

# Méthode d'analyse

MA. 400 – COV 2.0

2024-10-02 (Révision 1)

Détermination des composés organiques volatils dans l'eau et les sols : dosage par « purge and trap » couplé à un chromatographe en phase gazeuse et à un spectromètre de masse

**Coordination et rédaction**

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

**Renseignements**

Téléphone : 418 521-3830  
1 800 561-1616 (sans frais)

Télécopieur : 418 646-5974  
Formulaire : [www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/reenseignements.asp](http://www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/reenseignements.asp)  
Internet : [www.environnement.gouv.qc.ca](http://www.environnement.gouv.qc.ca)

**Pour obtenir un exemplaire du document**

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec  
Ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs  
675, boul. René-Lévesque Est, 4<sup>e</sup> étage, boîte 23  
Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : [www.environnement.gouv.qc.ca](http://www.environnement.gouv.qc.ca)

Dépôt légal – 2024  
Bibliothèque et Archives nationales du Québec  
ISBN : 978-2-550-98831-1 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2024

## TABLE DES MATIÈRES

|  |           |
|--|-----------|
| <b>Introduction</b>  | <b>1</b>  |
| <b>1. Domaine d'application</b>  | <b>2</b>  |
| <b>2. Principe et théorie</b>  | <b>2</b>  |
| <b>3. Interférence</b>   | <b>2</b>  |
| <b>4. Prélèvement et conservation</b>  | <b>2</b>  |
| <b>5. Matériel et appareillage</b>   | <b>3</b>  |
| <b>6. Réactifs et étalons</b>  | <b>3</b>  |
| <b>7. Protocole d'analyse</b>  | <b>8</b>  |
| <b>7.1 Préparation des échantillons pour l'analyse de l'eau potable, de l'eau souterraine, de l'eau de surface et des eaux usées</b> | <b>8</b>  |
| <b>7.2 Préparation des échantillons pour l'analyse des sols à partir d'un contenant de 125 ml</b>                                    | <b>9</b>  |
| <b>7.3 Préparation des échantillons pour l'analyse des sols à partir de la technique de seringue de type Terra Core</b>              | <b>10</b> |
| <b>7.4 Dosage</b>  | <b>11</b> |
| <b>8. Calcul et expression des résultats</b>   | <b>11</b> |
| <b>9. Critères d'acceptabilité</b>   | <b>13</b> |
| <b>10. Bibliographie</b>   | <b>14</b> |

## Introduction

La désignation « composé organique volatil » est un terme général qui sert à désigner une gamme de composés issus de plusieurs familles, telles que les composés aliphatiques halogénés (chlorométhane, chloropropane, hexachlorobutadiène, trihalométhane, etc.), les composés aromatiques monocycliques (benzènes, chlorobenzènes, éthyle benzène, etc.) et certains composés aromatiques polycycliques (naphtalène, etc.). Les composés organiques volatils ont des propriétés physiques particulières, telles qu'un faible poids moléculaire, un point d'ébullition ou de sublimation peu élevé et des tensions de vapeur relativement importantes. Ils sont généralement très peu solubles dans l'eau.

Les sources de rejet de ces composés sont principalement d'origine anthropique. On les trouve dans de nombreuses applications industrielles (agents de nettoyage à sec, fabrication de plastiques, textiles, agents de dégraissage, propulsifs, réfrigérants, etc.), agricoles (fumigants, nématicides, etc.) et domestiques (emballage des aliments, arômes artificiels, etc.).

Peu de données sont disponibles sur la biodégradation, la photolyse, l'hydrolyse et l'oxydation des composés organiques volatils. La documentation pertinente laisse peu de doute quant au pouvoir cancérigène et tératogène de certains hydrocarbures halogénés chez l'humain. Cependant, il existe peu de preuves épidémiologiques ou cliniques.

## 1. Domaine d'application

Cette méthode s'applique à la détermination des composés organiques volatils dans l'eau potable, l'eau de surface, les eaux souterraines, les sols, les sédiments et les matières résiduelles analysés en application au Règlement sur les matières dangereuses.

Le domaine d'application se situe entre 0,03 et 100 µg/l pour les liquides et de 0,1 à 50 mg/kg pour les sols.

