

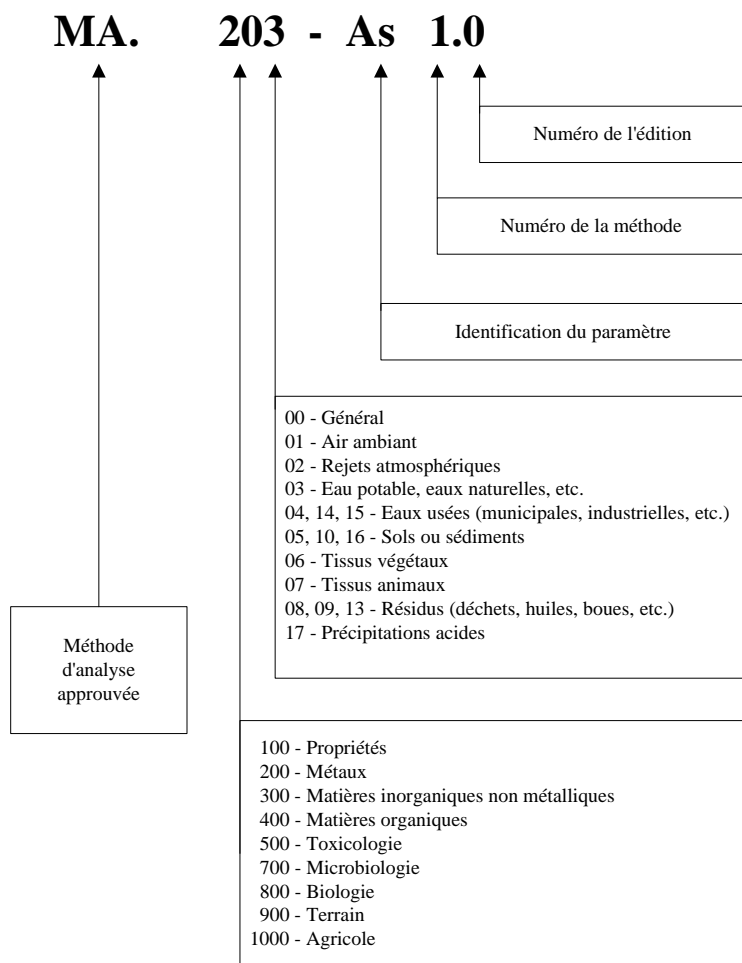
Méthode d'analyse



MA. 403 – Pest 3.1

Détermination des pesticides de type organophosphoré, triazine, carbamate et urée substituée dans l'eau : extraction avec C-18; dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse

Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est identifiée par l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. L'indice peut également être augmenté si une révision entraîne des modifications en profondeur. La date de révision d'une méthode est suivie d'un chiffre indiquant la révision en cours.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC,
Détermination des pesticides de type organophosphoré, triazine, carbamate et urée substituée dans l'eau : extraction avec C-18; dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse. MA. 403 – Pest. 3.1, Rév. 2, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2011, 19.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	6
3. FIABILITÉ	6
3.1. Interférence	7
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	7
5. APPAREILLAGE	7
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	8
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	16
7.1. Préparation de l'échantillon	16
7.2. Préparation de la solution étalon pour le dosage	17
7.3. Préparation de l'étalon contrôle	17
7.4. Dosage	18
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	18
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	19
10. BIBLIOGRAPHIE	19

INTRODUCTION

L'emploi des pesticides permet de lutter contre les organismes qui portent atteinte à la santé publique et qui s'attaquent aux ressources végétales et animales nécessaires à l'alimentation humaine ou qui interfèrent dans les procédés industriels. Presque tous les pesticides sont des produits organiques synthétiques.

Cette méthode d'analyse permet la détermination de 38 pesticides répartis selon les groupes suivants.

