

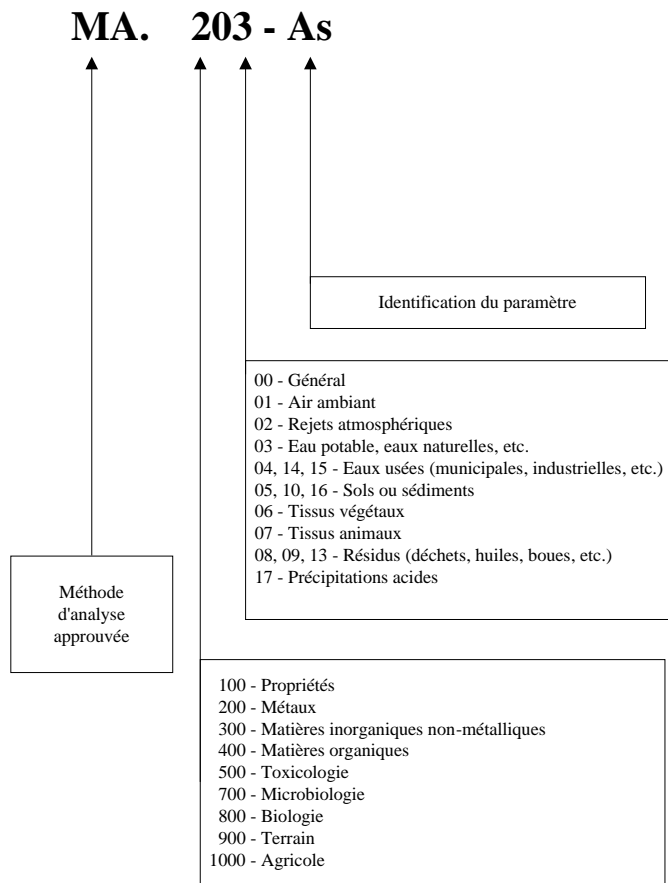
Méthode d'analyse



MA. 400 – Pest. 1.0

Détermination des pesticides de type organophosphoré, triazine, carbamate, urée substituée, phtalimide et pyréthriinoïde dans l'eau, les sols et les sédiments : extraction liquide-liquide; dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse

Comment fonctionne la codification ?



Note – Les méthodes publiées avant le 14 janvier 2014 ont deux chiffres à la fin de la codification de la méthode (ex. : MA. 203 – As 3.4). Le premier chiffre désigne le numéro de la méthode (3) et le deuxième chiffre désigne le numéro de l'édition (4).

Référence à citer :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.
Détermination des pesticides de type organophosphoré, triazine, carbamate, urée substituée, phtalimide et pyréthriinoïde dans l'eau, les sols et les sédiments : extraction liquide-liquide; dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse, MA. 400 – Pest. 1.0, Rév. 4, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, 2016, 29 p.

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
2700, rue Einstein, bureau E.2.220
Québec (Québec) G1P 3W8

Téléphone : 418 643-1301
Télécopieur : 418 528-1091
Courriel : ceaeq@mddelcc.gouv.qc.ca

TABLE DES MATIÈRES

| | |
|--|----|
| INTRODUCTION | 5 |
| 1. DOMAINE D'APPLICATION | 5 |
| 2. PRINCIPE ET THÉORIE | 8 |
| 3. INTERFÉRENCE | 9 |
| 4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION | 9 |
| 5. APPAREILLAGE | 9 |
| 6. RÉACTIFS ET ÉTALONS | 10 |
| 7. PROTOCOLE D'ANALYSE | 25 |
| 7.1. Préparation de l'échantillon d'eau | 25 |
| 7.1.1. Préparation de la solution étalon pour le dosage des échantillons d'eau | 26 |
| 7.2. Préparation de l'étalon de contrôle (matériau de référence) | 26 |
| 7.3. Traitement de l'échantillon de sol | 26 |
| 7.4. Préparation de la solution étalon pour le dosage | 27 |
| 7.5. Préparation de la courbe d'étalonnage pour le dosage du tébuthiuron | 27 |
| 7.6. Dosage | 27 |
| 8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS | 28 |
| 8.1. Échantillons d'eau | 28 |
| 8.2. Échantillons de sol | 28 |
| 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ | 29 |
| 10. BIBLIOGRAPHIE | 29 |

INTRODUCTION

L'utilisation des pesticides est très répandue au Québec. Ceux-ci servent notamment dans l'industrie agroalimentaire et l'utilisation domestique, pour le contrôle des insectes, des mauvaises herbes et des microorganismes.

Les produits utilisés sont très diversifiés et sont choisis en fonction des cultures ciblées, de même que des différents problèmes rencontrés en cours de saison. Afin d'assurer un suivi adéquat de ces substances, qui peuvent se trouver dans l'environnement, nous devons avoir recours à plusieurs méthodes d'analyses.

Cette méthode permet la détermination de 75 pesticides répartis dans différents groupes chimiques.

| Groupe de pesticides | Paramètres |
|--|--|
| Herbicides et fongicides de type triazine | Atrazine (h), cyanazine (h), dééthyl-atrazine (h), désisopropylatrazine (h), métribuzine (h), myclobutanil (f) et simazine (h) |
| Insecticides organophosphorés | Azinphos-méthyl, chlorfenvinphos, chlorpyrifos, diazinon, dichlorvos, diméthoate, disulfoton, famphur, parathion, fénitrothion, fonofos, malathion, parathion-méthyl, méthidation, mévinphos, phorate, phosalone, phosmet et terbufos |
| Insecticides, herbicides et fongicides de type carbamate | Bendiocarbe (i), Busan (f), Butilate (h), carbaryl (i), carbofuran (i), eptc (h), dichlobénil (h), 2,6-dichlorobenzamide (h), métoxychlore (i), pirimicarbe (i), propoxur (i) et chlorprophame (h) |
| Herbicides et fongicide de type urée | Diuron (h), linuron (h), tébuthiuron (h), chloroxuron (h), bromacile (h) et iprodione (f) |
| Fongicides de type phtalique | Captane et captafol |
| Insecticides de type pyréthrianoïde de synthèse | Cyperméthrine, deltaméthrine, perméthrine et cyhalothrine |
| Herbicides de type chloroacéténamide | Diméthénamide, métolachlore et propyzamide |
| Autres | Diméthomorphe (f), chlorothalonil (f), 1-naphthol (i), képone (i), napropamide (h), trifluraline (h), pyraclostrobine (f), fludioxonil (f), trifloxystrobine (f), azoxystrobine (f), boscalide (f), triticonazole (f), propiconazole (f), métalaxyle (f), quintozone (f), chloronèbe (f), carfentrazone-éthyle (h), trinexapac-éthyle, pendiméthaline (h), diméthazone (h), aldrine (i) et dieldrine (i) |

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination des pesticides dans les eaux souterraines, les eaux de surface, l'eau potable, les sols et les sédiments.