Les données de validation et de performance méthodologique sont disponibles dans les documents qualité de la Division de chimie organique du milieu.

## 2. Principe et théorie

La détermination des composés organiques volatils s'effectue en deux étapes. La première étape consiste à transférer les composés organiques volatils de l'échantillon aqueux à l'aide d'un système **purge et piégeage communément appelé « purge and trap »**.

Dans le système « purge and trap », un gaz inerte circule à travers l'échantillon dans un barboteur spécialement désigné à cet effet à la température ambiante. Les composés volatils sont ainsi transférés de l'échantillon aqueux sur une colonne contenant un adsorbant, où les composés volatils sont captés. Dans la seconde étape, la colonne contenant l'adsorbant est chauffée et la circulation du gaz inerte est inversée pour désorber les composés volatils sur une colonne chromatographique.

La température du chromatographe en phase gazeuse est programmée pour séparer les différents composés qui, par la suite, sont détectés avec un spectromètre de masse. Le système utilisé est un détecteur de masse de type quadripolaire fonctionnant dans le mode balayage d'ions de 35 à 260 **amu** (SCAN).

La concentration des composés volatils est déterminée par comparaison des surfaces, à un temps de rétention donné, obtenues pour l'échantillon et celles de chacune des solutions étalons des composés organiques volatils.

## 3. Interférence

Les impuretés contenues dans le gaz de purge et dans l'eau utilisée risquent de causer des problèmes majeurs. Il est recommandé de faire l'analyse d'une solution témoin pour vérifier s'il y a contamination du système.

## 4. Prélèvement et conservation

Pour les liquides, prélever un échantillon représentatif dans trois bouteilles de verre jetables de 42 ml contenant environ 40 mg de thiosulfate de sodium anhydre et les remplir à ras bord. Lors du prélèvement, soumettre, aux mêmes conditions, **un vial d'eau préparé au laboratoire** pour obtenir un témoin de terrain. Ce témoin de terrain est disponible en adressant une demande au laboratoire **du CEAEQ**.

Pour les sols, deux méthodes de prélèvement sont préconisées. L'une demande de remplir un contenant de 125 ml au maximum de sa capacité. L'autre demande un échantillonnage de type seringue « Terra Core » qui requiert des bouteilles de 42 ml contenant 10 ml de méthanol préparé par le laboratoire **du CEAEQ**. Les bouteilles sont identifiées, pesées avec le méthanol et répertoriées dans un fichier contenant l'identification de l'envoi. On doit retrouver sur l'étiquette du contenant la date de l'envoi, avec la numérotation selon la quantité de bouteilles demandée, par exemple : 1999-01-01 1/40, 2/40, et ainsi de suite. Il est important d'éviter toute perte de méthanol. Bien visser le bouchon.

Conserver l'échantillon à environ 4 °C. Le délai de conservation en vigueur entre le prélèvement et l'analyse est de 7 jours pour l'eau potable et de 14 jours pour l'eau souterraine, l'eau de surface, les eaux usées, les rejets liquides, les sols et les solides. Pour les sols et les solides, le délai de conservation est de 28 jours si les échantillons sont congelés et de 32 jours pour l'extrait **d'échantillon**.

## 5. Matériel et appareillage

Les marques de commerce qui apparaissent ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre informatif.

- 5.1. Système de « purge and trap » de marque Tekmar Atomx XYZ
- 5.2. Chromatographe en phase gazeuse de marque Agilent Technologie 8890, couplé avec MS 5977B
- 5.3. Échantillonneur automatique de marque Tekmar, Atomx Teledyne 80
- 5.4. Chromatographe en phase gazeuse de marque Agilent Technologie 7890B, couplé avec MS 5977A
- 5.5. Colonne chromatographique capillaire d'une longueur de 20 m et d'un diamètre de 0,18 mm, phase 0,1 µm, de type Rtx-VMS
- 5.6. Trappe Vocarb 3000

## 6. Réactifs et étalons

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS ou de qualité équivalente ou supérieure, à moins d'indication contraire. Tous les solvants utilisés sont de qualité pesticide ou équivalent, HPLC ou LCMS. Le méthanol est de grade purge and trap ou HPLC.