Groupe de pesticides	Paramètres
Herbicides de type triazine	Atrazine, cyanazine, dééthyl-atrazine, désisopropyl-atrazine, métribuzine, simazine
Herbicides de type urée substituée	Chloroxuron, diuron, linuron, tébuthiuron
Herbicides de type carbamate	Butilate, EPTC
Insecticides organophosphorés	Azinphos-méthyl, chlorfenvinphos, chlorpyriphos, diazinon, dichlorvos, diméthoate, disulfoton, fénitrothion, fonofos, malathion, méthidathion, mévinphos, parathion, parathion-méthyl, phorate, phosalone, terbufos
Insecticides de type carbamate	Carbaryl, carbofuran, bendiocarbe
Fongicides	Chlorothalonil, myclobutanil
Autres herbicides	Diméthénamide, métolachlore, trifluraline, 1-naphthol

Les principales sources de rejet dans l'environnement sont les industries productrices ou utilisatrices, le lessivage des terres agricoles ou la pulvérisation aérienne.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination des pesticides contenus dans le tableau qui suit (atrazine, azinphos-méthyl, bendiocarbe, butilate, carbaryl, carbofuran, chlorfenvinphos, chlorothalonil, chlorpyriphos, chloroxuron, cyanazine, dééthyl-atrazine, désisopropylatrazine, diazinon, dichlorvos, diméthénamide, diméthoate, disulfoton, diuron, EPTC, parathion, fénitrothion, fonofos, linuron, malathion, méthidathion, myclobutanil, 1-naphthol, parathion-méthyl, métolachlore, métribuzine, mévinphos, phorate, phosalone, simazine, tébuthiuron, terbufos et trifluraline) dans les eaux souterraines, les eaux de surface et l'eau potable.

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

Paramètres	Limite inférieure (µg/l)	Limite supérieure (µg/l)
Atrazine	0,02	0,5
Azinphos-méthyl	0,20	1,3
Bendiocarbe	0,05	0,7
Butilate	0,02	0,3
Carbaryl	0,07	1,7
Carbofuran	0,09	0,5
Chlorfenvinphos	0,05	0,7
Chlorothalonil	0,05	0,7
Chloroxuron	0,13	1,0
Chlorpyriphos	0,03	0,3

Paramètres	Limite inférieure (µg/l)	Limite supérieure (µg/l)
Cyanazine	0,05	0,5
Dééthyl-atrazine	0,03	0,4
Désisopropylatrazine	0,03	0,4
Diazinon	0,02	0,3
Dichlorvos	0,03	0,7
Diméthénamide	0,03	0,5
Diméthoate	0,04	0,4
Disulfoton	0,03	0,7
Diuron	0,24	3,6
EPTC	0,02	0,3
Fénitrothion	0,03	0,7
Fonofos	0,01	0,3
Linuron	0,07	1,0
Malathion	0,02	0,4
Méthidathion	0,02	0,7
Métolachlore	0,01	0,3
Métribuzine	0,02	0,5
Mévinphos	0,03	0,5
Myclobutanil	0,05	0,5
1-naphthol	0,03	0,7
Parathion	0,02	0,8
Parathion-méthyl	0,03	0,4
Phorate	0,03	0,9
Phosalone	0,04	0,4
Simazine	0,02	0,4
Tébuthiuron	0,29	2,1
Terbufos	0,05	0,5
Trifluraline	0,02	0,8

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

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Les pesticides sont extraits de l'échantillon par passage à travers une colonne de type octadécyle (C-18). Les pesticides retenus sur la colonne sont élués avec une solution d'acétate d'éthyle saturée d'eau. L'éluat recueilli est concentré à faible volume sous atmosphère 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. Les concentrations de pesticides contenues dans l'échantillon sont calculées en comparant les surfaces des pics des produits de l'échantillon aux surfaces obtenues avec des solutions étalons de concentrations connues.

3. FIABILITÉ

Les données de validation et de performance méthodologiques sont disponibles dans les documents qualité de la division de chimie organique.

3.1. INTERFÉRENCES

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 par l'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'acétate d'éthyle doivent être faites afin d'éliminer l'effet de mémoire.

4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant en verre d'une capacité de 500 ml exempt de contamination. Placer une feuille d'aluminium sur le goulot pour empêcher tout contact entre l'échantillon et le bouchon de plastique.

