

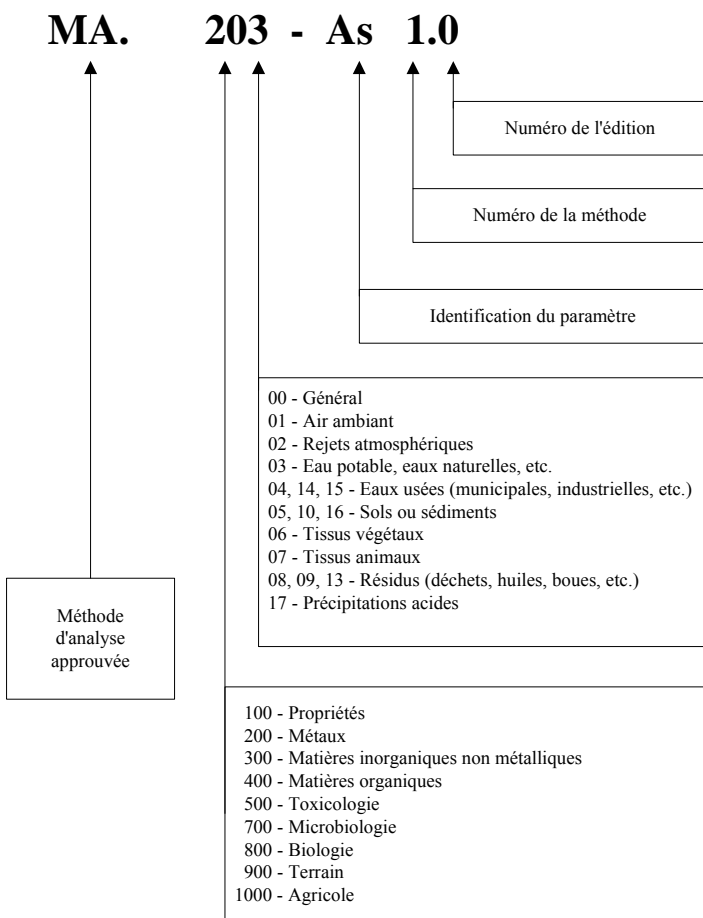
Méthode d'analyse



MA. 400 – COSV 1.0

Détermination des composés organiques semi-volatils
dans l'eau et les sols : 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 composés organiques semi-volatils dans l'eau et les sols : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse, Rév. 1,
MA. 400 – COSV 1.0, Ministère du Développement durable, de l'Environnement, de la Faune et des Parcs du Québec, 2013, 16 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@mddefp.gouv.qc.ca

© Gouvernement du Québec, 2013

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. INTERFÉRENCE	6
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	6
5. APPAREILLAGE	6
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	6
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	10
7.1. Préparation de la verrerie	10
7.2. Extraction pour l'eau potable, l'eau de surface et l'eau souterraine	10
7.3. Extraction pour les eaux usées	12
7.4. Extraction pour les sols	13
7.5. Dosage	14
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	15
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	15
10. BIBLIOGRAPHIE	16

INTRODUCTION

L'expression « composé organique semi-volatile » sert à désigner une gamme de composés membres de plusieurs familles telles que les composés aliphatiques halogènes (hexachlorobutadiène, etc.), les composés aromatiques monocycliques (chlorobenzène, etc.) et certains composés aromatiques polycycliques (naphtalène, etc.).

Les principales sources de rejet de ces composés sont surtout associées à des sources anthropiques. Ces composés ont de nombreuses applications industrielles (agents de nettoyage à sec, fabrication de plastiques, textiles, agents de dégraissage, propulsifs, réfrigérants, etc.), agricoles (fumigants, nématicides, etc.) et domestiques (emballage des aliments, arômes artificiels, etc.).

Peu de données sont disponibles sur la biodégradation, la photolyse, l'hydrolyse et l'oxydation de ces composés. Il existe peu de doute dans la documentation pertinente en ce qui concerne le pouvoir cancérigène et tératogène de certains hydrocarbures halogènes chez l'humain. Cependant, il existe peu de preuves épidémiologiques ou cliniques.

Cette méthode offre des perspectives intéressantes pour une approche de dépistage de contaminants organiques. Elle produit des résultats moins précis que les méthodes spécifiques, mais elle permet d'analyser plusieurs familles de composés simultanément. De plus, l'identification de composés inconnus peut être effectuée sur le même échantillon simultanément lors de l'analyse.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination des composés organiques semi-volatils dans l'eau potable, l'eau de surface, l'eau souterraine, les eaux usées et les sols.