Le domaine d'application pour chacun des pesticides dans l'eau est décrit dans le tableau qui suit.

Note – Ce domaine tient compte d'un facteur de concentration de 1 000.

| Paramètres | Limite inférieure (µg/l) | Limite supérieure (µg/l) |
|-----------------------|--------------------------|--------------------------|
| Aldrine | 0,01 | 2,5 |
| Atrazine | 0,012 | 4,0 |
| Azinphos-méthyl | 0,10 | 10 |
| Azoxystrobine | 0,10 | 3,8 |
| Bendiocarbe | 0,02 | 5,0 |
| Boscalide | 0,07 | 3,0 |
| Bromacile | 0,12 | 5,0 |
| Busan | 0,03 | 7,0 |
| Butilate | 0,03 | 2,5 |
| Captafol | 0,04 | 5,0 |
| Captane | 0,02 | 5,0 |
| Carbaryl | 0,04 | 6,0 |
| Carbofuran | 0,02 | 4,0 |
| Carfentrazone-éthyle | 0,03 | 3,0 |
| Chlorfenvinphos | 0,04 | 5,0 |
| Chloronèbe | 0,06 | 7,2 |
| Chlorothalonil | 0,04 | 5,0 |
| Chloroxuron | 0,18 | 8,0 |
| Chlorprophame | 0,03 | 5,0 |
| Chlorpyriphos | 0,01 | 3,0 |
| Cyanazine | 0,03 | 3,2 |
| Cyhalothrine | 0,04 | 5,0 |
| Cyperméthrine | 0,07 | 7,0 |
| Dééthyl-atrazine | 0,02 | 3,0 |
| Désisopropylatrazine | 0,01 | 3,0 |
| Deltaméthrine | 0,08 | 10 |
| Diazinon | 0,01 | 2,0 |
| Dichlobénil | 0,04 | 5,0 |
| 2,6-Dichlorobenzamide | 0,02 | 1,0 |
| Dichlorvos | 0,05 | 5,0 |
| Dieldrine | 0,02 | 2,5 |
| Diméthazone | 0,03 | 5,0 |
| Diméthénamide | 0,02 | 4,0 |
| Diméthoate | 0,02 | 3,0 |
| Diméthomorphe | 0,17 | 6,4 |
| Disulfoton | 0,01 | 1,5 |
| Diuron | 0,28 | 4,2 |
| EPTC | 0,02 | 1,2 |
| Fénitrothion | 0,02 | 5,0 |
| Fludioxonil | 0,03 | 5,0 |
| Fonofos | 0,01 | 2,0 |
| Iprodione | 1,1 | 7,2 |
| Linuron | 0,06 | 4,8 |
| Malathion | 0,02 | 3,0 |
| Métalaxyle | 0,05 | 8,6 |
| Méthidathion | 0,03 | 5,0 |
| Métolachlore | 0,01 | 2,2 |
| Métoxychlore | 0,02 | 2,5 |
| Métribuzine | 0,01 | 4,0 |
| Mévinphos | 0,03 | 4,0 |
| Myclobutanil | 0,024 | 4,0 |
| 1-naphthol | 0,04 | 5,0 |
| Napropamide | 0,06 | 10 |
| Parathion | 0,02 | 6,0 |
| Parathion-méthyl | 0,02 | 1,9 |

| Paramètres | Limite inférieure (µg/l) | Limite supérieure (µg/l) |
|-------------------|--------------------------|--------------------------|
| Pendiméthaline | 0,03 | 5,0 |
| Perméthrine | 0,13 | 3,3 |
| Phorate | 0,02 | 7,0 |
| Phosalone | 0,03 | 3,0 |
| Phosmet | 0,05 | 5,0 |
| Pirimicarbe | 0,03 | 4,0 |
| Propiconazole | 0,36 | 16 |
| Propoxur | 0,02 | 3,0 |
| Propyzamide | 0,03 | 5,0 |
| Pyraclostrobine | 0,33 | 13 |
| Quintozène | 0,03 | 6,6 |
| Simazine | 0,01 | 5,0 |
| Tébutiuron | 0,24 | 4,2 |
| Terbufos | 0,04 | 4,0 |
| Trifloxystrobine | 0,03 | 4,0 |
| Trifluraline | 0,02 | 6,0 |
| Trinexapac-éthyle | 0,75 | 13 |
| Triticonazole | 0,34 | 11 |

Note – Si la présence de tébutiuron est détectée, sa concentration sera déterminée en utilisant une courbe d'étalonnage ne contenant seulement que celui-ci.

Le domaine d'application pour chacun des pesticides dans les sols et les sédiments est décrit dans le tableau qui suit.

| Paramètres | Limite inférieure (µg/g) | Limite supérieure (µg/g) |
|----------------------|--------------------------|--------------------------|
| Aldrine | nd | nd |
| Atrazine | 0,006 | 0,40 |
| Azinphos-méthyl | 0,07 | 1,0 |
| Bendiocarbe | 0,005 | 0,50 |
| Butilate | 0,008 | 0,25 |
| Captafol | 0,02 | 0,50 |
| Captane | 0,02 | 0,50 |
| Carbaryl | 0,02 | 0,60 |
| Carbofuran | 0,01 | 0,40 |
| Chlorfenvinphos | 0,02 | 0,50 |
| Chlorothalonil | 0,03 | 0,50 |
| Chloroxuron | 0,02 | 0,80 |
| Chlorpyrifos | 0,01 | 0,30 |
| Cyanazine | 0,02 | 0,40 |
| Cyhalothrine | 0,02 | 0,50 |
| Cyperméthrine | 0,04 | 0,70 |
| Dééthyl-atrazine | 0,02 | 0,30 |
| Désisopropylatrazine | 0,02 | 0,30 |
| Deltaméthrine | 0,03 | 1,0 |
| Diazinon | 0,006 | 0,20 |
| Dichlobénil | 0,01 | 0,50 |
| Dichlorvos | 0,02 | 0,50 |
| Dieldrine | nd | nd |
| Diméthénamide | 0,01 | 0,40 |
| Diméthoate | 0,02 | 0,30 |
| Diméthomorphe | 0,05 | 2,0 |
| Disulfoton | nd | nd |