L'eau utilisée est de l'eau ultrapure.

- 6.1. Méthanol, CH<sub>3</sub>OH (CAS n° 67-56-1)
- 6.2. Solution étalon fréon 113 de 2 000 µg/ml (CAS n° 76-13-01)
- 6.3. Solution étalon chloroprène de 2 000 µg/ml (CAS n° 126-99-8)

6.4. Solution étalon combinée 502.2 CAL2000 Mega-Mix **2 000 µg/ml** Restek

Ampoule contenant 2 000 µg/ml de 1,1-dichloroéthène, de dichlorométhane, de trans-1,2-dichloroéthène, de 1,1-dichloroéthane, de 2,2-dichloropropane, de cis-1,2-dichloroéthène, de chloroforme, de bromochlorométhane, de 1,1,1-trichloroéthane, de 1,1-dichloropropène, de tétrachlorure de carbone, de 1,2-dichloroéthane, de benzène, de trichloroéthène, de 1,2-dichloropropane, de bromodichlorométhane, de dibromométhane, de cis-1,3-dichloropropène, de toluène, de trans-1,3-dichloropropène, de 1,1,2-trichloroéthane, de 1,3-dichloropropane, de tétrachloroéthène, de dibromochlorométhane, de 1,2-dibromoéthane, de chlorobenzène, de 1,1,1,2-tétrachloroéthane, d'éthylbenzène, de *m*-xylène, de *p*-xylène, d'*o*-xylène, de styrène, d'isopropylbenzène (cumène), de bromoforme, de 1,1,2,2-tétrachloroéthane, de 1,2,3-trichloropropane, de *n*-propylbenzène, de bromobenzène, de 1,3,5-triméthylbenzène, de 2-chlorotoluène, de 4-chlorotoluène, de tert-butylbenzène, de 1,2,4-triméthylbenzène, de sec-butylbenzène, de *p*-isopropyltoluène (*p*-cymène), de 1,3-dichlorobenzène, de 1,4-dichlorobenzène, de *n*-butylbenzène, de 1,2-dichlorobenzène, de 1,2-dibromo-3-chloropropane, de 1,2,4-trichlorobenzène, d'hexachlorobutadiène, de naphtalène et de 1,2,3-trichlorobenzène

6.5. Solution étalon de **2 000 µg/ml** 502.2 Calibration Mix #1 Restek

Ampoule contenant 2 000 µg/ml de bromométhane, de chloroéthane, de chlorométhane, de chlorure de vinyle, de dichlorodifluorométhane et de trichlofluorométhane

6.6. Solution étalon de **2 000 µg/ml** (mélange n° 7A)

Ampoule contenant 2 000 µg/ml d'acétone, de 2-butanone, de tétrahydrofurane, de 4-méthyl-2-pentanone et de 2-hexanone

6.7. Solution étalon de **2 000 µg/ml** (mélange n° 7B)

Ampoule contenant 2 000 µg/ml de chlorure d'allyle, d'acrylonitrile, d'acrylate de méthyle, de méthacrylate de méthyle, de méthacrylate d'éthyle, de pentachloroéthane et de nitrobenzène

6.8. Solution étalon de **2 000 µg/ml** (mélange n° 8)

Ampoule contenant 2 000 µg/ml de trans-1,4-dichloro-2-butène, de 2-nitropropane, de 1-chlorobutane, de disulfide de carbone, de méthacrylonitrile, de méthyl tert-butyl éther, d'hexachloroéthane, d'iodométhane, de 1,1-dichloroacétone, d'éther diéthylique, de propionitrile et de chloroacétonitrile

6.9. Solution étalon d'extraction de **1 000 µg/ml**

Ampoule contenant 1 000 µg/ml de 4-bromofluorobenzène, de 1,2-dichloroéthane-d<sub>4</sub> et de toluène-d<sub>8</sub>

6.10. Solution étalon interne de **2 000 µg/ml**

Ampoule contenant 2 000 µg/ml de chlorobenzène-d<sub>5</sub>, de 1,4-dichlorobenzène-d<sub>4</sub>, de 1,4-difluorobenzène et de pentafluorobenzène