Le domaine d'application se situe entre 0,05 et 20 µg/l pour l'eau potable, les eaux de surface et les eaux souterraines, entre 1 et 200 µg/l pour les eaux usées et entre 10 et 2 000 µg/kg pour les sols.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Les composés organiques semi-volatils sont extraits par quatre extractions liquide-liquide successives au dichlorométhane. Les deux premières extractions s'effectuent au $\text{pH} \leq 2$, les deux suivantes au $\text{pH} \geq 11$. Le solvant est évaporé. Une étape de purification est ajoutée pour les eaux usées et les sols. Le solvant est remplacé par de l'acétate d'éthyle. Les composés organiques semi-volatils sont analysés par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse.

La concentration des composés organiques semi-volatils est obtenue par la méthode de calcul des étalons internes.

3. INTERFÉRENCE

Les impuretés provenant de la verrerie utilisée risquent de causer des problèmes majeurs. Il est recommandé de faire l'analyse d'une solution témoin pour vérifier s'il y a contamination de celle-ci.

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de verre exempt de contaminants. Conserver l'échantillon à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'extraction ne doit pas excéder 14 jours pour les eaux et les sols. Pour les sols, le délai est de 180 jours si l'échantillon est congelé.

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, modèle 6890N, couplé à un spectromètre de masse de type quadropôle, modèle 5973 d'Agilent
- 5.2. Injecteur automatique Agilent
- 5.3. Colonne chromatographique capillaire d'une longueur de 30 m x 0,25 mm Di, de type HP-5MS, dont la phase est d'une épaisseur de 0,25 µm
- 5.4. Système d'évaporation rotatif
- 5.5. Système d'évaporation sous jet d'argon

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 charbon activé et filtrée sur une membrane de 0,2 mm.

- 6.1. Acétone, (CH₃)₂CO (CAS n° 67-64-1)
- 6.2. Dichlorométhane, CH₂Cl₂ (CAS n° 75-09-2)
- 6.3. Acétate d'éthyle, CH₃CO₂C₂H₅ (CAS n° 141-78-6)
- 6.4. Sulfate de sodium, Na₂SO₄ (CAS n° 7757-82-6)
- 6.5. Chlorure de sodium, NaCl (CAS n° 7647-14-5)

6.6. Acide sulfurique 10 N, H₂SO₄ (CAS n° 7664-93-9)

6.7. Hydroxyde de sodium 10 N, NaOH (CAS n° 1310-73-2)

6.8. Solution étalon d'un mélange base-neutre n° 1 de 2 000 µg/ml

Bis(2-chloroéthoxy)méthane	Diéthylphtalate
Bis(2-chloroéthyl)éther	Diméthylphtalate
Bis(2-éthylhexyl)phtalate	Di-n-butyl phtalate
Bis(2-chloroisopropyl)éther	Di-n-octyl phtalate
4-bromophénylphényléther	N-nitrosodiméthylamine
Butylbenzylphtalate	N-nitrosodi-n-propylamine
4-chlorophénylphényléther	N-nitrosodiphénylamine

6.9. Solution étalon d'un mélange base-neutre n° 2 de 2 000 µg/ml

Azobenzène	Hexachlorobenzène
Carbazole	Hexachlorobutadiène
2-chloronaphtalène	Hexachlorocyclopentadiène
1,2-dichlorobenzène	Hexachloroéthane
1,3-dichlorobenzène	Isophorone
1,4-dichlorobenzène	Nitrobenzène
2,4-dinitrotoluène	1,2,4-trichlorobenzène
2,6-dinitrotoluène	

6.10. Solution étalon d'un mélange de substances dangereuses n° 1 de 2 000 µg/ml

Acide benzoïque	4-méthylphénol
2-méthylphénol	2,4,5-trichlorophénol

6.11. Solution étalon d'un mélange de substances dangereuses n° 2 de 2 000 µg/ml

Aniline	2-méthylnaphtalène
Benzyl alcool	2-nitroaniline
4-chloroaniline	3-nitroaniline
Dibenzofurane	4-nitroaniline

6.12. Solution étalon d'un mélange d'hydrocarbures aromatiques polycycliques de 2 000 µg/ml

Acénaphthène	Chrysène
Acénaphthylène	Dibenzo(a,h)anthracène
Anthracène	Fluoranthène
Benzo(a)anthracène	Fluorène
Benzo(b)fluoranthène	Indéno(1,2,3-cd)pyrène
Benzo(k)fluoranthène	Naphtalène
Benzo(g,h,i)pérylène	Phénanthrène
Benzo(a)pyrène	Pyrène

