

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT,  
DE LA LUTTE CONTRE  
LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES,  
DE LA FAUNE ET DES PARCS

## Méthode d'analyse

MA. 400 - Alcools  
2025-02-21 (révision 4)

Détermination des alcools aliphatiques : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse muni d'un échantillonneur de type Headspace

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

### **Renseignements**

Téléphone : 418 521-3830  
1 800 561-1616 (sans frais)

Télécopieur : 418 646-5974

Formulaire : [www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/reenseignements.asp](http://www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/reenseignements.asp)

Internet : [www.environnement.gouv.qc.ca](http://www.environnement.gouv.qc.ca)

### **Pour obtenir un exemplaire du document**

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec  
Ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements  
climatiques, de la Faune et des Parcs  
675, boul. René-Lévesque Est, 4<sup>e</sup> étage, boîte 23  
Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : [www.environnement.gouv.qc.ca](http://www.environnement.gouv.qc.ca)

Dépôt légal – 2025  
Bibliothèque et Archives nationales du Québec  
ISBN : 978-2-555-00161-9 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2025

## TABLE DES MATIÈRES

1.	Domaine d'application _____	1
2.	Principe et théorie _____	1
3.	Interférence _____	1
4.	Conservation _____	1
5.	Matériel et appareillage _____	2
6.	Réactifs et étalons _____	2
7.	Protocole d'analyse _____	3
	7.1 Préparation du matériel _____	3
	7.2. Préparation des échantillons et des étalons _____	4
	7.3. Dosage des alcools _____	5
8.	Calcul et expression des résultats _____	8
9.	Critères d'acceptabilité _____	9
10.	Bibliographie _____	10

## 1. Domaine d'application

Cette méthode permet l'identification et la quantification de 14 alcools aliphatiques dans les échantillons solides et les liquides aqueux.

Le domaine d'étalonnage utilisé pour le dosage par chromatographie en phase gazeuse couplé au spectromètre de masse (GC-MS) se situe entre 0,1 et 25 µg/ml d'alcool.

Le domaine d'application, exprimé en milligrammes par kilogramme (mg/kg) pour les solides et en milligrammes par litre (mg/l) pour les liquides aqueux, varie en fonction des quantités extraites et des dilutions effectuées sur les échantillons analysés.

## 2. Principe et théorie

Les échantillons solides sont mélangés à une solution saturée de chlorure de sodium (NaCl), ils sont ensuite chauffés et agités avant d'être injectés.

Les alcools sont analysés par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC-MS) muni d'un injecteur de type Headspace fonctionnant dans le mode d'acquisition d'ions sélectifs (SIM).

La concentration des alcools aliphatiques est déterminée par comparaison des surfaces chromatographiques obtenues à un temps de rétention donné entre l'échantillon et celles de chacune des solutions d'étalonnage des composés, tout en tenant compte des surfaces obtenues pour les étalons volumétriques.

## 3. Interférence

Les interférences peuvent être causées par des contaminants contenus dans les réactifs et la verrerie, mais aussi dans l'environnement où les manipulations sont effectuées. Tous les réactifs doivent être régulièrement vérifiés par l'analyse de blancs de méthode.

Les interférences dues à une contamination peuvent survenir lorsqu'un échantillon qui contient une faible concentration est dosé immédiatement après un échantillon dont la concentration en composés alcooliques est plus élevée.

## 4. Conservation

Les échantillons doivent être conservés selon les recommandations décrites (en fonction de la matrice et du règlement) dans la section *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale* du site Internet du CEAEQ. Lorsqu'une matrice n'est couverte par aucun de ces cahiers, le CEAEQ peut donner l'information aux clients qui en font la demande.

À titre indicatif, les échantillons de sol peuvent être conservés à 4 °C pour une période de 14 jours et indéfiniment à -20 °C. Les matières liquides aqueuses sont conservées à 4 °C pour une période de 28 jours.

## 5. Matériel et appareillage

- 5.1 Chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse (GC-MS) muni d'un injecteur de type Headspace
- 5.2 Colonne DB-WAX, 30 m × 250 µm × 0,5 µm (Agilent, 122-7033)
- 5.3 Liner (Agilent, 18740-80200, direct, 1,5 mm id, for gas samples, headspace, purge & trap)
- 5.4 Vial Headspace (HS) screwtop 20 mL (Agilent 5188-2753)
- 5.5 Bouchon vial Headspace 18 mm magnetic PTFE-Silicone (Agilent 5188-2759)

## 6. Réactifs et étalons

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

L'eau utilisée est filtrée sur une membrane de 5 µm, traitée sur charbon activé et déminéralisée.