Conserver l'échantillon à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'extraction ne doit pas excéder 7 jours. Conserver l'extrait à environ -10 °C et analyser avant 40 jours.

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 Thermo finnigan, TRACE GC, muni d'un spectromètre de masse de modèle TRACE MS
 - 5.1.1 Échantillonneur automatique de marque Fisons Instrument, modèle A200S
- 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 (HP5MS de Hewlett Packard)
- 5.3. Colonne de type octadécyle (C-18) 1 gramme
- 5.4. Microbalance dont la sensibilité est de 0,01 mg
- 5.5. Pompe à vide
- 5.6. Support à extraction sous vide de marque Visiprep ou l'équivalent
- 5.7. Système d'évaporation sous jet d'argon
- 5.8. Micro-ordinateur servant à contrôler l'appareil et traiter les données de marque IBM

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les solvants utilisés sont de qualité pesticide ou l'équivalent. Les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité A.C.S., 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 ».

- 6.1. Acétate d'éthyle, $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ (CAS n° 141-78-6)
- 6.2. Isooctane, C_8H_{18} (CAS n° 540-84-1)
- 6.3. Méthanol, CH_3OH (CAS n° 7-56-1)
- 6.4. Atrazine, $\text{C}_8\text{H}_{14}\text{ClN}_5$ (CAS n° 1912-24-9)
- 6.5. Atrazine- d_5 , $\text{C}_8\text{H}_9\text{ClN}_5\text{-d}_5$ (CAS n° 1912-24-9)
- 6.6. Azinphos-méthyl, $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_3\text{O}_3\text{PS}_2$ (CAS n° 86-50-0)
- 6.7. Bendiocarbe, $\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{NO}_4$ (CAS n° 22781-23-3)
- 6.8. Butilate, $\text{C}_{11}\text{H}_{23}\text{NOS}$ (CAS n° 2008-41-5)
- 6.9. Carbaryl, $\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{NO}_2$ (CAS n° 63-25-2)
- 6.10. Carbofuran, $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{NO}_3$ (CAS n° 1563-66-2)
- 6.11. Chlorfenvinphos, $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{Cl}_3\text{O}_4\text{P}$ (CAS n° 470-90-6)
- 6.12. Chlorothalonil, $\text{C}_8\text{Cl}_4\text{N}_2$ (CAS n° 1897-45-6)
- 6.13. Chloroxuron, $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{ClN}_2\text{O}_2$ (CAS n° 1982-47-4)
- 6.14. Chlorpyriphos, $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{Cl}_3\text{NO}_3\text{PS}$ (CAS n° 2921-88-2)
- 6.15. Cyanazine, $\text{C}_9\text{H}_{13}\text{ClN}_6$ (CAS n° 21725-46-2)
- 6.16. Dééthyl-atrazine, $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{ClN}_5$ (CAS n° 37019162)
- 6.17. Désisopropylatrazine, $\text{C}_5\text{H}_8\text{ClN}_5$ (CAS n° 1007289)
- 6.18. Diazinon, $\text{C}_{12}\text{H}_{21}\text{O}_3\text{N}_2\text{PS}$ (CAS n° 333-41-5)
- 6.19. Dichlorvos, $\text{C}_4\text{H}_7\text{Cl}_2\text{O}_4\text{P}$ (CAS n° 62-73-7)
- 6.20. Diméthoate, $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{NO}_3\text{PS}_2$ (CAS n° 60-51-5)
- 6.21. Diméthénamide, $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{ClNO}_2\text{S}$ (CAS n° 87674-68-8)
- 6.22. Disulfoton, $\text{C}_8\text{H}_{19}\text{O}_2\text{PS}_3$ (CAS n° 298-04-4)