6.13. Solution étalon d'un mélange de phénols de 500 à 2 500 µg/ml

4-chloro-3-méthylphénol	2 500
2-chlorophénol	500
2,4-dichlorophénol	500
2,4-diméthylphénol	500
2,4-dinitrophénol	2 500
4,6-dinitro-2-méthylphénol	2 500
2-nitrophénol	500
4-nitrophénol	2 500
Pentachlorophénol	2 500
Phénol	500
2,4,6-trichlorophénol	1 500

6.14. Solution étalon d'un mélange de composés supplémentaires de 2 000 µg/ml

Pentachloroéthane	Pentachloronitrobenzene
α,α-dichlorotoluène (dichlorométhylbenzène)	3,3'-dichlorobenzidine
Hexachloropropène	4,4'-méthylènebis(2-chloroaniline)

6.15. Solution étalon de TNT 1 000 µg/ml (CAS n° 118-96-7)

6.16. Solution étalon d'extraction 1 de 4 000 µg/ml

2-fluorophénol	2,4,6-tribromophénol
Phénol-d ₆	2-fluorobiphényle
4-terphényl-d ₁₄	Nitrobenzène-d ₅

6.17. Solution étalon d'extraction 2 de 3,3'-dichlorobenzidine (diphényle-d₆) (CAS n° 91-94-1)

6.18. Solution étalon d'un mélange d'injection de 2 000 µg/ml

Acénaphthène-d ₁₀	Naphtalène-d ₈
Chrysène-d ₁₂	Pérylène-d ₁₂
1,4-dichlorobenzène-d ₄	Phénanthrène-d ₁₀

6.19. Sulfate de sodium anhydre, Na₂SO₄

Traiter le Na₂SO₄ en le chauffant à environ 650 °C pendant une nuit, laisser refroidir à la température ambiante et conserver dans un contenant de verre.

6.20. Chlorure de sodium, NaCl

Traiter le NaCl en le chauffant à environ 650 °C pendant une nuit, laisser refroidir à la température ambiante et conserver dans un contenant de verre.

6.21. Solution étalon d'un mélange de composés semi-volatils de 80 à 400 µg/ml

Dans un volume final de 25 ml d'acétate d'éthyle, ajouter ces volumes :

1,0 ml de chacune des ampoules des solutions étalons de 2 000 µg/ml suivantes :
base neutre n° 1 (cf. 6.8)
base neutre n° 2 (cf. 6.9)
substances dangereuses n° 1 (cf. 6.10)
hydrocarbures aromatiques polycycliques (cf. 6.12)
2,0 ml de solution étalon de 2 000 µg/ml de substances dangereuses n° 2 (cf. 6.11)
4,0 ml de solution étalon de 500 à 2 500 µg/ml de phénols (cf. 6.13)

6.22. Solution étalon n° 1 d'un mélange de composés semi-volatils de 5 à 25 µg/ml

Dans un volume final de 10 ml d'acétate d'éthyle, ajouter 625 µl de la solution étalon d'un mélange de composés semi-volatils de 80 à 400 µg/ml (cf. 6.21).

6.23. Solution étalon n° 2 d'un mélange de composés semi-volatils supplémentaires de 50 et 100 µg/ml

Dans volume final de 10 ml d'acétate d'éthyle, ajouter ces volumes :

1 ml de la solution étalon d'un mélange de semi-volatils de 1 000 µg/ml (cf. 6.14)
0,5 ml de la solution étalon de TNT de 1 000 µg/ml (cf. 6.15)

6.24. Solution étalon n° 2 d'un mélange de composés semi-volatils supplémentaires de 5 et 10 µg/ml

Dans volume final de 10 ml d'acétate d'éthyle, ajouter 1 ml de la solution étalon n° 2 d'un mélange de composés semi-volatils supplémentaires de 50 et 100 µg/ml (cf. 6.23).

6.25. Solution étalon d'injection de 100 µg/ml

Dans volume final de 10 ml d'acétate d'éthyle, ajouter 0,5 ml de la solution étalon d'injection de 2 000 µg/ml (cf. 6.18).

6.26. Solution étalon d'injection de 10 µg/ml

Dans volume final de 10 ml d'acétate d'éthyle, ajouter 1 ml de la solution étalon d'injection de 200 µg/ml (cf. 6.25).

