

Méthode d'analyse

MA. 400 – P. Ocl

2024-09-27 (Révision 1)

Détermination des pesticides de type organochloré dans l'eau, les sols et les sédiments : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée 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
Internet : 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^e étage, boîte 23
Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2024
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN : 978-2-550-98828-1 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2024

TABLE DES MATIÈRES

Introduction	1
1. Domaine d'application	2
2. Principe et théorie	2
3. Interférence	2
4. Prélèvement et conservation	3
5. Matériel et appareillage	3
6. Réactifs et étalons	3
7. Protocole d'analyse	10
7.1 Extraction échantillon d'eau	11
7.2 Extraction échantillon de sols et de sédiments	12
7.3 Dosage	14
8. Calcul et expression des résultats	14
9. Critères d'acceptabilité	16
10. Bibliographie	16

Introduction

Les pesticides de type organochloré 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 à certaines formes de vie. À l'exception du lindane et de l'endosulfane, qui sont encore utilisés aujourd'hui, la plupart des pesticides de type organochloré ne sont plus utilisés au Canada depuis les années 1970. Cependant, de faibles concentrations sont encore présentes dans l'environnement. Les principales sources de rejet dans l'environnement sont les industries productrices ou utilisatrices, le lessivage des terres agricoles et la pulvérisation aérienne.

1. Domaine d'application

Cette méthode s'applique à la détermination des **pesticides** de type organochloré dans l'eau souterraine, l'eau de surface, l'eau potable, les sols et les sédiments en général, ainsi qu'en vertu du Règlement sur l'enfouissement des sols contaminés.

Le domaine d'application pour chacun des **pesticides** dans l'eau se situe entre 0,01 et 15 µg/l, et entre 0,6 et 1 200 µg/kg pour les pesticides dans les sols et les sédiments.

2. Principe et théorie

Échantillons d'eau

Les pesticides de type organochloré sont extraits de l'échantillon liquide avec du dichlorométhane et ils sont extraits deux autres fois avec de l'hexane. Les extraits sont combinés et concentrés à un petit volume.

Échantillons de sols et de sédiments

Les pesticides de type organochloré sont extraits de l'échantillon solide avec un mélange acétone-hexane par agitation mécanique. L'extrait est filtré sur membrane en fibre de verre et concentré à un faible volume. Par la suite, celui-ci est purifié par passage sur une **cartouche** de Florisil.

Dosage

Chaque extrait est dosé par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse. Les concentrations de pesticides de type organochloré contenus dans l'échantillon sont calculées en comparant les surfaces des pics des produits de l'échantillon à celles obtenues avec des solutions étalons de concentrations connues.

3. Interférence

Les interférences peuvent être causées par des contaminants contenus dans les solvants, les réactifs, la verrerie ou les appareils de préparation. Tous les solvants, réactifs et appareils doivent être vérifiés régulièrement par l'analyse de solutions témoins.

Les interférences causées par une contamination peuvent survenir lorsqu'un échantillon qui contient une faible concentration d'insecticides de type organochloré est dosé immédiatement après un échantillon dont la concentration en **pesticides** de type organochloré est plus élevée (effet de mémoire). Après le dosage de cet échantillon, une ou plusieurs injections d'isooctane doivent être faites pour éliminer l'effet de mémoire.

D'autres composés organiques, notamment ceux qui sont combinés avec le chlore, le soufre et le phosphore, peuvent interférer avec les pesticides organochlorés lors du dosage. La procédure de purification décrite dans la présente méthode suffit généralement à les éliminer.

4. Prélèvement et conservation

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de verre exempt de toute contamination.

Conserver l'échantillon à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'extraction ne doit pas excéder 28 jours.

Les échantillons de sols et de sédiments peuvent être conservés au congélateur. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'extraction ne doit pas excéder 6 mois.