- 6.1 Eau déminéralisée
- 6.2 Chlorure de sodium, NaCl grade ACS

Solution saturée de NaCl: dans une bouteille en verre à large goulot de 1 litre, ajouter environ 350 g de NaCl. Remplir la bouteille d'eau déminéralisée. Agiter vigoureusement jusqu'à dissolution. Ajouter environ 50 g de NaCl puis placer sur le rollacel à 54 tours/minute pour 20 minutes.

Conservation : 3 mois à température de la pièce.

- 6.3 Solutions d'étalons de dosage

Conservation : 3 mois au réfrigérateur.

Ces solutions sont obtenues à l'aide d'alcools disponibles dans le commerce. Tous ces composés peuvent être dissous dans l'eau. Les solutions finales d'étalons sont obtenues à partir de solutions intermédiaires.

Afin d'assurer la solubilité de tous les alcools dans l'eau, trois solutions mères doivent être préparées. Toutes les solutions mères sont préparées à une concentration de 5000 µg/ml. Des solutions intermédiaires sont ensuite préparées à des concentrations de 10, 50 et 500 µg/ml à partir des solutions mères.

Solution n° 1: méthanol, éthanol, 2-propanol, 1-propanol, 2-butanol, 2-méthyl-2-butanol, tert-butanol

Solution n° 2: 2-méthyl-1-butanol, 3-méthyl-1-butanol

Solution n° 3: 3-pentanol, 2-pentanol, 1-pentanol, 1-butanol, isobutanol

Chacune des solutions mères n<sup>os</sup> 1, 2 et 3 sont préparées comme suit :

Dans un ballon volumétrique de 10 ml contenant environ 3 ml d'eau **déminéralisée**, peser exactement environ 50 mg de chacun des alcools. Compléter avec de l'eau **déminéralisée** et agiter.

Les solutions intermédiaires sont préparées comme suit :

Solution intermédiaire à 500 µg/ml :

Dans un vial pouvant contenir 4 ml, ajouter 2100 µl d'eau puis 300 µl de chacune des solutions mères n<sup>os</sup> 1, 2 et 3. Agiter.

Solution intermédiaire à 50 µg/ml :

Dans un vial pouvant contenir 4 ml, ajouter 2700 µl d'eau puis 300 µl de la solution intermédiaire à 500 µg/ml. Agiter.

Solution intermédiaire à 10 µg/ml :

Dans un vial pouvant contenir 4 ml, ajouter 2940 µl d'eau puis 60 µl de la solution intermédiaire à 500 µg/ml. Agiter.

6.4. Solution d'étalon volumétrique (SI) de **1-propanol-d<sub>7</sub>** à 1000 µg/ml

Conservation : 3 mois au réfrigérateur.

Dans un ballon volumétrique de 100 ml contenant environ 50 ml d'eau **déminéralisée**, peser exactement environ 100 mg de la solution commerciale de **1-propanol-d<sub>7</sub>**. Compléter avec de l'eau **déminéralisée** et agiter.

## 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 du matériel

Dans le but d'éviter toute contamination provenant de l'air ambiant (solvants), tout le matériel nécessaire doit être préparé avant de commencer les manipulations afin de minimiser le temps de préparation.

Si possible, effectuer les manipulations sous une hotte dans un local où il y a peu de manipulation de solvants.

La verrerie utilisée doit être préalablement rincée avec de l'eau déminéralisée.

## 7.2. Préparation des échantillons et des étalons

### 7.2.1. Échantillons et courbe d'étalonnage pour échantillons solides.

- Préparation des vials HS pour la courbe d'étalonnage des échantillons de sols :
- Peser environ précisément 2 g de sable d'Ottawa dans 6 vials HS de 20 ml. Poursuivre en se référant au tableau suivant en respectant l'ordre des ajouts. Sceller le vial rapidement par la suite.

Concentration individuelle (µg/ml)	Solution intermédiaire d'alcool utilisée pour l'ajout (µg/ml)	Volume de solution intermédiaire d'alcool (µl) Ajout n° 1	Volume de SI de 1-propanol-d <sub>7</sub> à 1000 µg/ml (µl) Ajout n° 2	Volume de solution saturée en NaCl (µl) Ajout n° 3	Volume total (ml)
0,1	10	50	25	4925	5
0,4	50	40	25	4935	5
1	50	100	25	4875	5
4	500	40	25	4935	5
10	500	100	25	4875	5
25	500	250	25	4725	5

- Préparation des échantillons de sols :
- Peser environ précisément 2 g d'échantillon humide dans un vial HS de 20 ml. Éviter les particules supérieures à 5 mm. Pour le blanc, peser environ précisément 2 g de sable d'Ottawa. Le pourcentage d'humidité sera fait sur une autre portion de l'échantillon pour déterminer le poids sec.
- Ajouter 25 µl de standard interne de 1-propanol-d<sub>7</sub> à 1000 µg/ml.
- Ajouter 5,0 ml de la solution saturée de NaCl.
- Sceller le vial.
- Effectuer le dosage tel qu'il est décrit à la section 7.3.

### 7.2.2. Échantillons et courbes d'étalonnage pour liquides aqueux

- Préparation des vials HS de la courbe d'étalonnage pour les eaux :
- Se référer au tableau suivant tout en respectant l'ordre des ajouts. Sceller le vial rapidement par la suite.

Conc. individuelle (µg/ml)	Solution inter. d'alcool utilisée pour l'ajout (µg/ml)	Volume d'eau déminéralisée (µl) Ajout n° 1	Volume de la solution inter. d'alcool (µl) Ajout n° 2	Volume de SI de 1-propanol-d <sub>7</sub> à 1000 µg/ml (µl) Ajout n° 3	NaCl (g) Ajout n° 4	Volume total (ml)
0,1	10	4925	50	25	2	5
0,4	50	4935	40	25	2	5
1	50	4875	100	25	2	5
4	500	4935	40	25	2	5
10	500	4875	100	25	2	5
25	500	4725	250	25	2	5

- Préparation des échantillons des liquides aqueux :
- Dans un vial HS de 20 ml, ajouter 5,0 ml d'échantillon. Pour le blanc, ajouter 5,0 ml d'eau déminéralisée.
- Ajouter 25 µl de standard interne de 1-propanol-d<sub>7</sub> à 1000 µg/l.
- Ajouter 2 g de NaCl.
- Sceller le vial.
- Effectuer le dosage tel qu'il est décrit à la section 7.3.

## 7.3. Dosage des alcools

### 7.3.1. Conditions instrumentales



Condition du GC:	
Mode d'injection	Split
Split ratio	5:1
Température de l'injecteur	250 °C
Pression	8,927 psi
Colonne	DB-WAX d'une longueur de 30 m x 0,25 mm Di avec une phase stationnaire de 0,5 µm
Débit	Constant à 1,2 ml/min
Programmation de température	Température initiale: 35 °C pendant 5 min. 1 <sup>er</sup> palier de programmation : Taux : 7 °C/min Final : 110 °C pendant 0 minutes 2 <sup>e</sup> palier de programmation : Taux : 75 °C/min Final : 240 °C pendant 5 minutes

Condition du Headspace:	
Volume d'injection	0,5 ml
Temps d'incubation	10 minutes
Température d'incubation	95 °C
Température de la seringue	120 °C

Condition du spectromètre de masse (MS):	
Mode d'ionisation	Impact électronique
Type de source	Extractor ion source
Mode d'acquisition	Ions sélectifs (SIM)
Température de la ligne de transfert	250 °C
Température de la source	230 °C
Température du Quad	150 °C

Tableau récapitulatif des conditions d'analyse utilisées (acquisition des masses) :

Nom du composé	Numéro de CAS	Ions de quantification	Ion de qualification	Temps de rétention approximatif (minutes)
Méthanol	67-56-1	31,1	32,0	5,29
tert-Butanol	75-65-0	59,1	41,1	5,57
2-Propanol	67-63-0	45,0	43,0	6,39
Éthanol	64-17-5	45,0	31,1	6,54
2-Méthyl-2-Butanol	75-85-4	59,0	73,1	8,88
2-Butanol	78-92-2	59,0	45,0	9,24
1-Propanol-d7 (STDI)	102910-31-6	67,1	65,1	9,41
1-Propanol	71-23-8	59,0	31,0	9,61
Isobutanol	78-83-1	43,1	33,1	11,18
3-Pentanol	584-02-01	59,1	31,0	11,56
2-Pentanol	6032-29-7	45,1	55,1	11,87
1-Butanol	71-36-3	56,1	41,1	12,46
3-Méthyl-1-Butanol + 2-Méthyl-1-butanol	125-51-3 137-32-6	70,1	41,1	13,95
1-Pentanol	71-41-0	55,1	42,1	14,94

### 7.3.2 Calibration du spectromètre de masse

Avant de procéder à toute série de dosage des échantillons, faire un « **etune** » du spectromètre de masse à l'aide du perfluorotributylamine (PFTBA). Ce composé est utilisé afin de calibrer le spectromètre de masse et de s'assurer de la constance des voltages de l'appareil. L'intensité relative et la résolution des ions de masse ( $m/z$ ) 69, 219 et 502, sont vérifiées et ajustées au besoin. Ce réglage est fait lors de l'analyse de toute nouvelle séquence d'échantillons. Les balises qui servent à valider cette calibration sont disponibles dans le logiciel instrumental.

### 7.3.3 Étalonnage

Étalonner le GC-MS à l'aide des solutions d'étalonnage. Le choix du modèle de courbe d'étalonnage (linéaire, quadratique) doit être évalué individuellement pour chaque composé. Une pondération ( $1/x$ ,  $1/x^2$ ) peut être appliquée si nécessaire pour améliorer l'ajustement du modèle aux données. Les courbes ne doivent pas être forcées à leur origine. Un minimum de cinq points d'étalonnage doit être utilisé.

L'étalonnage du GC-MS est effectué lors de l'analyse de toute nouvelle séquence d'échantillons.

### 7.3.4 Séquence de dosage

Injecter les étalons, les échantillons et l'élément de contrôle de la qualité selon la séquence décrite ci-dessous. Cette séquence est fournie à titre indicatif.

- Blanc
- Étalon 0,1 µg/ml
- Étalon de 0,4 µg/ml
- Étalon de 1 µg/ml
- Étalon de 4 µg/ml
- Étalon de 10 µg/ml
- Étalon de 25 µg/ml
- Blanc de méthode
- Éléments de contrôle de la qualité
- Série d'échantillons (jusqu'à 10)
- 2 étalons en alternance
- Série d'échantillons (jusqu'à 10)
- 2 étalons en alternance

La valeur de la concentration de l'étalon de vérification injecté entre chaque série d'échantillons doit se situer à  $\pm 25\%$  de la valeur attendue pour 85 % des composés présents dans ce mélange.

## 8. Calcul et expression des résultats

### 8.1. Critères d'identification des alcools aliphatiques

Le temps de rétention de chacun des alcools ne doit pas être différent de plus de 0,4 minute par rapport au temps de rétention du même composé dans la table d'étalonnage.

Le rapport des concentrations obtenues pour chacun des deux ions choisis pour chaque alcool doit être égal à celui qui est indiqué dans la méthode instrumentale à 25 % près. Les temps de rétention des deux ions choisis pour la quantification ne doivent pas différer de plus de 0,04 minute.

### 8.2. Calcul des résultats

Les alcools sont dosés à l'aide des courbes d'étalonnage obtenues par l'analyse des solutions étalons. La réponse des composés d'alcools parmi les solutions étalons est comparée à la réponse de l'étalon volumétrique de 1-propanol-d<sub>7</sub>.

Pour les échantillons solides, les résultats sont exprimés en mg/kg d'alcools d'après l'équation suivante :

$$C = \frac{A \times V}{Q} \times F$$

où

- C : concentration des alcools contenus dans l'échantillon (mg/kg);
- A : concentration des composés d'alcools contenus dans l'extrait injecté (µg/ml);
- V : volume final de l'extrait analysé (ml);
- Q : poids d'échantillon analysé sur base sèche (g) pour les solides;
- F : facteur de dilution, si nécessaire;

Pour les échantillons liquides aqueux, les résultats sont exprimés en mg/L d'alcools d'après l'équation suivante :

$$C = \frac{A \times V \times 1000}{Q} \times F$$

où

- C : concentration des composés d'alcools contenus dans l'échantillon (mg/l);
- A : concentration des composés d'alcools contenus dans l'extrait injecté (µg/ml);
- V : volume final de l'extrait analysé (ml);
- Q : volume d'échantillon analysé (ml);
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

## 9. Critères d'acceptabilité

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

Éléments de contrôle	Critères d'acceptabilité
Étalons volumétriques	Environ ± 50 % dans une même séquence
Courbe d'étalonnage	Coefficient de détermination $R^2 \geq 0,990$ et/ou erreur standard relative (RSE) $\leq 10$ %
Étalons de vérification	± 25 % pour 85 % des composés
Blanc de méthode	$\leq$ LQM, sinon il est soustrait
Duplicata	± 30 % pour 70 % des composés (si > 10 LQM)
Matériaux de référence	Graphiques de contrôle ( $\pm 3 \sigma$ )

## 10. Bibliographie

EPA, US. Method 8260D (SW-846): Volatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS). 2006.



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

**Québec** 