- 6.23. Diuron, $C_9H_{10}N_2OCl_2$ (CAS n° 330-54-1)
- 6.24. EPTC, $C_9H_{19}NOS$ (CAS n° 75909404)
- 6.25. Fénitrothion, $C_9H_{12}O_5NPS$ (CAS n° 122-14-5)
- 6.26. Fonofos, $C_{10}H_{15}OPS_2$ (CAS n° 944-22-9)
- 6.27. Linuron, $C_9H_{10}Cl_2N_2O_2$ (CAS n° 330-55-2)
- 6.28. Malathion, $C_{10}H_{19}O_6PS_2$ (CAS n° 121-75-5)
- 6.29. Malathion d₁₀, $C_{10}H_{19}O_6PS_2C_{10}H_9O_6PS_2-d_{10}$ (CAS n° 121-75-5)
- 6.30. Méthidathion, $C_6H_{11}N_2O_4PS_3$ (CAS n° 950-37-8)
- 6.31. Parathion-méthyl, $C_8H_{10}NO_5PS$ (CAS n° 298-00-0)
- 6.32. Métolachlore, $C_{15}H_{22}ClNO_2$ (CAS n° 52218-45-2)
- 6.33. Métribuzine, $C_8H_{14}N_4OS$ (CAS n° 21087-64-9)
- 6.34. Mévinphos, $C_7H_{13}O_6P$ (CAS n° 7786-34-7)
- 6.35. Myclobutanil, $C_{15}H_{17}ClN_4$ (CAS n° 88671-89-0)
- 6.36. 1-naphthol, $C_{10}H_8O$ (CAS n° 90-15-3)
- 6.37. Parathion, $C_{10}H_{14}NO_5PS$ (CAS n° 56-38-2)
- 6.38. Phorate, $C_7H_{17}O_2PS_3$ (CAS n° 298-02-2)
- 6.39. Phosalone, $C_{12}H_{15}ClNO_4PS_2$ (CAS n° 2310-17-0)
- 6.40. Simazine, $C_7H_{12}ClN_5$ (CAS n° 122-34-9)
- 6.41. Tébutiuron, $C_9H_{16}N_4OS$ (CAS n° 34014-18-1)
- 6.42. Terbufos, $C_9H_{21}O_2PS_3$ (CAS n° 13071-79-9)
- 6.43. Trifluraline, $C_{13}H_{16}N_3O_4F_3$ (CAS n° 1582-09-8)
- 6.44. Solution commerciale de 100 ppm de Chlorpyriphos-diéthyl-d₁₀, $C_9H_{11}Cl_3NO_3PSC_9H_1Cl_3NO_3PS-d_{10}$ (CAS n° 2921-88-2)
- 6.45. Solution commerciale de 100 ppm de trifluraline-DI-n-propyl-d₁₄, $C_{13}H_2F_3N_3O_4-d_{14}$ (CAS n° 1582-09-8)
- 6.46. Sulfate de sodium, Na_2SO_4 (CAS n° 7757-82-6)

6.47. Solution de sulfate de sodium de 151 g/l

Dissoudre 151 g de Na_2SO_4 , qui a été préalablement traité au four à 700 °C toute la nuit, dans environ 500 ml d'eau. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.48. Solution d'éluion

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire 10 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'acétate d'éthyle. Agiter et laisser décanter 30 minutes avant de l'utiliser.

NOTE – Pour les numéros 6.49 à 6.88, cette solution se conserve pendant une période d'environ 3 ans dans un contenant opaque à la température de -10 °C.

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

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

6.50. Solution étalon d'atrazine- d_5 de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g d'atrazine- d_5 dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle, dégazer dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Dissoudre 0,0100 g de carbofuran dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle, dégazer 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.

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

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

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

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

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

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

6.59. Solution étalon de chlorpyriphos de 100 mg/l*

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

* 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.

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

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

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

6.67. Solution étalon de disulfoton de 100 mg/l*

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Dissoudre 0,0100 g de malathion dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle, dégazer 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.

6.75. Solution étalon de malathion-d₁₀, de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de malathion-d₁₀ dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle, dégazer dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Dissoudre 0,0100 g de phorate dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle, dégazer 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.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

6.89. Solution étalon de calibration

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 (cf. 6.2).