5. Matériel et appareillage

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

- 5.1. Chromatographe en phase gazeuse de marque Agilent, modèle 7809A, muni d'un spectromètre de masse Agilent, modèle 5975C
- 5.2. Colonne chromatographique capillaire d'une longueur de 30 m et d'un diamètre intérieur de 0,25 mm, de type HP-5MS, dont la phase est d'une épaisseur de 0,25 µm
- 5.3. Échantillonneur automatique de marque CTC PAL (Agilent), modèle G6501B
- 5.4. Microbalance dont la sensibilité est de 0,01 mg
- 5.5. Évaporateur rotatif de marque Büchi
- 5.6. Système d'évaporation sous jet d'argon
- 5.7. Agitateur horizontal de marque Eberbach à vitesse variable
- 5.8. Étuve de marque Precision Scientific
- 5.9. Entonnoir à filtration en verre d'un diamètre de 47 mm
- 5.10. Pompe à vide
- 5.11. Filtre en fibre de verre de type A/E dont le diamètre est de 47 mm
- 5.12. **Cartouche** de Florisil 1 g
- 5.13. Ballon à évaporation à joint rodé
- 5.14. Station de travail servant à vérifier et à traiter les données produites par l'instrument

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.

L'eau utilisée est de l'eau ultrapure (eau déminéralisée, traitée sur charbon activé et filtrée sur une membrane de 0,2 µm).

À moins d'indication contraire, tous les réactifs sont entreposés à la température de la pièce, alors que les étalons et les matériaux de référence sont entreposés au congélateur. Les réactifs et les étalons peuvent être utilisés jusqu'à épuisement même si la date d'expiration est dépassée, à moins que les résultats analytiques démontrent une dégradation de la performance de la méthode et/ou que les critères d'acceptabilité de la méthode ne soient plus respectés.

NOTE – Le poids indiqué est celui utilisé pour une substance dont le pourcentage de pureté est égal à 100. Tout écart de pourcentage peut être compensé par une correction du poids indiqué.

- 6.1. Acétone, CH_3COCH_3 (CAS n° 67-64-1)
- 6.2. Poudre de cuivre, Cu (CAS n° 7440-50-8)
- 6.3. Dichlorométhane, CH_2Cl_2 (CAS n° 75-09-2)
- 6.4. Isooctane, C_8H_{18} (CAS n° 540-84-1)
- 6.5. Hexane, C_6H_{14} (CAS n° 110-54-3)
- 6.6. Acide sulfurique, H_2SO_4 , 10 N (CAS n° 7664-93-9)
- 6.7. Aldrine, $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{Cl}_6$ (CAS n° 309-00-2)
- 6.8. p,p'-DDE, $\text{C}_{14}\text{H}_8\text{Cl}_4$ (CAS n° 72-55-9)
- 6.9. p,p'-DDT, $\text{C}_{14}\text{H}_9\text{Cl}_5$ (CAS n° 50-29-3)
- 6.10. Époxyde d'heptachlore, $\text{C}_{10}\text{H}_5\text{Cl}_7\text{O}$ (CAS n° 1024-57-3)
- 6.11. Heptachlore, $\text{C}_{10}\text{H}_5\text{Cl}_7$ (CAS n° 76-44-8)
- 6.12. Delta-BHC, $\text{C}_6\text{H}_6\text{Cl}_6$ (CAS n° 319-86-8)
- 6.13. Isodrine, $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{Cl}_6$ (CAS n° 465-73-6)
- 6.14. o,p'-DDE, $\text{C}_{14}\text{H}_8\text{Cl}_4$ (CAS n° 3424-82-6)
- 6.15. o,p'-DDD, $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_4$ (CAS n° 53-19-0)
- 6.16. o,p'-DDT, $\text{C}_{14}\text{H}_9\text{Cl}_5$ (CAS n° 789-02-6)
- 6.17. Endrine aldéhyde, $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{Cl}_6\text{O}$ (CAS n° 7421-93-4)
- 6.18. Sulfate d'endosulfane, $\text{C}_9\text{H}_6\text{Cl}_6\text{O}_4\text{S}$ (CAS n° 1031-07-8)
- 6.19. Alpha-BHC, $\text{C}_6\text{H}_6\text{Cl}_6$ (CAS n° 319-84-6)
- 6.20. Bêta-BHC, $\text{C}_6\text{H}_6\text{Cl}_6$ (CAS n° 319-85-7)

