647-14-5) : catégorie biologique contenant une quantité minimale d'ions bromure. À utiliser au fur et à mesure qu'elle vous est fournie.

Méthanol (CAS 67-56-1) et acétone (CAS-67-64-1) : solvant très pur qui sert à la chromatographie en phase gazeuse.

Éther tert-butylque méthylique (MTBE), sans conservateur, pur à 99 % ou plus. Les analyses ont prouvé qu'il ne contient pas de DBP ni d'interférence.

Verrerie et fournitures – Exigences relatives aux bouteilles à échantillon

Flacons jaugés

Flacons de 20 ml pour la MEPS munis d'un septum « bleu » en silicone ou en téflon de 1,5 mm.

Pipettes graduées jetables de 10 ml, à utiliser avec une aide à pipetage.

Microseringues Hamilton – 10 μL et 25 μL

Vortex pour faire des solutions

Balance à plateau – usage général (0,01 g)

Les bouteilles à échantillon sont des bouteilles en verre ambré de 65 ml dotées de bouchons dévissables ouverts avec septums en téflon.

Préparation de la verrerie spécialisée

Flacons jaugés : nettoyez-les en les faisant tremper dans Chromerge pendant deux heures, puis rincez-les quatre fois à l'eau du robinet et quatre fois à l'eau Milli-Q. Laissez-les s'égoutter avant de les rincer à l'acétone. Laissez sécher. Avant l'utilisation, rincez une autre fois avec un solvant puis faites-les sécher grâce à un jet de nitrogène.

Pipettes en verre – avant de les utiliser, rincez les pipettes avec un solvant (MTBE) et laissez-les sécher sous une hotte ou en utilisant un jet de nitrogène.

Appareils d'analyse

Un appareil de CPG-SM triple quadripôle (Bruker 450/300 CPG/SM, Bruker LTD, Fremont, Californie) équipé d'un échantillonneur automatique CombiPAL (CTC Analytics AG, Zwingen, Suisse) et d'une fibre de MEPS de PDMS de 100 µm (Sigma-Aldrich, St. Louis, Missouri) sert à extraire et analyser le THM et le BTEX contenus dans l'eau potable.

Un colorimètre Hach (Hach Ltd., Mississauga, Ont.) sert à déterminer la concentration de chlore dans les échantillons au moment de leur réception.

Technique pour la préparation des échantillons

Conditions de manipulation des échantillons

Le volume ou quantité de substance testée est de 65 ml d'eau potable par maison.

Entreposage des échantillons restants

Les échantillons d'eau potable ne peuvent être analysés une deuxième fois. Après avoir ouvert une bouteille de 65 ml, vous devez transvider l'eau dans trois flacons : deux flacons de 12 ml (échantillons A et B) et un flacon de 6 ml (échantillon D) qui sera utilisé lorsqu'il faut faire une dilution. Après l'analyse, les échantillons sont jetés. Les échantillons d'eau ne peuvent être entreposés plus de 14 jours après leur collecte et ne peuvent être réutilisés après l'ouverture de la bouteille.

Préparation étape par étape des échantillons

Préparez des flacons de MEPS de 20 ml en ajoutant 1,2 g de NaCl à chaque échantillon puis rebouchez. Commencez à traiter les échantillons dans le même ordre où ils ont été recueillis. Vous ne pouvez traiter que 20 échantillons par jour en raison des exigences de temps qui s'appliquent à l'appareil d'analyse. Conservez le reste à une température de 4 °C. Avant de traiter les échantillons d'eau, laissez-les à température pièce pendant 30 minutes. Si les échantillons sont trop froids, la condensation nuira à la mesure du chlore libre. Mesurez la quantité de chlore libre dans le premier échantillon à l'aide d'un colorimètre Hach (et d'un sachet DPD). Notez le résultat sur la feuille de données. Tout de suite après, utilisez une pipette graduée jetable de 10 ml et une aide à pipetage pour prélever deux portions

aliquotes de 12 ml (duplicata A et B) et mettez-les dans les flacons de MEPS contenant 1,2 g de NaCl. Rebouchez immédiatement. Prélevez une portion aliquote de 6 ml et mettez-la dans un flacon de MEPS contenant 6 ml d'eau du Labrador au pH ajusté et 1,2 g de NaCl (portion aliquote D). Rebouchez. La portion aliquote D (diluée) sera analysée seulement si la concentration en THM du duplicata A dépasse la gamme linéaire et s'il doit être dilué.