6.27. Solution étalon d'extraction n° 1 de 200 µg/ml

Dans volume final de 10 ml d'acétate d'éthyle, ajouter 0,5 ml de la solution étalon du mélange d'injection de 4 000 µg/ml (cf. 6.16).

6.28. Solution étalon d'extraction n° 1 de 10 µg/ml

Dans volume final de 10 ml d'acétate d'éthyle, ajouter 0,5 ml de la solution étalon du mélange d'injection de 200 µg/ml (cf. 6.27).

6.29. Solution étalon d'extraction n° 2 [3,3-dichlorobenzidine(diphényle-d₆)] de 103,5 µg/ml

Dans volume final de 10 ml d'acétate d'éthyle, ajouter 1,035 mg du 3,3'-dichlorobenzidine (diphényle-d₆) (cf. 6.17).

6.30. Solution étalon d'extraction n° 2 [3,3-dichlorobenzidine(diphényle-d₆)] de 28,1 µg/ml

Dans volume final de 10 ml d'acétate d'éthyle, ajouter 2,71 ml de la solution étalon du mélange d'injection de 103,5 µg/ml (cf. 6.29).

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 LA VERRERIE

Toute la verrerie doit être rincée à l'acétone deux fois, puis rincée deux fois successivement avec du dichlorométhane avant l'utilisation. Utiliser des ampoules d'extraction en téflon et des entonnoirs de filtration en verre (Büchner en verre).

7.2. EXTRACTION POUR L'EAU POTABLE, L'EAU DE SURFACE ET L'EAU SOUTERRAINE

Préparation des échantillons, du blanc et de l'ajout :

Blanc	500 ml d'eau ultrapure 90 ml de NaCl 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 1 de 10 µg/ml (cf. 6.28) 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 2 de 28,1 µg/ml (cf. 6.30)
Ajout	500 ml d'eau ultrapure 90 ml de NaCl 50 µl de la solution étalon n° 1 de composés semi-volatils de 5 à 25 µg/ml (cf. 6.22) 50 µl de la solution étalon n° 2 (composés supplémentaires) de 10 µg/ml (cf. 6.24) 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 1 de 10 µg/ml (cf. 6.28) 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 2 de 28,1 µg/ml (cf. 6.30)

Échantillon et échantillon de contrôle de la qualité	500 ml de l'échantillon 90 ml de NaCl 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 1 de 10 µg/ml (cf. 6.28) 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 2 de 28,1 µg/ml (cf. 6.30)
--	--

Extraction :

- Ajuster le pH ≤ 2 à l'aide de la solution de H₂SO₄ 10 N (1 ml). Vérifier le pH.
- Extraire avec 60 ml de dichlorométhane.
- Agiter mécaniquement pendant 10 minutes et laisser les deux phases se séparer.
- Mouiller le Na₂SO₄ avec du dichlorométhane. Assécher la phase organique en la faisant passer sur le Na₂SO₄ et recueillir dans un ballon de 500 ml. Répéter l'extraction en milieu acide.
- Ajuster le pH ≥ 11 à l'aide de l'hydroxyde de sodium 10 N (1,5 ml). Vérifier le pH.
- Ajouter 60 ml de dichlorométhane. Extraire selon la même procédure.
- Répéter l'extraction en milieu basique.
- Évaporer l'extrait à environ 2 ml sur l'évaporateur rotatif (préalablement ajusté à 30 °C).
- Transférer dans un tube à centrifugation de 15 ml (préétalonné à 0,5 ml) en rinçant le ballon avec le dichlorométhane.
- Évaporer l'extrait contenu dans le tube de 15 ml sous un jet d'argon jusqu'à un volume de 0,5 ml dans un bain d'eau à la température de 30 °C.
- Effectuer le changement de solvant en ajoutant 0,51 ml d'acétate d'éthyle. Évaporer et jauger à 0,5 ml.
- Ajouter 50 µl de la solution étalon d'injection de 10 µg/ml (cf. 6.26) et agiter.
- Préparer la solution étalon pour le dosage :

50 µl de la solution étalon n° 1 de composés semi-volatils de 5 à 25 µg/ml (cf. 6.22) 50 µl de la solution étalon n° 2 (composés supplémentaires) de 10 µg/ml (cf. 6.24) 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 1 de 10 µg/ml (cf. 6.28) 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 2 de 28,1 µg/ml (cf. 6.30) Compléter à 0,5 ml Ajouter 50 µl de la solution étalon d'injection de 10 µg/ml (cf. 6.26) et agiter