- 6.21. Hexachlorobenzène (HCB), C_6Cl_6 (CAS n° 118-74-1)
- 6.22. Lindane (Gamma-BHC), $C_6H_6Cl_6$ (CAS n° 58-89-9)
- 6.23. Méthoxychlore, $C_{16}H_{15}Cl_3O_2$ (CAS n° 72-43-5)
- 6.24. Mirex, $C_{10}Cl_{12}$ (CAS n° 2385-85-5)
- 6.25. p,p'-TDE (p,p'-DDD), $C_{14}H_{10}Cl_4$ (CAS n° 72-54-8)
- 6.26. Chlorthal-diméthyle, $C_{10}H_6Cl_4O_4$ (CAS n° 1861-32-1)
- 6.27. Gamma-chlordane, $C_{10}H_6Cl_8$ (CAS n° 5103-74-2)
- 6.28. Alpha-chlordane, $C_{10}H_6Cl_8$ (CAS n° 5103-71-9)
- 6.29. Endosulfane-I, $C_9H_6Cl_6O_3S$ (CAS n° 959-98-8)
- 6.30. Endosulfane-II, $C_9H_6Cl_6O_3S$ (CAS n° 33213-65-9)
- 6.31. Dieldrine, $C_{12}H_8Cl_6O$ (CAS n° 60-57-1)
- 6.32. Endrine, $C_{12}H_8Cl_6O$ (CAS n° 72-20-8)
- 6.33. 2,4,5-trichlorobiphényle, $C_{12}H_7Cl_3$ (CAS n° 15862-07-4)
- 6.34. 2,3,3',4,4',5,5'-heptachlorobiphényle, $C_{12}H_3Cl_7$ (CAS n° 39635-31-9)
- 6.35. 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle, $C_{12}HCl_9$ (CAS n° 52663-79-3)
- 6.36. Sulfate de sodium de 10-60 mesh, Na_2SO_4 (CAS n° 7757-82-6) traité au four à 700 °C durant une nuit
- 6.37. Cuivre métallique activé
- Déposer environ 5 mm de cuivre en poudre dans un bécher de 100 ml. Rincer le cuivre avec de l'eau déminéralisée, laisser déposer et rejeter l'eau. Recouvrir le cuivre avec une solution de H_2SO_4 1,0 N. Agiter avec une tige de verre jusqu'à ce que le cuivre prenne une teinte rosée. Laisser décanter la solution de H_2SO_4 1,0 N et laver le cuivre avec de l'eau déminéralisée jusqu'à pH neutre (3 ou 4 lavages). Vérifier le dernier lavage avec un papier indicateur de pH. Rincer le cuivre à deux reprises avec de l'acétone (le cuivre demeure actif pendant 6 heures lorsqu'il est conservé dans l'acétone).
- 6.38. Solution d'acide sulfurique 1,0 N
- Diluer 100 ml d'acide sulfurique 10,0 N dans environ 600 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau
- 6.39. Solution étalon d'alpha-BHC de 100 mg/l
- Dissoudre 0,0100 g d'alpha-BHC dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

- 6.40. Solution étalon d'hexachlorobenzène de 100 mg/l
Dissoudre 0,0100 g d'hexachlorobenzène dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.41. Solution étalon de bêta-BHC de 100 mg/l
Dissoudre 0,0100 g de bêta-BHC dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.42. Solution étalon de lindane de 100 mg/l
Dissoudre 0,0100 g de lindane dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.43. Solution étalon de delta-BHC de 100 mg/l
Dissoudre 0,0100 g de delta-BHC dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.44. Solution étalon d'isodrine de 100 mg/l
Dissoudre 0,0100 g d'isodrine dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.45. Solution étalon de o,p'-DDE de 100 mg/l
Dissoudre 0,0100 g de o,p'-DDE dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.46. Solution étalon de o,p'-DDD de 200 mg/l
Dissoudre 0,0200 g de o,p'-DDD dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.47. Solution étalon de o,p'-DDT de 200 mg/l
Dissoudre 0,0200 g de o,p'-DDT dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.48. Solution étalon d'endrine aldéhyde de 500 mg/l
Dissoudre 0,0500 g d'endrine aldéhyde dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.49. Solution étalon de sulfate d'endosulfane de 200 mg/l
Dissoudre 0,0200 g de sulfate d'endosulfane dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.50. Solution étalon d'heptachlore de 300 mg/l
Dissoudre 0,0300 g d'heptachlore dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.51. Solution étalon d'aldrine de 300 mg/l
Dissoudre 0,0300 g d'aldrine dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