| Paramètres | Limite inférieure (µg/g) | Limite supérieure (µg/g) |
|------------------|--------------------------|--------------------------|
| Diuron | 0,09 | 2,8 |
| EPTC | 0,005 | 0,20 |
| Famphur | 0,03 | 1,0 |
| Fénitrothion | 0,02 | 0,50 |
| Fonofos | 0,006 | 0,20 |
| Képone | 0,03 | 0,50 |
| Linuron | 0,03 | 0,80 |
| Malathion | 0,009 | 0,30 |
| Méthidathion | 0,01 | 0,50 |
| Métolachlore | 0,005 | 0,3 |
| Métribuzine | 0,01 | 0,40 |
| Mévinphos | 0,01 | 0,40 |
| Myclobutanil | 0,02 | 0,40 |
| Napropamide | 0,04 | 1,0 |
| Parathion | 0,04 | 0,60 |
| Parathion-méthyl | 0,01 | 0,2 |
| Perméthrine | 0,04 | 2,0 |
| Phorate | 0,09 | 0,70 |
| Phosalone | 0,02 | 0,30 |
| Phosmet | 0,02 | 0,50 |
| Pirimicarbe | 0,01 | 0,50 |
| Simazine | 0,02 | 0,30 |
| Tébutiuron | 0,07 | 2,1 |
| Terbufos | 0,06 | 0,40 |
| Trifluraline | 0,004 | 0,60 |

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Échantillons d'eau :

Les pesticides sont extraits de l'échantillon avec du dichlorométhane. L'extrait est réduit à un petit volume et ensuite concentré sous jet d'argon.

Les pesticides sont séparés dans une colonne de chromatographie en phase gazeuse. Le détecteur utilisé est un spectromètre de masse qui permet l'identification et la confirmation des composés à l'aide des temps de rétention. Ceux-ci diffèrent pour la plupart des pesticides dosés. Les concentrations de pesticides contenues 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.

Échantillons de sol et sédiments :

Les pesticides sont extraits de l'échantillon avec de l'acétate d'éthyle. L'extrait est réduit à un petit volume et ensuite concentré sous jet d'argon.

Les pesticides sont analysés par chromatographie en phase gazeuse. Le détecteur utilisé est un spectromètre de masse dans le mode de balayage des ions. Les concentrations de pesticides contenues 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, les réactifs et les appareils doivent être vérifiés régulièrement au moyen d'une analyse de solutions témoins.

Les interférences causées par une contamination peuvent survenir lorsqu'un échantillon contenant une faible concentration des pesticides recherchés est dosé immédiatement après un échantillon dont la concentration des pesticides recherchés est plus élevée (effet de mémoire). Après le dosage de cet échantillon, une ou plusieurs injections d'isooctane doivent être faites afin d'éliminer l'effet de mémoire.

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

Échantillons d'eau

Prélever un échantillon représentatif d'environ 500 ml dans un contenant en verre de marque Sovirel d'une capacité de 1 litre.

Les échantillons doivent être acheminés le plus rapidement possible au laboratoire. Au moment de la réception des échantillons, 50 ml de dichlorométhane (*cf.* 6.2) sont ajoutés afin de stabiliser les composés.

Conserver l'échantillon à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'extraction ne doit pas excéder 14 jours.

Échantillons de sol et de sédiments

Prélever un échantillon représentatif d'environ 200 g dans un contenant en verre de 1 litre exempt de contamination. Placer un papier de téflon ou d'aluminium sur le goulot et replacer le bouchon sur la bouteille.

Conserver l'échantillon à - 20 °C jusqu'au moment de l'analyse.

5. APPAREILLAGE

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

- 5.1. Chromatographe en phase gazeuse de marque Agilent, 7890A muni d'un spectromètre de masse de modèle 5975C
 - 5.1.1. Échantillonneur automatique PAL de marque CTC Analytics (Agilent), modèle G6501B
- 5.2. Colonne chromatographique capillaire d'une longueur de 30 m x 0,25 mm Di de type DB-5 MS dont la phase est d'une épaisseur de 0,25 µm
- 5.3. Microbalance dont la sensibilité est de 0,01 mg

- 5.4. Évaporateur rotatif de marque Buchi 461 ou l'équivalent
- 5.5. Système d'évaporation sous jet d'argon
- 5.6. Station de travail servant à vérifier et à traiter les données produites par l'instrument

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les solvants utilisés sont de qualité pesticide ou l'équivalent. Les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS, à moins d'indication contraire.

L'eau utilisée est de l'eau déminéralisée, traitée sur 2 colonnes « nanopure », 1 colonne « lit de sable » et 1 colonne « matière organique ».

À moins d'indication contraire, les solutions préparées sont utilisées jusqu'à épuisement.

Pour ce qui est des étalons, les solutions sont conservées au congélateur jusqu'à épuisement, ou jusqu'à ce que le critère d'acceptabilité pour les solutions étalons (section 9) ne soit plus respecté.

- 6.1. Acétate d'éthyle, $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ (CAS n° 141-78-6)
- 6.2. Dichlorométhane, CH_2Cl_2 (CAS n° 75-09-2)
- 6.3. Hexane, C_6H_{14} (CAS n° 110-54-3)
- 6.4. Isooctane, C_8H_{18} (CAS n° 540-84-1)
- 6.5. Aldrine, $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{Cl}_6$ (CAS n° 309-00-2)
- 6.6. Atrazine, $\text{C}_8\text{H}_{14}\text{ClN}_5$ (CAS n° 1912-24-9)
- 6.7. Atrazine- d_5 , $\text{C}_8\text{H}_9\text{ClN}_5\text{-d}_5$ (CAS n° 1912-24-9)
- 6.8. Azinphos-méthyl, $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_3\text{O}_3\text{PS}_2$ (CAS n° 86-50-0)
- 6.9. Azoxystrobine, $\text{C}_{22}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_5$ (CAS n° 131860-33-8)
- 6.10. Bendiocarbe, $\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{NO}_4$ (CAS n° 22781-23-3)
- 6.11. Boscalide, $\text{C}_{18}\text{H}_{12}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}$ (CAS n° 188425-85-6)
- 6.12. Bromacile, $\text{C}_9\text{H}_{13}\text{BrN}_2\text{O}_2$ (CAS n° 314-40-9)
- 6.13. Busan, $\text{C}_9\text{H}_6\text{N}_2\text{S}_3$ (CAS n° 21564-17-0)
- 6.14. Butilate, $\text{C}_{11}\text{H}_{23}\text{NOS}$ (CAS n° 2008-41-5)
- 6.15. Captafol, $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{Cl}_3\text{NO}_2\text{S}$ (CAS n° 2425-06-1)
- 6.16. Captane, $\text{C}_9\text{H}_8\text{Cl}_3\text{NO}_2\text{S}$ (CAS n° 133-06-2)