7.3. EXTRACTION POUR LES EAUX USÉES

Préparation des échantillons, des blancs et de l'ajout :

Blanc réactif	500 ml d'eau ultrapure 90 ml de NaCl 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 1 de 10 µg/ml (cf. 6.28) 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 2 de 28,1 µg/ml (cf. 6.30)
Blanc	50 ml d'eau usée 450 ml d'eau ultrapure 90 ml de NaCl 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 1 de 10 µg/ml (cf. 6.28) 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 2 de 28,1 µg/ml (cf. 6.30)
Ajout	50 ml d'eau usée 450 ml d'eau ultrapure 90 ml de NaCl 50 µl de la solution étalon n° 1 de composés semi-volatils de 5 à 25 µg/ml (cf. 6.22) 50 µl de la solution étalon n° 2 (composés supplémentaires) de 10 µg/ml (cf. 6.24) 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 1 de 10 µg/ml (cf. 6.28) 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 2 de 28,1 µg/ml (cf. 6.30)
Échantillon et échantillon de contrôle de la qualité	50 ml de l'échantillon 450 ml d'eau de source ou d'eau ultrapure 90 ml de NaCl 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 1 de 10 µg/ml (cf. 6.28) 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 2 de 28,1 µg/ml (cf. 6.30)

- Ajuster le pH ≤ 2 à l'aide de la solution de H₂SO₄ 10 N (1 ml). Vérifier le pH.
- Extraire avec 60 ml de dichlorométhane.
- Agiter mécaniquement pendant 10 minutes et laisser les deux phases se séparer.
- Mouiller le Na₂SO₄ avec du dichlorométhane. Assécher la phase organique en la faisant passer sur le Na₂SO₄ et recueillir dans un ballon de 500 ml. Répéter l'extraction en milieu acide.
- Ajuster le pH ≥ 11 à l'aide de l'hydroxyde de sodium 10 N (1,5ml). Vérifier le pH.
- Ajouter 60 ml de dichlorométhane. Extraire selon la même procédure.
- Répéter l'extraction en milieu basique.
- Évaporer l'extrait à environ 2 ml sur l'évaporateur rotatif (préalablement ajusté à 30 °C) en n'effectuant aucun transfert de solvant.

- Purifier les extraits sur des colonnes de silice de 0,5 g (3 ml) préalablement rincées à l'acétone et au dichlorométhane. Recueillir l'extrait dans des tubes à centrifugation de 15 ml (préétalonnés à 0,5 ml) en rinçant la colonne avec du dichlorométhane.
- Évaporer l'extrait contenu dans le tube de 15 ml sous un jet d'argon jusqu'à un volume de 0,5 ml dans un bain d'eau à la température de 30 °C.
- Effectuer le changement de solvant en ajoutant 0,51 ml d'acétate d'éthyle. Évaporer et jauger à 0,5 ml.
- Ajouter 50 µl de la solution étalon d'injection de 10 µg/ml (cf. 6.26) et agiter.
- Préparer les solutions étalons de composés semi-volatils pour le dosage :
- Préparer la solution étalon pour le dosage.

50 µl de la solution étalon n° 1 de composés semi-volatils de 5 à 25 µg/ml (cf. 6.22)
50 µl de la solution étalon n° 2 (composés supplémentaires) de 10 µg/ml (cf. 6.24)
50 µl de la solution étalon d'extraction n° 1 de 10 µg/ml (cf. 6.28)
50 µl de la solution étalon d'extraction n° 2 de 28,1 µg/ml (cf. 6.30)
Compléter à 0,5 ml
Ajouter 50 µl de la solution étalon d'injection de 10 µg/ml (cf. 6.28) et agiter

7.4. EXTRACTION POUR LES SOLS

Préparation des échantillons, des blancs et de l'ajout :

Blanc réactif	5 ml d'acétone Ajouter une quantité représentative de Na ₂ SO ₄ 100 µl de la solution étalon d'extraction n° 1 de 10 µg/ml (cf. 6.28) 100 µl de la solution étalon d'extraction n° 2 de 28,1 µg/ml (cf. 6.30)
Blanc	10 g de sol 5 ml d'acétone Ajouter suffisamment de Na ₂ SO ₄ pour absorber l'eau contenue dans le sol 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 1 de 10 µg/ml (cf. 6.28) 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 2 de 28,1 µg/ml (cf. 6.30)
Ajout	10 g de sol 5 ml d'acétone Ajouter suffisamment de Na ₂ SO ₄ pour absorber l'eau contenue dans le sol 100 µl de la solution étalon n° 1 de composés semi-volatils de 5 à 25 µg/ml (cf. 6.22) 100 µl de la solution étalon n° 2 (composés supplémentaires) de 10 µg/ml (cf. 6.24) 100 µl de la solution étalon d'extraction n° 1 de 10 µg/ml (cf. 6.28) 100 µl de la solution étalon d'extraction n° 2 de 28,1 µg/ml (cf. 6.30)