6.11. Solution étalon de **2 000 µg/ml MIX #6 SIGMA**

Ampoule contenant 2 000 µg/ml de bromométhane, de chloroéthane, de chlorométhane, de chlorure de vinyle, de dichlorodifluorométhane et de trichlorofluorométhane

6.11. Solution étalon de **2 000 µg/ml EPA 502/524 Volatiles Organic Calibration Mix (without gases) SIGMA**

Ampoule contenant 2 000 µg/ml de 1,1-dichloroéthène, de dichlorométhane, de trans-1,2-dichloroéthène, de 1,1-dichloroéthane, de 2,2-dichloropropane, de cis-1,2-dichloroéthène, de chloroforme, de bromochlorométhane, de 1,1,1-trichloroéthane, de 1,1-dichloropropène, de tétrachlorure de carbone, de 1,2-dichloroéthane, de benzène, de trichloroéthène, de 1,2-dichloropropane, de bromodichlorométhane, de dibromométhane, de cis-1,3-dichloropropène, de toluène, de trans-1,3-dichloropropène, de 1,1,2-trichloroéthane, de 1,3-dichloropropane, de tétrachloroéthène, de dibromochlorométhane, de 1,2-dibromoéthane, de chlorobenzène, de 1,1,1,2-tétrachloroéthane, d'éthylbenzène, de *m*-xylène, de *p*-xylène, d'*o*-xylène, de styrène, d'isopropylbenzène (cumène), de bromoforme, de 1,1,2,2-tétrachloroéthane, de 1,2,3-trichloropropane, de *n*-propylbenzène, de bromobenzène, de 1,3,5-triméthylbenzène, de 2-chlorotoluène, de 4-chlorotoluène, de tert-butylbenzène, de 1,2,4-triméthylbenzène, de sec-butylbenzène, de *p*-isopropyltoluène (*p*-cymène), de 1,3-dichlorobenzène, de 1,4-dichlorobenzène, de *n*-butylbenzène, de 1,2-dichlorobenzène, de 1,2-dibromo-3-chloropropane, de 1,2,4-trichlorobenzène, d'hexachlorobutadiène, de naphthalène et de 1,2,3-trichlorobenzène

6.12. Solution étalon combinée de **20 µg/ml (STD COV RESTEK)**

Dans une fiole de 100 ml, transférer 1 ml de la solution étalon combinée de 2 000 µg/ml du mélange Mega-Mix et de la solution étalon de 2 000 µg/ml du mélange **Mix #1** dans environ 80 ml de méthanol et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

**NOTE – Refaire cette solution tous les trois mois.**

6.13. Solution étalon combinée de **20 µg/ml (STD MIX RESTEK)**

Dans une fiole de 100 ml, transférer 1 ml de chacune des ampoules des solutions étalons de 2 000 µg/ml du mélange n° 7A, de 2 000 µg/ml du mélange n° 7B et de 2 000 µg/ml du mélange n° 8 dans environ 80 ml de méthanol et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

**NOTE – Refaire cette solution tous les trois mois.**

6.14. Solution étalon combinée de **20 µg/ml (STD Fréon-Chlorophène)**

Dans une fiole de 100 ml, transférer 1 ml de chacune des ampoules des solutions étalons à 2 000 µg/ml de fréon 113 et de chloroprène dans environ 80 ml de méthanol et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

**NOTE – Refaire cette solution tous les douze mois.**

6.15. Solution étalon combinée **20 µg/ml** (SIGMA)

Dans une fiole de 100 ml, transférer 1 ml de la solution étalon combinée de 2 000 µg/ml du mélange Mix #6 et de la solution étalon de 2 000 µg/ml du mélange EPA 502/524 dans environ 80 ml de méthanol et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

**NOTE – Refaire cette solution tous les trois mois.**

6.16. Préparation de la courbe d'étalonnage COV Restek

Dans un vial de 42 ml rempli à ras bord d'eau ultrapure, introduire, à l'aide d'une microsiringue, le volume indiqué dans le tableau suivant de la solution étalon COV Restek de 20 µg/ml.

