

Méthode d'analyse

MA. 400 – BPCHR 1.0

2025-01-28 (révision 12)

Détermination des biphényles polychlorés
(congénères) : dosage par chromatographe
en phase gazeuse couplé à un spectromètre
de masse en tandem

Coordination et rédaction

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

Internet : 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^e étage, boîte 23
Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2025
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN : 978-2-555-00164-0 (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 | 2 |
| 4. | Conservation | 2 |
| 5. | Matériel et appareillage | 3 |
| 6. | Réactifs et étalons | 3 |
| 7. | Protocole d'analyse | 7 |
| 7.1 | Préparation du matériel | 7 |
| 7.2 | Préparation des échantillons | 8 |
| 7.3 | Purification des échantillons | 11 |
| 7.4 | Dosage APGC-MS/MS | 15 |
| 7.5 | Séquence de dosage | 17 |
| 8. | Calcul et expression des résultats | 18 |
| 9. | Critères d'acceptabilité | 20 |
| 10. | Bibliographie | 21 |

1. Domaine d'application

Cette méthode sert à doser et à rapporter spécifiquement 41 congénères de BPC possédant de trois à dix atomes de chlore et qui sont ciblés soit pour leur toxicité, leur persistance dans l'environnement ou leur abondance dans les quatre mélanges commerciaux les plus fréquemment utilisés au Québec, à savoir les Aroclor® 1242, 1248, 1254 et 1260. Les congénères ciblés servent à générer des facteurs de réponse moyens qui permettent de calculer la concentration des autres BPC présents dans l'échantillon. Un total, défini comme « BPC totaux », est obtenu par la somme des 41 congénères spécifiques et de **l'ensemble des autres BPC non étalonnés faisant partie de la famille des Cl₃ à Cl₁₀**.

Cette méthode est applicable aux eaux usées, aux eaux de surface, aux eaux potables, aux effluents industriels, aux déchets liquides aqueux, aux sols, aux sédiments, aux résidus solides, aux résidus organiques, à l'air ambiant, aux rejets dans l'atmosphère, aux tissus biologiques et aux tissus végétaux. Le domaine d'étalonnage des congénères par chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse en tandem est de 0,025 à 20 pg/µl.

De façon générale, les limites de détection varient de 10 à 100 pg/l en fonction des congénères pour les échantillons aqueux, entre 0,001 et 0,05 ng/g en fonction des congénères pour les échantillons solides (sols, boues, sédiments, résidus solides, tissus biologiques, tissus végétaux) **et entre 0,5 et 5 g µg/kg en fonction des congénères pour les résidus organiques**. Pour les échantillons d'air ambiant, ces limites varient entre 10 fg/m³ et 500 fg/m³ en fonction des congénères pour des volumes d'air échantillonné de l'ordre de 1 500 m³. La présence d'interférences peut faire augmenter ces limites.

Des concentrations plus élevées peuvent être rapportées en appliquant des dilutions appropriées aux échantillons.

2. Principe et théorie

Chaque échantillon est fortifié avec une solution de BPC marqués au carbone-13 (¹³C) **servant d'étalons de recouvrement** avant le début des manipulations. Les échantillons aqueux sont ensuite filtrés pour extraire la phase dissoute et la phase particulaire séparément. Les particules filtrées sont extraites au bain à ultrasons avec un mélange acétone:hexane (1:1; V/V) comme solvant tandis que la phase dissoute est extraite sous forme liquide-liquide avec le dichlorométhane. Les deux extraits sont ensuite combinés, concentrés jusqu'à un volume de 3 à 5 ml et échangés avec de l'hexane. Les sédiments, les sols et les résidus solides sont séchés sous la hotte puis extraits à l'aide d'un système d'extraction à solvant pressurisé (**« automated solvent extractor », ASE**). Les échantillons d'air ambiant sont constitués de deux mousses de polyuréthane (PUF) et d'un filtre en fibre de verre recouvert de téflon. Ce système permet ainsi de capter les contaminants associés aux particules sur le filtre et les contaminants à l'état gazeux sont adsorbés sur les mousses. Les filtres et les mousses sont extraits **à l'aide d'un ASE**. Les tissus biologiques sont extraits selon la technique « QuEChERS » et purifiés par chromatographie par perméation de gel (GPC). Les résidus organiques sont directement dilués dans l'hexane.

L'extrait est ensuite purifié sur une colonne multicouche et une colonne d'alumine (dans le cas de certaines matrices, un traitement préliminaire à l'acide sulfurique ainsi qu'un traitement avec du cuivre peuvent être nécessaires). L'extrait qui en résulte est concentré à l'aide d'un évaporateur rotatif, transféré dans un vial et un volume précis d'une solution étalon pour injection (étalon volumétrique) est ajouté.

L'extrait est injecté dans un système de chromatographie en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse en tandem (MS/MS). Les concentrations trouvées sont corrigées pour la récupération des étalons de recouvrement ajoutés au début des manipulations. Les 41 congénères spécifiques sont rapportés individuellement et le paramètre « BPC totaux » est calculé grâce à la somme des BPC spécifiques et des autres BPC calculés à l'aide d'un facteur de réponse relatif moyen.