- 6.52. Solution étalon d'époxyde d'heptachlore de 100 mg/l
Dissoudre 0,0100 g d'époxyde d'heptachlore dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.53. Solution étalon de p,p'-DDE de 200 mg/l
Dissoudre 0,0200 g de p,p'-DDE dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.54. Solution étalon de p,p'-TDE de 100 mg/l
Dissoudre 0,0100 g de p,p'-TDE dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.55. Solution étalon de p,p'-DDT de 200 mg/l
Dissoudre 0,0200 g de p,p'-DDT dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.56. Solution étalon de méthoxychlore de 200 mg/l
Dissoudre 0,0200 g de méthoxychlore dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.57. Solution étalon de mirex de 100 mg/l
Dissoudre 0,0100 g de mirex dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.58. Solution étalon de chlorthal-diméthyle de 300 mg/l
Dissoudre 0,0300 g de chlorthal-diméthyle dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.59. Solution étalon de gamma-chlordane de 100 mg/l
Dissoudre 0,0100 g de gamma-chlordane dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.60. Solution étalon d'endosulfane-I de 500 mg/l
Dissoudre 0,0500 g d'endosulfane-I dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.61. Solution étalon d'endosulfane-II de 200 mg/l
Dissoudre 0,0200 g d'endosulfane-II dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.62. Solution étalon d'alpha-chlordane de 100 mg/l
Dissoudre 0,0100 g d'alpha-chlordane dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.63. Solution étalon de dieldrine de 300 mg/l
Dissoudre 0,0300 g de dieldrine dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.64. Solution étalon d'endrine de 200 mg/l

Dissoudre 0,0200 g d'endrine dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.65. Solution étalon de 2,4,5-trichlorobiphényle de 10 mg/l (IUPAC n° 29)

Diluer 1 ml de 2,4,5-trichlorobiphényle (ampoule 100 mg/l Ultra Scientific®) dans 8 ml d'isooctane et compléter à 10 ml avec de l'isooctane.

6.66. Solution étalon de 2,3,3',4,4',5,5'-heptachlorobiphényle de 10 mg/l (IUPAC n° 189)

Diluer 1 ml de 2,3,3',4,4',5,5'-heptachlorobiphényle (ampoule 100 mg/l Ultra Scientific®) dans 8 ml d'isooctane et compléter à 10 ml avec de l'isooctane.

6.67. Solution étalon de 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle de 10 mg/l (IUPAC n° 207)

Diluer 1 ml de 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle (ampoule 100 mg/l Ultra Scientific®) dans 8 ml d'hexane et compléter à 10 ml avec de l'hexane.

6.68. Solution étalon de 2,3,3',4,6-pentachlorobiphényle de 10 mg/l (IUPAC n° 109)

Diluer 1 ml de 2,3,3',4,6-pentachlorobiphényl (ampoule 100 mg/l Ultra Scientific®) dans 8 ml d'hexane et compléter à 10 ml avec de l'hexane.

6.69. Solution étalon d'injection

Dans une fiole jaugée de 25 ml, introduire à l'aide de pipettes les volumes indiqués dans le tableau ci-dessous et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane.

Solutions étalons	Concentration (mg/l)	Volume ajouté (ml)	Concentration finale (µg/l)
2,4,5-trichlorobiphényle	10	2	800
2,3,3',4,4',5,5'-heptachlorobiphényle	10	8	3 200

6.70. Solution étalon d'extraction

Dans une fiole jaugée de 25 ml, introduire à l'aide d'une pipette 8 ml la solution étalon de 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle de 10 mg/l et 4 ml la solution étalon de 2,3,3',4,6-pentachlorobiphényle de 10 mg/l et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane pour obtenir une concentration de 3 200 µg/l et de 1 600 µg/l respectivement.

6.71. Solution étalon de calibration 1

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire à l'aide de pipettes les volumes indiqués dans le tableau ci-dessous et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane.

Solutions étalons	Concentration initiale (mg/l)	Volume utilisé (ml)	Concentration finale (µg/l)
Alpha-BHC	100	1,0	2 000
Hexachlorobenzène	100	0,5	1 000
Bêta-BHC	100	1,0	2 000
Lindane	100	0,5	1 000
Heptachlore	300	0,17	1 000
Aldrine	300	0,5	3 000
Chlorthal-diméthyle	300	0,17	1 000
Époxyde d'heptachlore	100	0,5	1 000
Gamma-chlordane	100	0,5	1 000
Endosulfane-I	500	0,5	5 000
Alpha-chlordane	100	0,5	1 000
p,p'-DDE	200	0,5	2 000
Dieldrine	300	0,5	3 000
Endrine	200	1,25	5 000
Endosulfane-II	200	1,25	5 000
p,p'-TDE	100	1,0	2 000
p,p'-DDT	200	0,5	2 000
Méthoxychlore	200	0,75	3 000
Mirex	100	1,5	3 000

6.72. Solution étalon de calibration 2

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire à l'aide de pipettes les volumes indiqués dans le tableau ci-dessous et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane.

Solutions étalons	Concentration initiale (mg/l)	Volume utilisé (ml)	Concentration finale (µg/l)
Delta-BHC	100	1,25	2 500
Isodrine	100	1,25	2 500
o,p'-DDE	100	1,25	2 500
o,p'-DDD	200	0,625	2 500
o,p'-DDT	200	0,625	2 500
Endrine aldéhyde	500	1,5	15 000
Sulfate d'endosulfane	200	1,25	5 000

6.73. Solution solvant d'extraction sols et sédiments

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire 380 ml d'acétone et compléter à 1 000 ml avec de l'hexane.

6.74. Solution d'élution sols et sédiments

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire 50 ml de dichlorométhane et compléter au trait de jauge avec de l'hexane.

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 Extraction échantillon d'eau

Pour chaque série d'échantillons, extraire une solution témoin (blanc) et un ajout d'étalon préparés avec de l'eau ultrapure ainsi qu'un échantillon de contrôle de la qualité comme décrit sur la feuille de préparation. Traiter de la même façon que les échantillons. Voir le tableau ci-après.

	Volume utilisé	Std extraction IUPAC n° 109 IUPAC n° 207 Dans isooctane	Solution d'ajout Std n° 1 Std n° 2	Std d'injection IUPAC n° 29 IUPAC n° 189 Dans isooctane
Blanc	1 000 ml	63 µl	–	63 µl
Ajout dans l'eau	1 000 ml	63 µl	Std n° 1 → 100 µl Std n° 2 → 100 µl	63 µl
Contrôle de qualité (CQ)	800 ml	63 µl	*	
Échantillons	1 000 ml**	63 µl	–	63 µl

*Se référer au formulaire pour la préparation du CQ

**Ou tout l'échantillon disponible

- Mesurer et transférer tout l'échantillon dans une ampoule de 2 l.
- Ajouter 63 µl de la solution étalon d'extraction.
- Rincer la bouteille avec 100 ml de dichlorométhane et verser le liquide dans l'ampoule.
- Brasser pendant deux minutes et laisser séparer les deux phases.
- Décanté la phase organique dans un ballon de 500 ml en la faisant passer à travers un lit de Na₂SO₄.
- Ajouter 100 ml d'hexane à l'échantillon dans l'ampoule et brasser pendant deux minutes.
- Récupérer la phase aqueuse dans la bouteille d'échantillonnage et combiner la phase hexanique avec le dichlorométhane en la faisant passer sur un lit de Na₂SO₄.
- Remettre la phase aqueuse dans l'ampoule, puis rincer la bouteille avec 100 ml d'hexane. Ajouter l'hexane à l'ampoule et extraire à nouveau pendant deux minutes.
- Récupérer la phase aqueuse dans la bouteille d'échantillonnage et combiner la phase hexanique avec les autres extraits en la faisant passer sur un lit de Na₂SO₄.
- Ajouter 2 ml d'isooctane aux extraits combinés et concentrer à environ 2 à 3 ml à l'aide d'un évaporateur rotatif.
- Transférer l'extrait dans un tube de 15 ml pré-étalonné à 1 ml.
- Évaporer à environ 0,8 ml et ajouter 1 ml d'isooctane. Évaporer à nouveau à environ 0,8 ml et ajouter 63 µl de l'étalon d'injection.

- Compléter à 1 ml avec de l'isooctane et effectuer le dosage par chromatographie en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse en mode de balayage des ions.
- Préparer les étalons pour le dosage directement en vials selon le tableau ci-après.

Niveaux courbe	Std extraction IUPAC n° 109 IUPAC n° 207 Dans isooctane	Solution d'ajout Std n° 1 Std n° 2	Std d'injection IUPAC n° 29 IUPAC n° 189 Dans isooctane	Isooctane
1	63 µl	Std n° 1 → 50 µl Std n° 2 → 50 µl	63 µl	773 µl
2	63 µl	Std n° 1 → 100 µl Std n° 2 → 100 µl	63 µl	674 µl
3	63 µl	Std n° 1 → 150 µl Std n° 2 → 150 µl	63 µl	574 µl

7.2 Extraction échantillon de sols et de sédiments

Pour chaque série d'échantillons, extraire un sol témoin (blanc) préparé avec le même sol que le contrôle de qualité et un échantillon de contrôle de la qualité. Traiter de la même façon que les échantillons.

	Poids échantillon (g)	Std extraction IUPAC n° 109 IUPAC n° 207 Dans isooctane	Solution d'ajout Std n° 1 Std n° 2	Std d'injection IUPAC n° 29 IUPAC n° 189 Dans isooctane
Blanc	10 g	126 µl	–	126 µl
Ajout dans l'échantillon	10 g	126 µl	200 µl de chacun	126 µl
Contrôle de qualité (CQ)	10 g	126 µl	*	126 µl
Échantillons	10 g	126 µl	–	126 µl

* Se référer au formulaire pour la préparation du CQ

- Effectuer le pourcentage d'humidité de l'échantillon.
- Peser l'équivalent de 10 g d'échantillon sec en tenant compte du pourcentage d'humidité. Prendre soin d'enlever les grosses particules.
- Introduire l'échantillon dans un erlenmeyer de 500 ml à joint rodé, ajouter 15 g de sulfate de sodium, 75 ml de la solution de solvant d'extraction et 126 µl de la solution étalon d'extraction.
- Effectuer une première extraction à l'aide d'un agitateur mécanique horizontal pendant 20 minutes.

- Laisser ensuite décanter quelques minutes et filtrer l'échantillon sur un filtre en fibre de verre dans un entonnoir à filtration. Récupérer le surnageant.
- Répéter l'extraction deux autres fois avec les mêmes volumes de solution d'extraction, en filtrant entre chaque extraction. Transférer le filtrat recueilli dans l'erenmeyer dans un ballon volumétrique de 500 ml.
- Fixer le ballon à l'évaporateur rotatif dont la température du bain est ajustée à 35 °C. Évaporer jusqu'à environ 2 ml.

7.2.1 Purification sur cartouche de Florisil (1 g)

- Si l'on soupçonne la présence de soufre dans l'échantillon, celui-ci doit être purifié sur cuivre activé.
- À partir du bécher de cuivre activé au préalable, laisser évaporer l'acétone jusqu'à l'obtention d'un cuivre partiellement séché.
- Placer en tête de la **cartouche** de Florisil environ 5 mm de ce cuivre activé. Ensuite, conditionner chaque colonne à l'aide de 2 portions successives de 6 ml de dichlorométhane, puis de 2 portions de 6 ml d'hexane.
- Placer l'extrait d'environ 2 ml en tête de **cartouche** et éluer avec 4 portions successives de 2,5 ml de la solution d'élution, à l'aide d'une légère pression positive obtenue au moyen d'une seringue.
- Recueillir l'éluat dans un tube à centrifugation en verre de 15 ml étalonné à 2 ml.
- Concentrer l'éluat recueilli, sous un jet d'argon, dans un bain-marie à environ 35 °C jusqu'à l'obtention d'un volume d'environ 2 ml, ajouter 2 ml d'isooctane et évaporer à nouveau un peu en dessous du 2 ml. Ajouter 126 µl de la solution étalon d'injection. Compléter à 2 ml avec de l'isooctane.
- Transférer dans un vial en verre de 2 ml.