| Niveaux de courbe | COV Restek<br>(20 µg/ml)<br>(µl) |
|-------------------|----------------------------------|
| 2                 | 4,2                              |
| 5                 | 10,5                             |
| 10                | 21                               |
| 20                | 42                               |

**NOTE – Ces solutions sont préparées pour chaque série d'échantillons analysés. Elles ne peuvent être réutilisées.**

6.17. Préparation de la courbe d'étalonnage MIX Restek

Dans un vial de 42 ml rempli à ras bord d'eau ultrapure, introduire, à l'aide d'une microsiringue, le volume indiqué dans le tableau suivant de la solution étalon MIX Restek de 20 µg/ml.

| Niveaux de courbe | Mix Restek<br>(20 µg/ml)<br>(µl) |
|-------------------|----------------------------------|
| 5                 | 10,5                             |
| 10                | 21                               |
| 20                | 42                               |

**NOTE – Ces solutions sont préparées lors de la nouvelle préparation de la solution 20 µg/ml afin d'établir la courbe d'étalonnage pour la période d'utilisation. Elles ne peuvent être réutilisées.**

#### 6.18. Courbe d'étalonnage de SIGMA

Dans un vial de 42 ml rempli à ras bord d'eau ultrapure, introduire, à l'aide d'une microsiringue, le volume indiqué dans le tableau suivant la solution SIGMA de 20 µg/ml.

| Niveaux de courbe | SIGMA<br>(20 µg/ml)<br>(µl) |
|-------------------|-----------------------------|
| 5                 | 10,5                        |
| 10                | 21                          |
| 20                | 42                          |

**NOTE – Ces solutions sont préparées lors de la nouvelle préparation de la solution 20 µg/ml. Elles ne peuvent être réutilisées.**

#### 6.19. Préparation de la courbe d'étalonnage de fréon-chloroprène pour analyse des sols

Dans un vial de 42 ml rempli à ras bord d'eau ultrapure, introduire, à l'aide d'une microsiringue, le volume indiqué dans le tableau suivant la solution étalon de fréon-chloroprène de 20 µg/ml.

| Niveaux de courbe | Fréon-chlorophène<br>(20 µg/ml)<br>(µl) |
|-------------------|---|
| 5                 | 10,5                                    |
| 10                | 21                                      |
| 20                | 42                                      |

**NOTE – Cette solution est préparée lors de la nouvelle préparation de la solution 20 µg/ml afin d'établir la courbe d'étalonnage pour la période d'utilisation.**

#### 6.20. Solution étalon interne de 20 µg/ml

Dans une fiole jaugée de 100 ml, transférer 1,0 ml de la solution étalon interne de 2 000 µg/ml dans environ 80 ml de méthanol et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

**NOTE – Cette solution est utilisée jusqu'à épuisement.**

#### 6.21. Solution étalon interne de 4 µg/ml (EAU et SOL)

Dans une fiole jaugée de 25 ml, transférer 5 ml de la solution étalon interne de 20 µg/ml dans environ 15 ml de méthanol et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

**NOTE – Cette solution est utilisée jusqu'à épuisement.**

6.22. Solution étalon d'extraction de **20 µg/ml** ( EAU)

Dans une fiole jaugée de 10 ml, introduire, à l'aide d'une seringue, 200 µl de la solution étalon d'extraction de 1 000 µg/ml dans environ 8 ml de méthanol et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

**NOTE – Cette solution est utilisée jusqu'à épuisement.**

6.23. Solution étalon d'extraction de **80 µg/ml** (SOL)

Dans une fiole jaugée de 10 ml, introduire, à l'aide d'une seringue, 800 µl de la solution étalon d'extraction de 1 000 µg/ml dans environ 8 ml de méthanol et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

**NOTE – Cette solution est utilisée jusqu'à épuisement.**

6.24. Thiosulfate de sodium anhydre, Na<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S<sub>2</sub> (CAS n° 7772-98-7)

## 7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, sont suivies pour s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments de contrôle et d'assurance de la qualité (blanc, matériaux de référence, duplicata, etc.). Tous ces éléments d'assurance et de contrôle de la qualité suivent les mêmes étapes du protocole analytique que les échantillons.