Paramètres	Concentration initiale (mg/l)	Volume utilisé (ml)	Concentration finale (µg/l)
Atrazine	100	0,4	800
Azinphos-méthyl	100	1,0	2 000
Bendiocarbe	100	0,5	1 000
Butilate	100	0,25	500
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
Chlorpyrifos	100	0,3	600
Cyanazine	100	0,4	800
Dééthyl-atrazine	100	0,3	600
Désisopropylatrazine	100	0,3	600
Diazinon	100	0,2	400
Dichlorvos	100	0,5	1 000

* 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.

Paramètres	Concentration initiale (mg/l)	Volume utilisé (ml)	Concentration finale (µg/l)
Diméthénamide	100	0,4	800
Diméthoate	100	0,3	600
Disulfoton	100	0,5	1 000
Diuron	100	2,8	5 600
EPTC	100	0,2	400
Fénitrothion	100	0,5	1 000
Fonofos	100	0,2	400
Linuron	100	0,8	1 600
Malathion	100	0,3	600
Méthidathion	100	0,5	1 000
Métolachlore	100	0,2	400
Métribuzine	100	0,4	800
Mévinphos	100	0,4	800
Myclobutanil	100	0,4	800
1-naphthol	100	0,5	1 000
Parathion	100	0,6	1 200
Parathion-méthyl	100	0,3	600
Phorate	100	0,7	1 400
Phosalone	100	0,3	600
Simazine	100	0,3	600
Tébuthiuron	100	2,1	4 200
Terbufos	100	0,4	800
Trifluraline	100	0,6	1 200

6.90. Solution étalon d'injection

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

Paramètres	Concentration initiale (mg/l)	Volume utilisé (ml)	Concentration finale (µg/l)
Chlorpyrifos-d-10 (cf. 6.44)	100	0,75	3000
Trifluraline-d-14 (cf. 6.45)	100	1,5	6000

6.91. Solution étalon d'extraction

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

Paramètres	Concentration initiale (mg/l)	Volume utilisé (ml)	Concentration finale (µg/l)
Atrazine-d ₅ (cf. 6.5)	100	0,75	3 000
Malathion-d- ₁₀ (cf. 6.75)	100	0,75	3000

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

- a) Mesurer 150 ml d'échantillon.
- b) Préparer une solution témoin en mesurant 150 ml d'eau purifiée.
- c) Ajouter 1 ml de la solution Na₂SO₄ (cf. 6.47) et 15 µl de la solution étalon d'extraction (cf. 6.91) à chaque échantillon, au témoin et à l'échantillon de contrôle.
- d) Nettoyer chaque colonne C-18 (1 g) à l'aide de 1 portion de 6 ml d'acétate d'éthyle (cf. 6.1) en maintenant un vide, permettant une vitesse d'élution d'environ 5 ml/min.

NOTE – Laisser sécher quelques minutes.

- e) Conditionner chaque colonne C-18 (1 g) à l'aide de 3 portions successives de 6 ml de méthanol (cf. 6.3) suivi de 2 portions successives de 6 ml d'eau en maintenant une vitesse d'élution d'environ 5 ml/min.

NOTE – Ne pas laisser sécher l'absorbant avant l'étape suivante.

- f) Faire passer l'échantillon à travers la colonne C-18 (1 g) en maintenant une vitesse d'élution d'environ 5 ml/min.
- g) Traiter de la même façon l'échantillon témoin ainsi que les échantillons de contrôle.
- h) Laver la colonne C-18 (1 g) avec une portion de 6 ml d'eau.

NOTE – Laisser sécher légèrement et s'assurer que les parois de la colonne sont sèches.

- i) Sécher la colonne sous jet d'argon jusqu'à sec, pendant environ 45 à 90 minutes.

NOTE – Moins il y a de colonnes, plus le séchage est efficace.

- j) Agiter la solution d'élution (cf.6.48) et laisser décanter pendant au moins **30 minutes** avant de l'utiliser.

NOTE - Prendre soin de recueillir l'éluant en surface.

- k) Étalonner des tubes à centrifugation de 5 ml à 0,15 ml avec de l'isooctane (cf. 6.2).