- 6.17. Carbaryl, $C_{12}H_{11}NO_2$ (CAS n° 63-25-2)
- 6.18. Carbofuran, $C_{12}H_{15}NO_3$ (CAS n° 1563-66-2)
- 6.19. Carfentrazone-éthyle, $C_{15}H_{14}Cl_2F_3N_3O_3$ (CAS n° 128639-02-1)
- 6.20. Chlorfenvinphos, $C_{12}H_{14}Cl_3O_4P$ (CAS n° 470-90-6)
- 6.21. Chloronèbe, $C_8H_8Cl_2O_2$ (CAS n° 2675-77-6)
- 6.22. Chlorothalonil, $C_8Cl_4N_2$ (CAS n° 1897-45-6)
- 6.23. Chloroxuron, $C_{15}H_{15}ClN_2O_2$ (CAS n° 1982-47-4)
- 6.24. Chlorprophame, $C_{10}H_{12}NO_2Cl$ (CAS n° 101-21-3)
- 6.25. Chlorpyriphos, $C_9H_{11}Cl_3NO_3PS$ (CAS n° 2921-88-2)
- 6.26. Chlorpyriphos-d₁₀, $C_9H_{11}Cl_3NO_3PS-d_{10}$, (CAS n° 2921-88-2)
- 6.27. Cyanazine, $C_9H_{13}ClN_6$ (CAS n° 21725-46-2)
- 6.28. Cyhalothrine, $C_{23}H_{19}ClF_3NO_3$ (CAS n° 91465-08-6)
- 6.29. Cyperméthrine, $C_{12}H_{20}Cl_2O_3$ (CAS n° 52315-07-8)
- 6.30. Dieldrine, $C_{12}H_8Cl_6O$ (CAS n° 60-57-1)
- 6.31. Diméthazone, $C_{12}H_{14}ClNO_2$ (CAS n° 81777-89-1)
- 6.32. Dééthyl-atrazine, $C_6H_{10}ClN_5$ (CAS n° 6190-65-4)
- 6.33. Désisopropylatrazine, $C_5H_8ClN_5$ (CAS n° 1007-28-9)
- 6.34. Deltaméthrine, $C_{22}H_{19}Br_2NO_3$ (CAS n° 52918-63-5)
- 6.35. Diazinon, $C_{12}H_{21}O_3N_2PS$ (CAS n° 333-41-5)
- 6.36. Dichlobénil, $C_7H_3Cl_2N$ (CAS n° 1194-65-6)
- 6.37. 2,6-Dichlorobenzamide, $C_7H_5Cl_2NO$ (CAS n° 2008-58-4)
- 6.38. Dichlorvos, $C_4H_7Cl_2O_4P$ (CAS n° 62-73-7)
- 6.39. Diméthénamide, $C_{12}H_{21}NO_2ClS$ (CAS n° 87674-68-8)
- 6.40. Diméthoate, $C_5H_{12}NO_3PS_2$ (CAS n° 60-51-5)
- 6.41. Diméthomorphe, $C_{21}H_{22}ClNO_4$ (CAS n° 110488-70-5)
- 6.42. Disulfoton, $C_8H_{19}O_2PS_3$ (CAS n° 298-04-4)

- 6.43. Diuron, $C_9H_{10}N_2OCl_2$ (CAS n° 330-54-1)
- 6.44. EPTC, $C_9H_{19}NOS$, (CAS n° 759-94-4)
- 6.45. Famphur, $C_{10}H_{16}NO_5PS_2$ (CAS n° 52-85-7)
- 6.46. Fénitrothion, $C_9H_{12}O_5NPS$ (CAS n° 122-14-5)
- 6.47. Fludioxonil, $C_{12}H_6F_2N_2O_2$ (CAS n° 131341-86-1)
- 6.48. Fonofos, $C_{10}H_{15}OPS_2$ (CAS n° 944-22-9)
- 6.49. Iprodione, $C_{13}H_{13}C_{12}N_3O_3$ (CAS n° 36734-19-7)
- 6.50. Képone, $C_{10}Cl_{10}O$ (CAS n° 143-50-0)
- 6.51. Linuron, $C_9H_{10}Cl_2N_2O_2$ (CAS n° 330-55-2)
- 6.52. Malathion, $C_{10}H_{19}O_6PS_2$ (CAS n° 121-75-5)
- 6.53. Malathion-d₁₀, $C_{10}H_{19}O_6PS_2$ (CAS n° 121-75-5)
- 6.54. Métalaxyle, $C_{15}H_{21}NO_4$ (CAS n° 57837-19-1)
- 6.55. Méthanol, CH_3OH (CAS n° 67-56-1)
- 6.56. Méthidathion, $C_6H_{11}N_2O_4PS_3$ (CAS n° 905-37-8)
- 6.57. Métolachlore, $C_{15}H_{22}ClNO_2$ (CAS n° 52218-45-2)
- 6.58. Métoxychlore, $C_{16}H_{15}Cl_3O_2$ (CAS n° 72-43-5)
- 6.59. Métribuzine, $C_8H_{14}N_4OS$ (CAS n° 21087-64-9)
- 6.60. Mévinphos, $C_7H_{13}O_6P$ (CAS n° 7786-34-7)
- 6.61. Myclobutanil, $C_{15}H_{17}ClN_4$ (CAS n° 88671-89-0)
- 6.62. 1-Naphthol, $C_{10}H_8O$, (CAS n° 90-15-3)
- 6.63. Napropamide, $C_{17}H_{21}NO_2$ (CAS n° 15299-99-7)
- 6.64. Parathion, $C_{10}H_{14}NO_5PS$ (CAS n° 56-38-2)
- 6.65. Parathion-méthyl, $C_8H_{10}NO_5PS$ (CAS n° 298-00-0)
- 6.66. Pendiméthaline, $C_{13}H_{19}N_3O_4$ (CAS n° 40487-42-1)
- 6.67. Perméthrine, $C_{21}H_{20}Cl_2O_3$ (CAS n° 52645-53-1)
- 6.68. Phorate, $C_7H_{17}O_2PS_3$ (CAS n° 298-02-2)