### 7.1 Préparation des échantillons pour l'analyse de l'eau potable, de l'eau souterraine, de l'eau de surface et des eaux usées

- Disposer dans l'échantillonneur automatique les échantillons, la courbe d'étalonnage COV RESTEK, un point de concentration au choix de la courbe d'étalonnage MIX RESTEK et un blanc de séquence.
- Pour la préparation des échantillons de contrôle de qualité, une séquence de préparation est fournie par la Division des matériaux de référence. En plus d'un contrôle qualité matériaux de référence, un contrôle avec une deuxième source est effectué à partir d'un point de concentration au choix de la courbe d'étalonnage SIGMA.
- Un blanc réservoir doit être introduit entre les projets et à la suite d'un point de courbe d'étalonnage et de contrôle.
- Un volume de 5 µl de la solution étalon interne de 4 µg/ml est introduit automatiquement par l'échantillonneur dans tous les vials de 42 ml présents sur l'échantillonneur automatique.
- Par la suite, un volume de 1 µl de la solution étalon d'extraction de 20 µg/ml est introduit automatiquement par l'échantillonneur dans tous les vials de 42 ml présents sur l'échantillonneur automatique.
- Vérifier toutes les conditions de fonctionnement de tous les systèmes.

**Note – Des dilutions doivent être effectuées lorsque les concentrations mesurées dépassent le domaine de linéarité de la méthode.**

## 7.2 Préparation des échantillons pour l'analyse des sols à partir d'un contenant de 125 ml

- Peser et noter le poids d'un vial de 42 ml avec le bouchon, puis tarer la balance. Éliminer la couche supérieure contenue dans le pot d'échantillonnage et introduire rapidement  $10 \pm 2$  g de sol dans le vial, remettre le bouchon et prendre en note le poids exact dans le formulaire prévu à cet effet.
- Déterminer le pourcentage d'humidité, après avoir prélevé le sol pour l'analyse de COV.
- Préparer un blanc et un contrôle de qualité (DMR) en pesant 4 g sec de sol inerte. Noter les poids dans le formulaire prévu à cet effet.
- Dans chaque vial pesé, introduire le plus rapidement possible 10 ml de méthanol à l'aide de la dispensette, puis refermer le vial.
- Par la suite, ajouter un volume de 50 µl de la solution étalon d'extraction de 80 µg/ml à tous les vials préparés le plus rapidement possible en soulevant le moins possible le bouchon et fermer le vial hermétiquement.
- Brasser à l'agitateur pendant 15 minutes, en s'assurant de voir un vortex dans le vial. Laisser reposer au minimum pendant 45 minutes, le temps que le sol se dépose.
- Prélever 100 µl de l'extrait décanté et l'introduire dans un vial de 42 ml rempli à ras bord avec de l'eau ultrapure, puis fermer hermétiquement le bouchon le plus rapidement possible.
- Disposer les échantillons dans l'échantillonneur automatique, la courbe d'étalonnage COV RESTEK, un point de concentration au choix de la courbe d'étalonnage MIX RESTEK, un point de concentration au choix de la courbe d'étalonnage fréon-chlorophène et les contrôles de qualité (blanc et CQ).
- Un blanc réservoir doit être introduit entre les projets et à la suite d'un point de courbe d'étalonnage et de contrôle.
- Par la suite, un volume de 1 µl de la solution étalon d'extraction de 20 µg/ml est introduit automatiquement par l'échantillonneur dans la courbe d'étalonnage COV RESTEK, le point de concentration au choix de la courbe MIX RESTEK ainsi que celui du Fréon-chlorophène.  
**Note – Les échantillons extraits sont exclus de cette étape, car l'ajout du standard d'extraction a été fait auparavant.**
- Un volume de 5 µl de la solution étalon interne de 4 µg/ml est introduit automatiquement par l'échantillonneur dans tous les échantillons et toutes les solutions étalons.
- Vérifier toutes les conditions de fonctionnement de tous les systèmes.