Échantillon et / échantillon de contrôle de la qualité	10 g de sol 5 ml d'acétone Ajouter suffisamment de Na ₂ SO ₄ pour absorber l'eau contenue dans le sol 100 µl de la solution étalon d'extraction n° 1 de 10 µg/ml (cf. 6.28) 100 µl de la solution étalon d'extraction n° 2 de 28,1 µg/ml (cf. 6.30)
--	---

- Extraire pendant 40 minutes avec environ 120 ml de dichlorométhane. S'assurer de bien recouvrir le sol de solvant.
- Filtrer le dichlorométhane sur un filtre GFC. Tout le système, incluant le filtre, doit avoir été préalablement rincé 2 fois à l'acétone et 2 fois au dichlorométhane.
- Répéter l'extraction avec 120 ml de dichlorométhane pendant 20 minutes et filtrer sur un filtre GFC.
- Transférer le solvant d'extraction dans un ballon et évaporer l'extrait à environ 2 ml sur l'évaporateur rotatif (préalablement ajusté à 30 °C).
- Purifier les extraits sur des colonnes de silice de 0,5 g (3 ml) préalablement rincées à l'acétone et au dichlorométhane dans des tubes à centrifugation de 15 ml (préétalonné à 1 ml) en rinçant la colonne avec du dichlorométhane.
- Évaporer l'extrait contenu dans le tube de 15 ml sous un jet d'argon jusqu'à un volume de 1 ml dans un bain d'eau à la température de 30 °C.
- Effectuer le changement de solvant en ajoutant 1,1 ml d'acétate d'éthyle. Évaporer et jauger à 1 ml.
- Ajouter 100 µl de la solution étalon d'injection de 10 µg/ml (cf. 6.26) et agiter.
- Préparer les solutions étalons de composés semi-volatils pour le dosage :

50 µl de la solution étalon n° 1 de composés semi-volatils de 5 à 25 µg/ml (cf. 6.22) 50 µl de la solution étalon n° 2 (composés supplémentaires) de 10 µg/ml (cf. 6.24) 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 1 de 10 µg/ml (cf. 6.28) 50 µl de la solution étalon d'extraction n° 2 de 28,1 µg/ml (cf. 6.30) Compléter à 0,5 ml Ajouter 50 µl de la solution étalon d'injection de 10 µg/ml (cf. 6.28) et agiter

- Déterminer le pourcentage d'humidité sur le sol.

7.5. DOSAGE

- Analyser les solutions étalons et les échantillons par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse dans le 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 sur la qualité de la division de chimie organique.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

Les résultats sont exprimés en µg/l de chacun des composés organiques semi-volatils d'après l'équation suivante :

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

où

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

où

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

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

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

Élément de contrôle	Critère d'acceptabilité
Matériaux de référence	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 ces échantillons de contrôle ou à ± 50 % de la valeur attendue pour 80 % des composés.
Duplicata	Les résultats sont acceptés à un écart de 50 % entre les 2 valeurs.

Élément de contrôle	Critère d'acceptabilité
Ajout dosé	Le résultat doit être à l'intérieur de l'intervalle suivant : valeur attendue $\pm 25\%$ pour 80 % des composés.
Étalon contrôle	Les résultats sont acceptés à un écart de 50 % entre les 2 valeurs.
Blanc	Lorsqu'il y a un résultat positif pour des composés, il est soustrait du résultat des échantillons.
Étalon d'extraction	Le pourcentage de récupération doit être entre 40 et 120 %. Cependant, 4 composés sur 5 peuvent être acceptables.
Solution étalon	Un écart de 30 % est accepté entre les valeurs de la nouvelle et de l'ancienne solution étalon.

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]

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. *Methods for the Determination of Organic Compounds in Finished Drinking Water*, PB89-220461, p. 325-356, 1992.

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. *Test Methods for Evaluating Solid Waste*, SW-846, PB89-148076, 1984.