- 6.69. Phosalone, $C_{12}H_{15}ClNO_4PS_2$ (CAS n° 2310-17-0)
- 6.70. Phosmet, $C_{11}H_{12}O_4NPS_2$ (CAS n° 732-11-6)
- 6.71. Pirimicarbe, $C_{11}H_{18}N_4O_2$ (CAS n° 23103-98-2)
- 6.72. Propiconazole, $C_{15}H_{17}Cl_2N_3O_2$ (CAS n° 60207-90-1)
- 6.73. Propoxur, $C_{11}H_{15}NO_3$ (CAS n° 114-26-1)
- 6.74. Propyzamide, $C_{12}H_{11}Cl_2NO$ (CAS n° 23950-58-5)
- 6.75. Pyraclostrobine, $C_{19}H_{18}ClN_3O_4$ (CAS n° 175013-18-0)
- 6.76. Quintozène, $C_6Cl_5NO_2$ (CAS n° 82-68-8)
- 6.77. Simazine, $C_7H_{12}ClN_5$ (CAS n° 122-34-9)
- 6.78. Tébutiuron, $C_9H_{16}N_4OS$ (CAS n° 34014-18-1)
- 6.79. Terbufos, $C_9H_{21}O_2PS_3$ (CAS n° 13071-79-9)
- 6.80. Trifloxystrobine, $C_{20}H_{19}F_3N_2O_4$ (CAS n° 14517-21-7)
- 6.81. Trifluraline, $C_{13}H_{16}N_3O_4F_3$ (CAS n° 1582-09-8)
- 6.82. Trifluraline-d₁₄, $C_{13}H_{16}N_3O_4F_3$ (CAS n° 1582-09-8)
- 6.83. Trinexapac-éthyle, $C_{13}H_{16}O_5$ (CAS n° 65266-40-3)
- 6.84. Triticonazole, $C_{17}H_{20}ClN_3O$ (CAS n° 131983-72-7)
- 6.85. Sulfate de sodium, Na_2SO_4 (CAS n° 7757-82-6), traité au four à 700 °C durant une nuit
- 6.86. Solution de sulfate de sodium de 300 g/l (Na_2SO_4 saturée)

Dissoudre 300 g de sulfate de sodium (préalablement traité au four à 700 °C), dans environ 500 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

- 6.87. Solution étalon d'aldrine de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g d'aldrine dans environ 80 ml d'isooctane dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

- 6.88. Solution étalon d'atrazine de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g d'atrazine dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

* 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.

6.89. Solution étalon d'atrazine-d₅ de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g d'atrazine-d₅ dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.90. Solution étalon d'azinphos-méthyl de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g d'azinphos-méthyl dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.91. Solution étalon d'azoxystrobine de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g d'azoxystrobine dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.92. Solution étalon de bendiocarbe de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de bendiocarbe dans environ 80 ml d'isooctane dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.93. Solution étalon de boscalide de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de boscalide dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.94. Solution étalon de bromacile de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de bromacile dans environ 80 ml d'isooctane dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.95. Solution étalon de busan de 200 mg/l*

Dissoudre 0,0200 g de busan dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle

6.96. Solution étalon de butilate de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de butilate dans environ 80 ml d'isooctane dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.97. Solution étalon de captafol de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de captafol dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

* 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.

6.98. Solution étalon de captane de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de captane dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.99. Solution étalon de carbaryl de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de carbaryl dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.100. Solution étalon de carbofuran de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de carbofuran dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.101. Solution étalon de carfentrazone-éthyle de 900 mg/l*

Dissoudre 0,0900 g de carfentrazone-éthyle dans environ 80 ml de méthanol dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec du méthanol.

6.102. Solution étalon de chlorfenvinphos de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de chlorfenvinphos dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.103. Solution étalon de chloronèbe de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de chloronèbe dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.104. Solution étalon de chlorothalonil de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de chlorothalonil dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.105. Solution étalon de chloroxuron de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de chloroxuron dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.106. Solution étalon de chlorprophame de 150 mg/l*

Dissoudre 0,0150 g de chlorprophame dans environ 80 ml de méthanol dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec du méthanol.

* 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.

6.107. Solution étalon de chlorpyrifos de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de chlorpyrifos dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.108. Solution étalon de cyanazine de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de cyanazine dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.109. Solution de cyhalothrine 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de cyhalothrine dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.110. Solution étalon de cyperméthrine de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de cyperméthrine dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.111. Solution étalon de dééthyl-atrazine de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de dééthyl-atrazine dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.112. Solution étalon de désisopropylatrazine de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de désisopropylatrazine dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.113. Solution étalon de deltaméthrine de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de deltaméthrine dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.114. Solution étalon de diazinon de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de diazinon dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.115. Solution étalon de dichlobénil de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de dichlobénil dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

* 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.

6.116. Solution étalon de 2,6-dichlorobenzamide de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de 2,6-dichlorobenzamide dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.117. Solution étalon de dichlorvos de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de dichlorvos dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.118. Solution étalon de dieldrine de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de dieldrine dans environ 80 ml d'isooctane dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.119. Solution étalon de diméthazone de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de diméthazone dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.120. Solution étalon de diméthénamide de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de diméthénamide dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.121. Solution étalon de diméthoate de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de diméthoate dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.122. Solution étalon de diméthomorphe de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de diméthomorphe dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.123. Solution étalon de disulfoton de 200 mg/l*

Dissoudre 0,0200 g de disulfoton dans environ 80 ml d'isooctane dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.124. Solution étalon de diuron de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de diuron dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

* 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.

6.125. Solution étalon d'EPTC de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g d'EPTC dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.126. Solution étalon de famphur de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de famphur dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.127. Solution étalon de fénitrothion de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de fénitrothion dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.128. Solution étalon de fludioxonil de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de fludioxonil dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.129. Solution étalon de fonofos de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de fonofos dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.130. Solution étalon d'iprodione de 1000 mg/l*

Dissoudre 0,100 g de d'iprodione dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.131. Solution étalon de képone de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de képone dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.132. Solution étalon de linuron de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de linuron dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.133. Solution étalon de malathion de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de malathion dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

* 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.