**Note – Des dilutions doivent être effectuées lorsque les concentrations mesurées dépassent le domaine de linéarité de la méthode.**

### 7.3 Préparation des échantillons pour l'analyse des sols à partir de la technique de seringue de type Terra Core

- L'information inscrite par le laboratoire **du CEAEQ** sur le vial permet de retracer le poids **initial** de chaque vial de 42 ml contenant 10 ml de méthanol.
- Peser le poids du vial contenant le méthanol et le sol afin de déterminer la quantité de sol prélevé. **Noter les poids dans le formulaire prévu à cet effet.**
- **Déterminer le pourcentage d'humidité avec le contenant de 125 ml associé à l'échantillon.**
- **Préparer un blanc et un contrôle de qualité (DMR) en pesant 4 g sec de sol inerte. Noter les poids dans le formulaire prévu à cet effet.**
- **Dans le vial du blanc et du contrôle de qualité (DMR), introduire le plus rapidement possible 10 ml de méthanol à l'aide de la dispensette, puis refermer le vial hermétiquement.**
- Par la suite, ajouter un volume de 50 µl de la solution étalon d'extraction de 80 µg/ml à **tous les vials à analysés** le plus rapidement possible **en perçant le septum du vial.**
- **Brasser à l'agitateur** pendant 15 minutes, en s'assurant de voir un vortex dans le vial. Laisser reposer au minimum 45 minutes, le temps que le sol se dépose.
- Prélever 100 µl de **l'extrait décanté** et l'introduire dans un vial de 42 ml rempli à ras bord avec de l'eau ultrapure, puis **fermer hermétiquement** le bouchon le plus rapidement possible.
- **Disposer les échantillons** dans l'échantillonneur automatique, la courbe d'étalonnage COV RESTEK, un point de concentration au choix de la courbe d'étalonnage MIX RESTEK, un point de concentration au choix de la courbe d'étalonnage fréon-chlorophène et les contrôles de qualité (blanc et CQ).
- Un blanc réservoir doit être introduit entre les projets et à la suite d'un point de courbe d'étalonnage et de contrôle.
- Par la suite, un volume de 1 µl de la solution étalon d'extraction de 20 µg/ml est introduit automatiquement par l'échantillonneur dans la courbe d'étalonnage COV RESTEK, le point de concentration au choix de la courbe MIX RESTEK ainsi que celui du Fréon-chlorophène.  
**Note – Les échantillons extraits sont exclus de cette étape, car l'ajout du standard d'extraction a été fait auparavant.**
- Un volume de 5 µl de la solution étalon interne de 4 µg/ml est introduit automatiquement par l'échantillonneur dans tous les échantillons et toutes les solutions étalons.
- Vérifier toutes les conditions de fonctionnement de tous les systèmes.

**Note – Des dilutions doivent être effectuées lorsque les concentrations mesurées dépassent le domaine de linéarité de la méthode.**

## 7.4 Dosage

Lorsqu'un échantillon très contaminé est injecté, il faut toujours vérifier s'il y a encore des traces de celui-ci dans le système à l'aide d'un échantillon témoin (blanc de réservoir).

Analyser les solutions d'étalonnage et les échantillons par chromatographie en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse.

**Note – Pour connaître les conditions de fonctionnement des différentes composantes de l'appareil, veuillez consulter le document de référence approprié dans la documentation qualité de la Division de chimie organique du milieu.**

## 8. Calcul et expression des résultats

Les résultats d'analyse sont obtenus à l'aide d'un système informatisé de traitement de données par la méthode de calcul des solutions étalons internes.

Les résultats sont exprimés en microgramme par litre ( $\mu\text{g/l}$ ) pour l'eau, pour chacun des composés organiques volatils d'après l'équation suivante :

$$C_e = \frac{A_x \times C_{is}}{A_{is} \times R_f} \times \frac{V_f}{V_i} \times F$$