Mesurez la quantité de chlore et prélevez des portions aliquotes pour tous les échantillons en appliquant cette méthode.

Après avoir prélevé toutes les portions aliquotes, déterminez le pH des échantillons en utilisant des bandes d'essais de pH EMD (pH 4.0-7.0). Notez les résultats.

Les échantillons qui n'ont pas été trempés adéquatement (contenant encore du chlore libre) ou qui ont un pH supérieur à 6,0 seront rejetés.

Ajoutez l'étalon d'isotope à chaque flacon, reboucher, et faites-les passer par le vortex. À tous les dix échantillons, évaluez un échantillon (A) grâce aux normes adéquates d'AQ et entreposez-le (B), puis entreposez les autres échantillons (D) devant être analysés le lendemain à une température de 4 °C. Utilisez les échantillons D seulement si les échantillons A dépassent la gamme linéaire.

Analyse instrumentale

Paramètres et conditions instrumentaux

PRÉPARATION POUR LA CPG-SM/SM (chaque jour)

- Vérifier, en posant un diagnostic d'air ou d'eau, s'il y a une fuite d'air
- Changer le septum de l'injecteur avant (percer le septum avant de l'utiliser)
- Créer une liste d'échantillons pour le lot de la journée
- Organiser les fibres des blancs avant d'organiser les étalons et les échantillons
- CONDITIONS POUR LA CPG-SM/SM : conformément à la méthode prescrite par le responsable technique de Santé Canada.

Préparation des blancs pour la méthode, des échantillons de CQ des vérifications du rétablissement, etc.

PRÉPARATION DES ÉTALONS (selon l'utilisation quotidienne)

- Ajouter, aux flacons de MEPS de 20 ml, 1,2 g de NaCl et 12 ml d'eau du Labrador au pH ajusté à 4,5. Rebouchez immédiatement.
 - Ajouter la quantité nécessaire d'étalon et d'étalon isotopique à chaque flacon de MEPS. Rebouchez immédiatement après chaque ajout et traitez-les au vortex **SEULEMENT** après que tous les étalons et les étalons isotopiques aient été ajoutés.
 - Évaluer les pointes selon le graphique fourni par le responsable technique de Santé Canada.
- f. Contaminants inorganiques qui font partie des priorités du PGPC3 tout au long du projet de la base de données sur les métaux.

Voici les contaminants inorganiques qui figurent comme priorités du PGPC3, priorités pour lesquelles des études précédentes sur l'eau potable ont recueilli des données sur l'exposition et qui seront intégrées dans cette base de données pendant la première année (2014-2015) :

aluminium, antimoine, bismuth, cuivre, uranium, lithium, molybdène, argent, titane, vanadium et zinc.

Voici d'autres éléments qui figurent dans la liste « Divers », mais qui répondaient aux critères de classification (priorité moindre) et pour lesquels les données recueillies par des études précédentes pourront être ajoutées à la base de données pendant la deuxième année (2015-2016) : baryum, béryllium, cadmium, iode, nickel, platine, manganèse, tellure et palladium.

Les données relatives au bromure, à l'iodure et à l'ammonium, ainsi qu'à un certain nombre de paramètres pour la qualité de l'eau et aux substances pouvant contaminer l'eau potable qui ont été recueillies par des études précédentes, seront aussi saisies dans la base de données pour les besoins futurs.