- l) Éluer les pesticides retenus sur la colonne C-18 (1 g) avec 1 portion de 2,5 ml de la solution d'éluat (cf.6.48). L'éluat est poussé lentement à travers la colonne à l'aide d'une légère pression positive obtenue au moyen d'une seringue.
- m) Recueillir l'éluat dans un tube à centrifugation en verre gradué de 5 ml préétalonné à 0,15 ml. Ajouter 150 µl d'isooctane.

Le volume recueilli est d'environ 1,5 ml; une partie de l'éluat a servi à humecter l'adsorbant.

- n) Concentrer l'éluat recueilli à approximativement 0,135 ml très rapidement sous un jet d'argon dans un bain-marie à environ 35 °C.

NOTE - Éviter d'évaporer à sec car des pertes importantes seront observées.

Ajouter 15 µl de la solution étalon d'injection (cf. 6.90) et jauger 150 µl avec de l'isooctane (cf. 6.2).

Transférer l'extrait dans un vial conique en verre pour le dosage.

NOTE – S'il y a présence d'un dépôt blanc ou d'un « nuage » dans l'extrait, laisser décanter au congélateur une nuit avant le transfert.

7.2. PRÉPARATION DE LA SOLUTION ÉTALON POUR LE DOSAGE

Dans un vial conique de 0,8 ml, ajouter les solutions suivantes :

- 250 µl de la solution étalon de calibration (cf. 6.89)
- 50 µl de la solution étalon d'extraction (cf. 6.91)
- 50 µl de la solution étalon d'injection (cf. 6.90)
- 150 µl d'isooctane

7.3. PRÉPARATION DE L'ÉTALON CONTRÔLE

Dans un vial conique de 0,8 ml, ajouter les solutions suivantes :

- 250 µl de la solution étalon de contrôle
- 50 µl de la solution étalon d'extraction (cf. 6.91)
- 50 µl de la solution étalon d'injection (cf. 6.90)
- 150 µl d'isooctane

NOTE – La solution étalon de contrôle est préparée par un groupe de vérification externe.

7.4. DOSAGE

- Analyser les solutions étalons et les échantillons avec un chromatographe en phase gazeuse muni d'un spectromètre de masse, en mode de balayage des ions.

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.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats sont exprimés en µg/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 organophosphorés contenus dans l'échantillon (µg/l);
- A_x : aire du composé d'intérêt dans la solution dosée (échantillon);
- C_{is} : concentration de l'étalon d'injection dans l'échantillon (µg/l);
- A_{is} : aire de l'étalon d'injection dans l'échantillon;
- R_f : facteur de réponse de la solution étalon;
- V_i : volume initial (l);
- V_f : volume final (ml);
- 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 (µg/l);
- A_{ise} : aire de l'étalon d'injection dans la solution étalon;
- C_s : concentration du composé d'intérêt dans la solution étalon (µg/l).

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	Pour 80 % des composés, la valeur obtenue doit être à l'intérieur de l'intervalle de ± 2 écarts types calculés à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour les échantillons de contrôle, ou être à l'intérieur de l'intervalle : valeur moyenne ± 30 %.
Duplicata	Les résultats sont acceptés à un écart de 40 % entre les 2 valeurs.
Étalon contrôle	Pour 80 % des composés, le résultat doit être à ± 30 % de la valeur attendue.
Blanc	Lorsque le blanc présente une concentration mesurable et inférieure ou égale à 10 fois la limite de détection (LDM), ce résultat est soustrait de la concentration des échantillons de la série.
Étalon d'extraction	Le pourcentage de récupération de chaque étalon doit être entre 60 % et 130 %.
Solution étalon	Un écart de 25 % est accepté entre les valeurs de la nouvelle et l'ancienne solution étalon.
Ajout dosé	La récupération doit être comprise entre 60 et 120 % pour 80 % des composés.

10. BIBLIOGRAPHIE

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Guide des bonnes pratiques de laboratoire en chimie organique*, DR-09-COS-001, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [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, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf]