

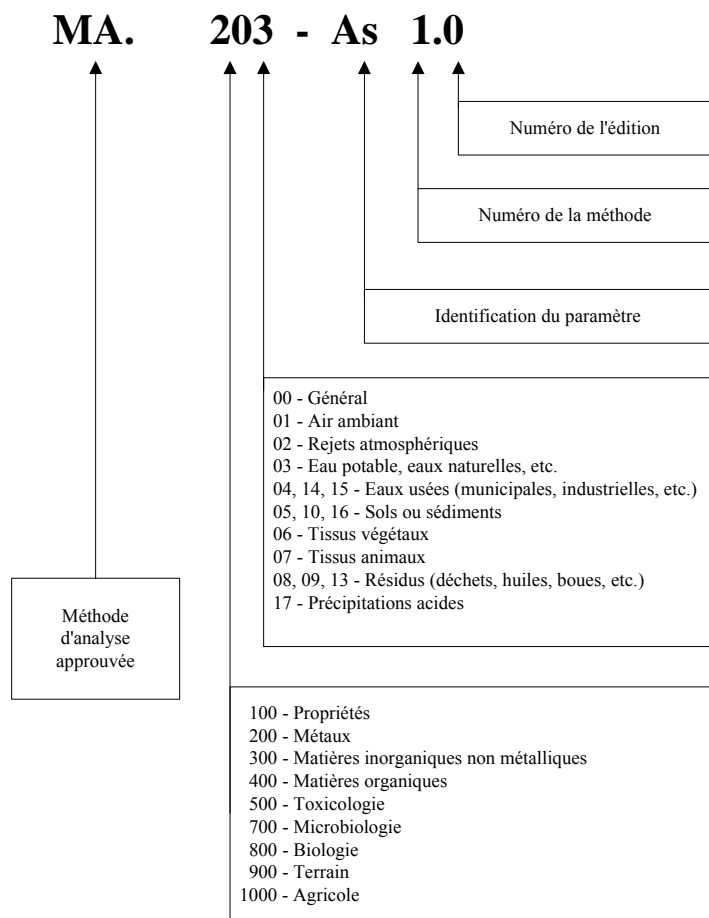
Méthode d'analyse



MA. 403 – P. Ocl 4.1

Détermination des pesticides de type organochloré :
extraction avec de l'hexane et du dichlorométhane;
dosage par chromatographie en phase gazeuse

Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est marquée de l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. Il peut également être élevé si une révision entraîne des modifications en profondeur de la méthode. La date de révision est suivie d'un chiffre qui indique le numéro de 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 organochloré : extraction avec de l'hexane et du dichlorométhane; dosage par chromatographie en phase gazeuse, MA. 403 – P. Ocl 4.1, 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	6
3. INTERFÉRENCE	6
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	6
5. APPAREILLAGE	6
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	7
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	13
7.1 Extraction	13
7.2 Dosage	14
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	14
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	15
10. BIBLIOGRAPHIE	15

INTRODUCTION

Les pesticides de type organochloré sont des composés organiques qui contiennent plusieurs atomes de chlore. Surtout utilisés comme insecticides, ils sont caractérisés par une grande stabilité dans l'environnement et une toxicité non sélective à certaines formes de vie. À l'exception du lindane et de l'endosulfane, qui sont encore utilisés aujourd'hui, la plupart des insecticides de type organochloré ne sont plus utilisés au Canada depuis les années 1970.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination des insecticides de type organochloré dans les eaux souterraines, l'eau de surface et l'eau potable.

Le domaine d'application pour chacun des insecticides est inscrit dans le tableau qui suit.

Paramètres	Limite inférieure (µg/l)	Limite supérieure (µg/l)
Alpha-BHC	0,02	2,0
Hexachlorobenzène	0,02	0,9
Bêta-BHC	0,03	2,0
Lindane	0,01	0,9
Delta-BHC	0,02	2,5
Heptachlore	0,02	0,9
Aldrine	0,06	3,0
Chlorthal-diméthyle	0,01	0,9
Isodrine	0,05	2,5
Époxyde d'heptachlore	0,01	0,9
Gamma-chlordane	0,02	0,7
o,p-DDE	0,03	2,5
Endosulfane-I	0,09	5,0
Alpha-chlordane	0,02	0,7
p,p'-DDE	0,04	2,0
Dieldrine	0,04	3,0
o,p-DDD	0,05	2,5
Endrine	0,07	5,0
Endosulfane-II	0,08	5,0
p,p'-TDE	0,03	2,0
o,p-DDT	0,03	2,0
Endrine aldéhyde	0,30	15
Sulfate d'endosulfane	0,06	5,0
p,p'-DDT	0,03	2,0
Méthoxychlore	0,05	3,0
Mirex	0,04	3,0

2. PRINCIPE ET THÉORIE

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

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

3. INTERFÉRENCE

Les interférences peuvent être causées par des contaminants contenus dans les solvants, les réactifs, la verrerie ou les appareils de préparation. Tous les solvants, 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 qui contient une faible concentration d'insecticides de type organochloré est dosé immédiatement après un échantillon dont la concentration en insecticides de type organochloré est plus élevée (effet de mémoire). Après le dosage de cet échantillon, une ou plusieurs injections d'isooctane doivent être faites pour éliminer l'effet de mémoire.

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de verre exempt de toute 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 28 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 Agilent, modèle 7809A, muni d'un spectromètre de masse Agilent, modèle 5975C
- 5.2. 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
- 5.3. Microbalance dont la sensibilité est de 0,01 mg
- 5.4. Évaporateur rotatif de marque Büchi

- 5.5. Système d'évaporation sous jet d'argon
- 5.6. Échantillonneur automatique de marque CTC PAL (Agilent), modèle G6501B
- 5.7. 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 charbon activé et filtrée sur une membrane de 0,2 µm.

- 6.1. Dichlorométhane, CH_2Cl_2 (CAS n° 75-09-2)
- 6.2. Isooctane, C_8H_{18} (CAS n° 540-84-1)
- 6.3. Hexane, C_6H_{14} (CAS n° 110-54-3)
- 6.4. Aldrine, $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{Cl}_6$ (CAS n° 309-00-2)
- 6.5. p,p'-DDE, $\text{C}_{14}\text{H}_8\text{Cl}_4$ (CAS n° 72-55-9)
- 6.6. p,p'-DDT, $\text{C}_{14}\text{H}_9\text{Cl}_5$ (CAS n° 50-29-3)
- 6.7. Époxyde d'heptachlore, $\text{C}_{10}\text{H}_5\text{C}_{17}\text{O}$ (CAS n° 1024-57-3)
- 6.8. Heptachlore, $\text{C}_{10}\text{H}_5\text{C}_{17}$ (CAS n° 76-44-8)
- 6.9. Delta-BHC $\text{C}_6\text{H}_6\text{Cl}_6$ (CAS n° 319-86-8)
- 6.10. Isodrine $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{Cl}_6$ (CAS n° 465-73-6)
- 6.11. o,p'-DDE $\text{C}_{14}\text{H}_8\text{Cl}_4$ (CAS n° 3424-82-6)
- 6.12. o,p'-DDD $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_4$ (CAS n° 53-19-0)
- 6.13. o,p'-DDT $\text{C}_{14}\text{H}_9\text{Cl}_5$ (CAS n° 789-02-6)
- 6.14. Endrine aldéhyde $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{Cl}_6\text{O}$ (CAS n° 7421-93-4)
- 6.15. Sulfate d'endosulfane $\text{C}_9\text{H}_6\text{Cl}_6\text{O}_4\text{S}$ (CAS n° 1031-07-8)
- 6.16. Alpha-BHC, $\text{C}_6\text{H}_6\text{Cl}_6$ (CAS n° 319-84-6)
- 6.17. Bêta-BHC, $\text{C}_6\text{H}_6\text{Cl}_6$ (CAS n° 319-85-7)
- 6.18. Hexachlorobenzène (HCB), C_6Cl_6 (CAS n° 118-74-1)

- 6.19. Lindane (Gamma-BHC), $C_6H_6Cl_6$ (CAS n° 58-89-9)
- 6.20. Méthoxychlore, $C_{16}H_{15}Cl_3O_2$ (CAS n° 72-43-5)
- 6.21. Mirex, $C_{10}Cl_{12}$ (CAS n° 2385-85-5)
- 6.22. p,p'-TDE (p,p'-DDD), $C_{14}H_{10}Cl_4$ (CAS n° 72-54-8)
- 6.23. Chlorthal-diméthyle, $C_{10}H_6Cl_4O_4$ (CAS n° 1861-32-1)
- 6.24. Gamma-chlordane, $C_{10}H_6C_{18}$ (CAS n° 5103-74-2)
- 6.25. Alpha-chlordane, $C_{10}H_6C_{18}$ (CAS n° 5103-71-9)
- 6.26. Endosulfane-I, $C_9H_6C_{16}O_3S$ (CAS n° 959-98-8)
- 6.27. Endosulfane-II, $C_9H_6C_{16}O_3S$ (CAS n° 33213-65-9)
- 6.28. Dieldrine, $C_{12}H_8C_{16}O$ (CAS n° 60-57-1)
- 6.29. Endrine, $C_{12}H_8Cl_6O$ (CAS n° 72-20-8)
- 6.30. 2,4,5-trichlorobiphényle, $C_{12}H_7Cl_3$ (CAS n° 15862-07-4)
- 6.31. 2,3,3',4,4',5,5'-heptachlorobiphényle, $C_{12}H_3Cl_7$ (CAS n° 39635-31-9)
- 6.32. 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle, $C_{12}HCl_9$ (CAS n° 52663-79-3)
- 6.33. Sulfate de sodium, Na_2SO_4 (CAS n° 7757-82-6) traité au four à 700 °C durant une nuit
- 6.34. Solution étalon d'alpha-BHC de 100 mg/l*
- Dissoudre 0,0100 g d'alpha-BHC dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.35. Solution étalon d'hexachlorobenzène de 100 mg/l*
- Dissoudre 0,0100 g d'hexachlorobenzène dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.36. Solution étalon de bêta-BHC de 100 mg/l*
- Dissoudre 0,0100 g de bêta-BHC dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

* 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.

6.37. Solution étalon de lindane de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de lindane dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.38. Solution étalon de delta-BHC de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de delta-BHC dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.39. Solution étalon d'isodrine de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g d'isodrine dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.40. Solution étalon de o,p'-DDE de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de o,p'-DDE dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.41. Solution étalon de o,p'-DDD de 200 mg/l*

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

6.42. Solution étalon de o,p'-DDT de 200 mg/l*

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

6.43. Solution étalon d'endrine aldéhyde de 500 mg/l*

Dissoudre 0,0500 g d'endrine aldéhyde dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.44. Solution étalon de sulfate d'endosulfane de 200 mg/l*

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

6.45. Solution étalon d'heptachlore de 300 mg/l*

Dissoudre 0,0300 g d'heptachlore dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

* 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.

6.46. Solution étalon d'aldrine de 300 mg/l*

Dissoudre 0,0300 g d'aldrine dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.47. Solution étalon d'époxyde d'heptachlore de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g d'époxyde d'heptachlore dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.48. Solution étalon de p,p'-DDE de 200 mg/l*

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

6.49. Solution étalon de p,p'-TDE de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de p,p'-TDE dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.50. Solution étalon de p,p'-DDT de 200 mg/l*

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

6.51. Solution étalon de méthoxychlore de 200 mg/l*

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

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

Dissoudre 0,0100 g de mirex dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.53. Solution étalon de chlorthal-diméthyle de 300 mg/l*

Dissoudre 0,0300 g de chlorthal-diméthyle dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.54. Solution étalon de gamma-chlordane de 100 mg/l*

Dissoudre 0,0100 g de gamma-chlordane dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

* 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.

- 6.55. Solution étalon d'endosulfane-I de 500 mg/l*
- Dissoudre 0,0500 g d'endosulfane-I dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.56. Solution étalon d'endosulfane-II de 200 mg/l*
- Dissoudre 0,0200 g d'endosulfane-II dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.57. Solution étalon d'alpha-chlordane de 100 mg/l*
- Dissoudre 0,0100 g d'alpha-chlordane dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.58. Solution étalon de dieldrine de 100 mg/l*
- Dissoudre 0,0100 g de dieldrine dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.59. Solution étalon d'endrine de 200 mg/l*
- Dissoudre 0,0200 g d'endrine dans environ 80 ml d'isooctane et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.60. Solution étalon de 2,4,5-trichlorobiphényle de 10 mg/l (IUPAC n° 29)
- Diluer 1 ml de 2,4,5-trichlorobiphényle (ampoule 100 mg/l Ultra Scientifique®) dans 8 ml d'isooctane et compléter à 10 ml avec de l'isooctane.
- 6.61. Solution étalon de 2,3,3',4,4',5,5'-heptachlorobiphényle de 10 mg/l (IUPAC n° 189)
- Diluer 1 ml de 2,3,3',4,4',5,5'-heptachlorobiphényle (ampoule 100 mg/l Ultra Scientifique®) dans 8 ml d'isooctane et compléter à 10 ml avec de l'isooctane.
- 6.62. Solution étalon de 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle de 10 mg/l (IUPAC n° 207)
- Diluer 1 ml de 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle (ampoule 100 mg/l Ultra Scientifique®) dans 8 ml d'hexane et compléter à 10 ml avec de l'hexane.
- 6.63. Solution étalon de 2,3,3',4,6-pentachlorobiphényle de 10 mg/l (IUPAC n° 109)
- Diluer 1 ml de 2,3,3',4,6-pentachlorobiphényl (ampoule 100 mg/l Ultra Scientifique®) dans 8 ml d'hexane et compléter à 10 ml avec de l'hexane.

* 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.

6.64. 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.

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

6.65. Solution étalon d'extraction

Dans une fiole jaugée de 25 ml, introduire à l'aide d'une pipette 8 ml la solution étalon de 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle de 10 mg/l (cf. 6.62) et 4 ml la solution étalon de 2,3,3',4,6-pentachlorobiphényle de 10 mg/l (cf. 6.63) et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane pour obtenir une concentration de 3 200 µg/l et 1 600 µg/l respectivement.

6.66. Solution étalon de calibration 1

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.

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

6.67. Solution étalon de calibration 2

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.

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

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

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

7.1 EXTRACTION

Pour chaque série d'échantillons, extraire une solution témoin (blanc) préparée avec de l'eau ultrapure et un échantillon de contrôle de la qualité. Traiter de la même façon que les échantillons. Lorsqu'il y a plus de neuf échantillons, ajouter un autre élément de contrôle.

- Mesurer et transférer tout l'échantillon dans une ampoule de 2 l.
- Ajouter 63 µl de la solution étalon d'extraction (cf. 6.65).
- Rincer la bouteille avec 100 ml de dichlorométhane et verser celui-ci dans l'ampoule.
- Brassier pendant deux minutes et laisser séparer les deux phases.
- Décanter la phase organique dans un ballon de 500 ml en la faisant passer à travers un lit de Na₂SO₄.
- Ajouter 100 ml d'hexane à l'échantillon dans l'ampoule et brassier pendant deux minutes.
- Récupérer la phase aqueuse dans la bouteille d'échantillonnage et combiner la phase hexanique avec le dichlorométhane en la faisant passer sur un lit de Na₂SO₄.

- Remettre la phase aqueuse dans l’ampoule, rincer la bouteille avec 100 ml d’hexane. Ajouter l’hexane à l’ampoule et extraire à nouveau pendant deux minutes.
- Récupérer la phase aqueuse dans la bouteille d’échantillonnage et combiner la phase hexanique avec les autres extraits en la faisant passer sur un lit de Na₂SO₄.
- Ajouter 2 ml d’isooctane aux extraits combinés et concentrer à environ 4 ml à l’aide d’un évaporateur rotatif.
- Transférer l’extrait dans un tube de 15 ml préétalonné à 1 ml.
- Évaporer à environ 0,8 ml et ajouter 1 ml d’isooctane. Évaporer à nouveau à ~ 0,8 ml et ajouter 63 µl de l’étalon d’injection (cf. 6.64).
- Compléter à 1 ml avec de l’isooctane et effectuer le dosage par chromatographie en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse en mode de balayage des ions.
- Préparer l’étalon pour le dosage.

Combiner 100 µl de la solution étalon 1 (cf. 6.66), 100 µl de la solution d’étalon 2 (cf. 6.67), 63 µl de la solution étalon d’extraction (cf. 6.65), 63 µl de la solution étalon d’injection (cf. 6.64) et 674 µl d’isooctane (cf. 6.2).

7.2 DOSAGE

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

NOTE – Pour connaître les conditions d’opération 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.

Les résultats sont exprimés en µg/l de chacun des insecticides de type organochloré d’après l’équation suivante :

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

où

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

où

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

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

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

Eléments de contrôle	Critères d'acceptabilité
Matériaux de référence	La valeur obtenue doit être à l'intérieur de l'intervalle de ± 2 écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour ces échantillons de contrôle ou être à l'intérieur de l'intervalle, valeur moyenne $\pm 30\%$.
Étalon contrôle	Le résultat doit être \geq à 70% 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 (LDM), ce résultat est soustrait de la concentration des échantillons de la série.
Ajout dosé	La valeur obtenue doit être entre 60 et 140% de la valeur attendue pour 80% de tous les composés.
Étalon d'extraction	Le pourcentage de récupération doit être entre 60% et 130% pour 80% des composés.
Solution étalon	Un écart de 25% est accepté entre les valeurs de la nouvelle et de l'ancienne solution étalon pour 80% des composés.

10. BIBLIOGRAPHIE

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.
[\[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf\]](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]