6.134. Solution étalon de malathion-d₁₀ de 500 mg/l*

Dissoudre 0,0500 g de malathion-d₁₀ dans environ 80 ml d'isooctane dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.135. Solution étalon de métalaxyle de 150 mg/l*

Dissoudre 0,0150 g de métalaxyle dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.136. Solution étalon de méthidathion de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de méthidathion dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.137. Solution étalon de métolachlore de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de métolachlore dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.138. Solution étalon de métoxychlore de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de métoxychlore dans environ 80 ml d'isooctane dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.139. Solution étalon de métribuzine de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de métribuzine dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.140. Solution étalon de mévinphos de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de mévinphos dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.141. Solution étalon de myclobutanil de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de myclobutanil dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.142. Solution étalon de 1-naphthol de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de 1-naphthol dans environ 80 ml d'isooctane dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

* 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.

6.143. Solution étalon de napropamide de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de napropamide dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.144. Solution étalon de parathion de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de parathion dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.145. Solution étalon de parathion-méthyl de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de parathion-méthyl dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.146. Solution étalon de pendiméthaline de 150 mg/l*

Dissoudre 0,0150 g de pendiméthaline dans environ 80 ml de méthanol dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec du méthanol.

6.147. Solution étalon de perméthrine de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de perméthrine dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.148. Solution étalon de phorate de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de phorate dans environ 80 ml d'isooctane dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.149. Solution étalon de phosalone de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de phosalone dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.150. Solution étalon de phosmet de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de phosmet dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.151. Solution étalon de pirimicarbe de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de pirimicarbe dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

* 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.

6.152. Solution étalon de propiconazole de 400 mg/l*

Dissoudre 0,0400 g de propiconazole dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.153. Solution étalon de propoxur de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de propoxur dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.154. Solution étalon de propyzamide de 400 mg/l*

Dissoudre 0,0400 g de propyzamide dans environ 80 ml de méthanol dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec du méthanol.

6.155. Solution étalon de pyraclostrobine de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de pyraclostrobine dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.156. Solution étalon de quintozone de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de quintozone dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.157. Solution étalon de simazine de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de simazine dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.158. Solution étalon de tébuthiuron de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de tébuthiuron dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.159. Solution étalon de tébuthiuron de 10 mg/l*

Pipetter 2,5 ml de la solution étalon de tébuthiuron de 100 mg/l (*cf.* 6.158) dans environ 15 ml d'isooctane et compléter à 25 ml avec de l'isooctane.

6.160. Solution étalon de terbufos de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de terbufos dans environ 80 ml d'isooctane dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

* 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.

6.161. Solution étalon de trifloxystrobine de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de trifloxystrobine dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.162. Solution étalon de trifluraline de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de trifluraline dans environ 80 ml d'isooctane dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'isooctane

6.163. Solution étalon de trifluraline-d₁₄ de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de trifluraline-d₁₄ dans environ 80 ml d'isooctane dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'isooctane

6.164. Solution étalon de trinexapac-éthyle de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de trinexapac-éthyle dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.165. Solution étalon de triticonazole de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de triticonazole dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

6.166. Solution étalon commerciale de chlorpyriphos-d₁₀ de 100 mg/l

6.167. Solution étalon de calibration n° 1

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire à l'aide de micropipettes et de pipettes les volumes suivants et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane.

| Solution étalon | Concentration initiale (mg/l) | Volume utilisé (ml) | Concentration finale (µg/l) |
|-----------------|-------------------------------|---------------------|-----------------------------|
| Aldrine | 100 | 0,25 | 500 |
| Atrazine | 100 | 0,4 | 800 |
| Azinphos-méthyl | 100 | 1,0 | 2 000 |
| Bendiocarbe | 100 | 0,5 | 1 000 |
| Captafol | 100 | 0,5 | 1 000 |
| Captane | 100 | 0,5 | 1 000 |
| Carbaryl | 100 | 0,6 | 1 200 |
| Carbofuran | 100 | 0,4 | 800 |
| Chlorfenvinphos | 100 | 0,5 | 1 000 |
| Chlorothalonil | 100 | 0,5 | 1 000 |
| Chloroxuron | 100 | 0,8 | 1 600 |
| Chlorpyriphos | 100 | 0,3 | 600 |
| Cyanazine | 100 | 0,4 | 800 |
| Cyhalothrine | 100 | 0,5 | 1 000 |
| Cyperméthrine | 100 | 0,7 | 1 400 |

* 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.

| Solution étalon | Concentration initiale (mg/l) | Volume utilisé (ml) | Concentration finale (µg/l) |
|-----------------------|-------------------------------|---------------------|-----------------------------|
| Dééthyl-atrazine | 100 | 0,3 | 600 |
| Déisisopropylatrazine | 100 | 0,3 | 600 |
| Deltaméthrine | 100 | 1,0 | 2 000 |
| Diazinon | 100 | 0,2 | 400 |
| Dichlobénil | 100 | 0,5 | 1 000 |
| Dichlorvos | 100 | 0,5 | 1 000 |
| Dieldrine | 100 | 0,25 | 500 |
| Diméthénamide | 100 | 0,4 | 800 |
| Diméthoate | 100 | 0,3 | 600 |
| Diméthomorphe | 100 | 2,0 | 4 000 |
| Diuron | 100 | 2,8 | 5 600 |
| EPTC | 100 | 0,2 | 400 |
| Fénitrothion | 100 | 0,5 | 1 000 |
| Fonofos | 100 | 0,2 | 400 |
| Malathion | 100 | 0,3 | 600 |
| Méthidathion | 100 | 0,5 | 1 000 |
| Métolachlore | 100 | 0,2 | 400 |
| Métoxychlore | 100 | 0,2 | 500 |
| Métribuzine | 100 | 0,4 | 800 |
| Mévinphos | 100 | 0,4 | 800 |
| Myclobutanil | 100 | 0,4 | 800 |
| Napropamide | 100 | 1,0 | 2 000 |
| Parathion | 100 | 0,6 | 1 200 |
| Parathion-méthyl | 100 | 0,3 | 600 |
| Perméthrine | 100 | 1,1 | 2 200 |
| Phosalone | 100 | 0,3 | 600 |
| Phosmet | 100 | 0,5 | 1 000 |
| Pirimicarbe | 100 | 0,5 | 1 000 |
| Simazine | 100 | 0,3 | 600 |
| Tébuthiuron | 100 | 2,1 | 4 200 |

6.168. Solution étalon de calibration n°2

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire à l'aide de micropipettes et de pipettes, les volumes suivants et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane.