Où

$$R_f = \frac{A_s \times C_{ise}}{A_{ise} \times C_s}$$

où

- $C_e$  : concentration des composés organiques volatils contenus dans l'échantillon ( $\mu\text{g/l}$ );
- $A_x$  : aire du composé d'intérêt dans la solution dosée (échantillon);
- $C_{is}$  : concentration de l'étalon interne dans l'échantillon ( $\mu\text{g/l}$ );
- $A_{is}$  : aire de l'étalon interne dans l'échantillon;
- $R_f$  : facteur de réponse de la solution étalon;
- $V_f$  : volume final (l);
- $V_i$  : volume initial (l);
- $F$  : facteur de dilution, si nécessaire;
- $A_s$  : aire du composé d'intérêt dans la solution étalon;
- $C_{ise}$  : concentration de l'étalon interne dans la solution étalon ( $\mu\text{g/l}$ );
- $A_{ise}$  : aire de l'étalon interne dans la solution étalon;
- $C_s$  : concentration du composé d'intérêt dans la solution étalon ( $\mu\text{g/l}$ ).

Les résultats sont exprimés en milligramme par kilogramme (mg/kg) sur une base sèche pour les sols, les sédiments et les matières résiduelles pour chacun des composés organiques volatils d'après l'équation suivante :

$$C_{SO} = C_E * V_{EXT} / P_S / 1000 * FD$$

Où

$$V_{EXT} = V_{ME} + V_{ES}$$

$$FD = V_{VIAL} / V_A$$

où

- $C_{SO}$  : concentration des composés organiques volatils contenus dans l'échantillon ( $\mu\text{g/g}$  ou  $\text{mg/kg}$ );
- $C_E$  : concentration des composés organiques volatils contenus dans l'échantillon ( $\mu\text{g/l}$ );
- $V_{EXT}$  : volume de méthanol utilisé pour l'extraction + volume d'eau contenu dans le sol (ml);
- $FD$  : facteur de dilution;
- $P_S$  : poids sec du sol (g);
- $V_{ME}$  : volume de méthanol utilisé pour l'extraction (ml);
- $V_{ES}$  : volume eau apporté par l'humidité du sol (ml);
- $V_{VIAL}$  : 42 ml;
- $V_A$  : volume du  $V_{EXT}$  (ml) ajouté au vial de 42 ml.

## 9. Critères d'acceptabilité

Les termes utilisés sont définis au document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit.

| Élément de contrôle                        | Critère d'acceptabilité  |
|--|--|
| Matériaux de référence<br>(CQ et CQ Vrac)  | La valeur obtenue doit être à l'intérieur de l'écart défini dans le système de gestion de l'information du laboratoire. Le critère doit être respecté pour 80 % des composés analysés. |
| Duplicata                                  | Les résultats sont acceptés à l'intérieur de l'écart défini dans <b>système de gestion de l'information du laboratoire</b> . Le critère doit être respecté pour 80 % des composés.     |
| Blanc                                      | Lorsqu'il y a un résultat positif et jusqu'à concurrence de 10 fois la limite de détection, il sera soustrait du résultat des échantillons.  |
| Étalon d'extraction                        | Le pourcentage de récupération doit être de 100 % $\pm$ 30 %. Cependant, deux composés sur trois peuvent être acceptables.   |
| Solution étalon                            | Un écart de 25 % est accepté entre les valeurs de la solution étalon et la solution étalon de confirmation pour 80 % des composés.   |
| Courbe de calibration pour les sols et eau | Le $r^2$ doit être <b>supérieur ou égal à 0,95</b> .   |

Les chimistes peuvent valider les résultats des analyses à partir de l'ensemble des données du contrôle de la qualité, même s'il y a dépassement des critères.

## 10. Bibliographie

**NOTE – Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique.**

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale*, Québec, ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques. Disponible au <http://www.ceaeg.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage.htm>.

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 des Parcs, édition courante. Disponible au [http://www.ceaeg.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01\\_lignes\\_dir\\_chimie.pdf](http://www.ceaeg.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf).

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie* (DR-12-VMC), Québec, ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, édition courante. Disponible au [http://www.ceaeg.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC\\_protocole\\_val\\_chimie.pdf](http://www.ceaeg.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf).

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (1992). *Determination of Organic Compounds in Finished Drinking Water*, Method 524.2, PB89-220461, rev. 4, p. 285-324.



**Environnement,  
Lutte contre  
les changements  
climatiques,  
Faune et Parcs**

**Québec** 