7.2.2 Préparation des étalons pour le dosage

- Préparer les étalons pour le dosage directement en vials selon le tableau ci-dessous.

Niveaux courbe	Std extraction IUPAC n° 109 IUPAC n° 207 Dans isooctane	Solution d'ajout Std n° 1 Std n° 2	Std d'injection IUPAC n° 29 IUPAC n° 189 Dans isooctane	Isooctane
1	63 µl	Std n° 1 → 50 µl Std n° 2 → 50 µl	63 µl	773 µl
2	63 µl	Std n° 1 → 100 µl Std n° 2 → 100 µl	63 µl	674 µl
3	63 µl	Std n° 1 → 150 µl Std n° 2 → 150 µl	63 µl	574 µl

7.3 Dosage

L'appareil est étalonné à chaque série d'analyses et les contrôles de qualité sont réalisés selon les exigences décrites dans le document DR-12-SCA-01, *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*.

NOTE – Pour connaître les conditions de fonctionnement des différentes composantes de l'appareil, veuillez consulter le document de référence approprié dans la documentation sur la 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.

8.1 Échantillon d'eau

Les résultats sont exprimés en microgramme par litre (µg/l) de chacun des pesticides de type organochloré 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 pesticides de type organochloré contenus dans l'échantillon (µg/l);

A_x : surface du composé d'intérêt dans la solution dosée (échantillon);

- C_{is} : concentration de l'étalon d'injection dans l'échantillon ($\mu\text{g/l}$);
- A_{is} : surface de l'étalon d'injection dans l'échantillon;
- R_f : facteur de réponse de la solution étalon;
- A_s : surface du composé d'intérêt dans la solution étalon;
- C_s : concentration du composé d'intérêt dans la solution étalon ($\mu\text{g/l}$);
- V_i : volume initial (l);
- V_f : volume final (ml);
- F : facteur de dilution, si nécessaire;
- C_{ise} : concentration de l'étalon d'injection dans la solution étalon ($\mu\text{g/l}$);
- A_{ise} : surface de l'étalon d'injection dans la solution étalon.

8.2 Échantillons de sols et de sédiments

Les résultats sont exprimés en microgramme par kilogramme ($\mu\text{g/kg}$) de poids sec pour chacun des pesticides de type organochloré d'après l'équation suivante :

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

où

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

où

- C_e : concentration des pesticides de type organochloré contenus dans l'échantillon ($\mu\text{g/g}$);
- A_x : surface du composé d'intérêt dans l'échantillon;
- C_{is} : concentration de l'étalon d'injection dans l'échantillon ($\mu\text{g/l}$);
- A_{is} : surface de l'étalon d'injection dans l'échantillon;
- R_f : facteur de réponse de la solution étalon;
- A_s : surface du composé d'intérêt dans la solution étalon;
- C_s : concentration du composé d'intérêt dans la solution étalon ($\mu\text{g/l}$);
- P_i : poids initial (g);
- V_f : volume final (l);
- F : facteur de dilution, si nécessaire;
- C_{ise} : concentration de l'étalon d'injection dans la solution étalon ($\mu\text{g/l}$);
- A_{ise} : surface de l'étalon d'injection dans la solution étalon.

9. Critères d'acceptabilité

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

Éléments de contrôle	Critères d'acceptabilité
Matériaux de référence	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.
Ajout dans l'eau	Le pourcentage de récupération doit être entre 60 % et 140 % 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 entre 60 % et 140 % pour 80 % des composés.
Solution étalon	Un écart de 25 % est accepté entre les valeurs de la nouvelle et de l'ancienne solution étalon pour 80 % des composés.
Courbe d'étalonnage	$r^2 \geq 0,9$

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 des bonnes pratiques de laboratoire en chimie organique*, DR-09-COS-001, Québec, ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, édition courante.

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, édition courante. Disponible au http://www.ceaeq.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 de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, édition courante. Disponible au http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf



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

Québec 