| Solution étalon | Concentration initiale (mg/l) | Volume utilisé (ml) | Concentration finale (µg/l) |
|-----------------------|-------------------------------|---------------------|-----------------------------|
| Busan | 200 | 1,75 | 7 000 |
| Butilate | 100 | 1,25 | 2 500 |
| Disulfoton | 200 | 1,25 | 5 000 |
| 2,6-Dichlorobenzamide | 100 | 2,0 | 4 000 |
| 1-naphthol | 100 | 2,5 | 5 000 |
| Propoxur | 100 | 1,5 | 3 000 |
| Phorate | 100 | 3,5 | 7 000 |
| Terbufos | 100 | 2,0 | 4 000 |
| Trifloxystrobine | 100 | 2,0 | 4 000 |
| Trifluraline | 100 | 3,0 | 6 000 |
| Linuron | 100 | 4,0 | 8 000 |
| Fludioxonil | 100 | 2,5 | 5 000 |
| Pyraclostrobin | 100 | 6,25 | 12 500 |

6.169. Solution étalon de calibration n° 3

Dans une fiole jaugée de 25 ml, introduire à l'aide de micropipettes et de pipettes les volumes suivants et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane.

| Solution étalon | Concentration initiale (mg/l) | Volume utilisé (ml) | Concentration finale (µg/l) |
|-----------------|-------------------------------|---------------------|-----------------------------|
| Famphur | 100 | 2,5 | 10 000 |
| Képone | 100 | 1,25 | 5 000 |

6.170. Solution étalon de calibration n° 4

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire à l'aide de micropipettes et de pipettes, les volumes suivants et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane.

| Solution étalon | Concentration initiale (mg/l) | Volume utilisé (ml) | Concentration finale (µg/l) |
|----------------------|-------------------------------|---------------------|-----------------------------|
| Azoxystrobine | 100 | 1,9 | 3800 |
| Boscalide | 100 | 1,5 | 3000 |
| Bromacile | 100 | 2,5 | 5000 |
| Carfentrazone-éthyle | 900 | 0,17 | 3000 |
| Chloronèbe | 100 | 3,6 | 7200 |
| Chlorprophame | 150 | 1,7 | 5000 |
| Diméthazone | 100 | 2,5 | 5000 |
| Iprodione | 1000 | 0,37 | 7200 |
| Métalaxyle | 150 | 2,9 | 8600 |
| Pendiméthaline | 150 | 1,7 | 5000 |
| Propiconazole | 400 | 2,0 | 15600 |
| Propyzamide | 400 | 0,63 | 5000 |
| Quintozène | 100 | 3,3 | 6600 |
| Trinexapac-éthyle | 100 | 6,4 | 12800 |
| Triticonazole | 100 | 5,4 | 10700 |

6.171. Solution étalon d'injection

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire à l'aide de pipettes les volumes suivants et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane.

| Solution étalon | Concentration initiale (mg/l) | Volume utilisé (ml) | Concentration finale (µg/l) |
|------------------------------|-------------------------------|---------------------|-----------------------------|
| Trifluraline-d ₁₄ | 100 | 3 | 6 000 |
| Chlorpyrifos-d ₁₀ | 100 | 1,5 | 3 000 |

6.172. Solution étalon d'extraction

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire à l'aide de pipettes les volumes suivants et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane.

| Solution étalon | Concentration initiale (mg/l) | Volume utilisé (ml) | Concentration finale (µg/l) |
|---------------------------|-------------------------------|---------------------|-----------------------------|
| Atrazine-d ₅ | 100 | 1,5 | 3 000 |
| Malathion-d ₁₀ | 500 | 0,3 | 3 000 |

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 DE L'ÉCHANTILLON D'EAU

- Une solution témoin est préparée en mesurant 500 ml d'eau déminéralisée.
 - Préparer une solution enrichie en introduisant à l'aide d'une micropipette 250 µl de la solution étalon de calibration n° 1 (cf. 6.167), 50 µl de la solution de calibration n° 2 (cf. 6.168) et 50 µl de la solution de calibration n° 4 (cf. 6.170) à 500 ml d'eau déminéralisée.
 - Ajouter aux échantillons, à la solution témoin et à la solution enrichie 30 ml de la solution de Na₂SO₄ saturée (cf. 6.86) et 50 µl de la solution étalon d'extraction (cf. 6.172).
 - Ajouter 250 ml de dichlorométhane dans chaque bouteille d'échantillons (300 ml pour le témoin et la solution enrichie) et brasser pendant environ 30 secondes et laisser s'échapper le dégagement gazeux. Mettre les bouteilles sur l'agitateur mécanique et brasser vigoureusement pendant 20 minutes en ayant pris soin de mettre du papier d'aluminium sous les bouchons.
 - Transférer l'échantillon dans une ampoule de 2 litres et récupérer la phase organique dans un ballon de 500 ml en la faisant passer à travers un lit de Na₂SO₄ anhydre. Rincer l'ampoule et la bouteille avec un peu de dichlorométhane et ajouter celui-ci dans le ballon de 500 ml.
 - Dans chaque ballon de 500 ml contenant les extraits, ajouter 1 ml d'isooctane et évaporer à environ 2 à 3 ml avec un évaporateur rotatif. La température du bain doit être approximativement de 30 °C.
 - Étalonner des tubes à centrifugation de 10 ml à 0,5 ml.
- Transférer l'extrait dans le tube de 10 ml. Rincer le ballon avec du dichlorométhane. Concentrer à petit volume sous jet d'argon à environ 400 µl dans un bain entre 25 - 30 °C.
- Ajouter à chacun des tubes 50 µl de la solution étalon d'injection (cf. 6.171) et jauger à 500 µl avec de l'isooctane.
- Transférer l'extrait dans un microflacon (vial) en verre pour le dosage.

7.1.1. Préparation de la solution étalon pour le dosage des échantillons d'eau

Dans un microflacon, ajouter les solutions mentionnées ci-dessous afin d'obtenir un volume total de 500 µl.

- 250 µl de la solution étalon de calibration n° 1 (cf. 6.167)
- 50 µl de la solution étalon de calibration n° 2 (cf. 6.168)
- 50 µl de la solution étalon de calibration n° 4 (cf. 6.170)
- 50 µl de la solution étalon d'extraction (cf. 6.172)
- 50 µl de la solution étalon d'injection (cf. 6.171)
- 50 µl d'isooctane (cf. 6.4)

7.2. PRÉPARATION DE L'ÉTALON DE CONTRÔLE (matériau de référence)

Dans un microflacon, ajouter les solutions mentionnées ci-dessous pour obtenir un volume total de 500 µl.

- 250 µl de la solution étalon de contrôle (matériau de référence)
- 50 µl de la solution étalon d'extraction (cf. 6.172)
- 50 µl de la solution étalon d'injection (cf. 6.171)
- 150 µl d'isooctane (cf. 6.4)

7.3. TRAITEMENT DE L'ÉCHANTILLON DE SOL

- Faire le pourcentage d'humidité sur le sol ou le sédiment en utilisant le formulaire interne FO-09-01-COS-050.
- Peser l'équivalent de 5 g de sol ou de sédiment sec calculé en utilisant le pourcentage d'humidité préalablement mesuré. Prendre soin d'enlever les grosses particules. Peser l'échantillon dans un erlenmeyer de 500 ml avec le bouchon vissé.
- Ajouter environ 10 g de Na₂SO₄ à l'échantillon humide.
- Ajouter 50 µl de la solution étalon d'extraction (cf. 6.172).
- Préparer un échantillon témoin de la même façon. Si nécessaire préparer un ajout dans l'échantillon en ajoutant 1 000 µl de la solution étalon de calibration n° 1 (cf. 6.167), 250 µl de la solution étalon de calibration n° 2 (cf. 6.168) et 500 µl de la solution étalon de calibration n° 3 (cf. 6.169). Agiter pour homogénéiser.
- Ajouter à l'échantillon 60 ml d'acétate d'éthyle et agiter pendant 1 heure sur l'agitateur mécanique.
- Préparer le montage de filtration en déposant une couche de Na₂SO₄ sur un filtre Gelman de type A/E. Décantier le surnageant dans l'entonnoir contenant le Na₂SO₄. Recueillir le surnageant dans un erlenmeyer.
- Répéter les 2 étapes précédentes. Transférer les extraits dans un ballon de 250 ml.

- Ajouter 2 ml d'isooctane et évaporer jusqu'à un volume de 2 à 3 ml à l'aide d'un évaporateur rotatif. La température du bain ne doit pas dépasser 30 °C.
- Transférer l'extrait dans un tube de 15 ml préalablement jaugé à 5 ml, en rinçant le ballon avec de l'isooctane.
- Concentrer, si nécessaire, à environ 4,0 ml. Ajouter 500 µl de la solution étalon d'injection (cf. 0) et jauger à 5 ml avec de l'isooctane.

7.4. PRÉPARATION DE LA SOLUTION ÉTALON POUR LE DOSAGE

Dans un microflacon, ajouter les solutions mentionnées ci-dessous pour obtenir un volume total de 500 µl.

- 250 µl de la solution étalon de calibration n° 1 (cf. 6.167)
- 50 µl de la solution étalon de calibration n° 2 (cf. 6.168)
- 50 µl de la solution étalon de calibration n° 3 (cf. 6.169)
- 50 µl de la solution étalon d'injection (cf. 0)
- 50 µl de la solution étalon d'extraction (cf. 6.172)
- 50 µl d'isooctane (cf. 6.4)

7.5. PRÉPARATION DE LA COURBE D'ÉTALONNAGE POUR LE DOSAGE DU TEBUTHIURON

Dans un microflacon, ajouter les volumes mentionnés ci-dessous pour obtenir un volume total de 500 µl.

| Conc. (ppb) | Solution étalon (mg/l) (cf. 6.159) | Volume utilisé (µl) | Volume étalon d'extraction (µl) (cf. 6.172) | Volume étalon d'injection (µl) (cf. 6.171) | Volume solvant (isooctane) (µl) (cf. 6.4) |
|-----------------|---|------------------------|--|---|--|
| Courbe 1 (525) | 10 | 26,3 | 50 | 50 | 373,7 |
| Courbe 2 (1050) | 10 | 52,5 | 50 | 50 | 347,5 |
| Courbe 3 (2100) | 10 | 105 | 50 | 50 | 295 |

7.6. DOSAGE

- Analyser les solutions étalons et les échantillons avec un chromatographe en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse en mode de balayage des ions.

Note – Pour connaître les conditions d'opération des différentes composantes de l'appareil, veuillez consulter le document de référence approprié dans la documentation qualité de la division de chimie organique.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1. ÉCHANTILLONS D'EAU

Les résultats sont exprimés en $\mu\text{g/l}$ de pesticides 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 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 d'injection dans l'échantillon ($\mu\text{g/l}$);
- A_{is} : aire de l'étalon d'injection dans l'échantillon;
- R_f : facteur de réponse de la solution étalon;
- V_f : volume final (ml);
- 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 d'injection dans la solution étalon ($\mu\text{g/l}$);
- A_{ise} : aire de l'étalon d'injection dans la solution étalon;
- C_s : concentration du composé d'intérêt dans la solution étalon ($\mu\text{g/l}$).

8.2. ÉCHANTILLONS DE SOL

Les résultats sont exprimés en $\mu\text{g/g}$ de pesticides d'après l'équation suivante :

$$C_{so} = \frac{C_e \times V_f}{P_i} \times F$$

où

- C_{so} : concentration des pesticides contenus dans l'échantillon ($\mu\text{g/g}$);
- C_e : concentration des pesticides contenus dans l'échantillon ($\mu\text{g/l}$);
- P_i : poids initial sec (g);
- V_f : volume final (l);
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

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

| Éléments de contrôle | Critères d'acceptabilité |
|--------------------------|---|
| Matériaux de référence | Au moins 80 % des composés doivent répondre aux critères d'acceptabilité définis dans le système de gestion informatique des échantillons soumis au laboratoire. |
| Étalon de contrôle | Le résultat doit être entre 70 % et 130 % de la valeur attendue pour 80 % des composés. |
| Blanc | Lorsque le blanc présente une concentration mesurable et inférieure ou égale à 10 fois la limite de détection, ce résultat sera soustrait de la concentration des échantillons de la série. |
| Étalon d'extraction | Le pourcentage de récupération doit être entre 60 % et 140 %. |
| Duplicata | Les résultats sont acceptés à un écart de 30 % entre les 2 valeurs 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 plus de 80 % des composés. |
| Ajout dans l'échantillon | Les résultats doivent être entre 60 et 140 % pour plus de 80 % des produits dosés. |

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.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01. [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. [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf]

MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DE LA LUTTE CONTRE LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES. *Bilan des ventes de pesticides au Québec pour l'année 2014*. [<http://www.mddelcc.gouv.qc.ca/pesticides/bilan/>]