Un train d'échantillonnage de rejets dans l'atmosphère est constitué d'une buse, d'une sonde, d'un filtre, d'une résine et d'un barboteur. Les composantes sont extraites séparément selon la matrice et combinées avant le dosage.

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 régulièrement vérifiés par l'analyse de blancs de méthode. D'autres composés organiques coextraits peuvent interférer lors du dosage des BPC. La procédure de purification décrite dans cette méthode suffit généralement à les éliminer. Dans de rares cas, lorsque la concentration en BPC est extrêmement élevée, il peut y avoir saturation du détecteur, ce qui peut nuire à la détermination de la concentration des composés marqués.

4. Conservation

Les renseignements sur la conservation des échantillons sont présentés dans les cahiers du *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyses environnementales*.

Les données ci-après sont présentées à titre de renseignement seulement.

| Échantillon | Volume ou poids échantillonné | Volume ou poids analysé | Conservation | Délai de conservation |
|--|-------------------------------|-------------------------|-----------------------------|------------------------|
| <u>Aqueux</u> eau usée, eau de surface eau souterraine résidu liquide | 800 ml | 800 ml | Environ 4 °C | 28 jours |
| | 800 ml | 800 ml | Environ 4 °C | 14 jours |
| | 800 ml | 10 – 800 ml | Environ 4 °C | 6 mois |
| <u>Solide</u> sol, sédiment, résidu solide ou organique | 100 – 500 g | 1 – 20 g sec | Congélateur Environ 4 °C | Indéfiniment 6 mois |
| <u>Tissu biologique</u> | 20 – 50 g | 10 – 20 g humide | Congélateur | Indéfiniment |
| <u>Tissu végétal</u> | 20 – 50 g | 5 – 10 g sec | Congélateur | Indéfiniment |
| <u>Air ambiant</u> | 200 – 2 000 m ³ | Entier | Congélateur | Indéfiniment |

5. Matériel et appareillage

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

- 5.1. Chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse en tandem (GC-MS/MS)
- 5.2. Colonne chromatographique capillaire d'une longueur de 60 m x 0,25 mm Di, de type « Rtx-Dioxin2 », dont la phase est d'une épaisseur de 0,25 µm
- 5.3. Colonnes en verre de 20 mm Di x 230 mm (purifications multicouches)
- 5.4. Colonnes en verre de 10 mm Di x 115 mm (purifications alumine 3F)
- 5.5. Colonnes en verre de 25 mm Di x 300 mm (purification alumine grand format)
- 5.6. Système d'extraction à solvant pressurisé (ASE)
- 5.7. Chromatographe par perméation de gel (GPC)
- 5.8. Évaporateur rotatif de type « Rotavap »
- 5.9. Système d'évaporation sous jet d'azote de type « N-EVAP »
- 5.10. Centrifugeuse
- 5.11. Agitateur rotatif (de type « Rollacell ») à environ 54 tours par minute

6. Réactifs et étalons

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs est de l'eau déminéralisée, traitée sur charbon activé et filtrée sur une membrane de 5 µm. Tous les solvants utilisés sont de qualité pesticide (distillés dans le verre) ou l'équivalent.

Les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS, à moins d'indication contraire.

- 6.1. Acide sulfurique, H₂SO₄ (CAS n° 7664-93-9)
- 6.2. Acide chlorhydrique, HCl (CAS n° 7647-01-0)
- 6.3. Hydroxyde de sodium, NaOH (CAS n° 1310-73-2)
- 6.4. Hexane, C₆H₁₄ (CAS n° 110-54-3)
- 6.5. Toluène, C₆H₅CH₃ (CAS n° 108-88-3)
- 6.6. Dichlorométhane, CH₂Cl₂ (CAS n° 75-09-2)
- 6.7. Acétone, CH₃COCH₃ (CAS n° 67-64-1)
- 6.8. Isooctane, (CH₃)₃CCH₂CH(CH₃)₂ (CAS n° 540-84-1)

6.9. Cuivre métallique (20-30 Mesh), Cu (CAS n° 7440-50-8)

6.10. Nitrate d'argent, AgNO₃ (CAS n° 7761-88-8)

6.11. Silice (CAS n° 112926-00-8)

La silice utilisée est une silice neutre dont la granulométrie est de 60 à 200 Mesh. Décontaminer la silice au four à environ 650 °C pendant au moins 12 heures. Laisser refroidir à la température ambiante et placer au dessiccateur.

6.12. Solution d'acide chlorhydrique 1,0 N

Diluer, par exemple, 83 ml de HCl dans environ 800 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml.

6.13. Solution d'hydroxyde de sodium 1,0 M

Dissoudre, par exemple, 4 g de NaOH dans environ 80 ml d'eau déminéralisée tout en agitant, laisser refroidir et compléter à 100 ml avec de l'eau.

6.14. Sulfate de sodium anhydre, Na₂SO₄ (CAS n° 7757-82-6)

Dans un creuset, introduire du Na₂SO₄ granulaire anhydre et chauffer au four à environ 650 °C pendant une nuit. Laisser refroidir à la température ambiante au dessiccateur et transférer dans une bouteille opaque.

6.15. Silice imprégnée de nitrate d'argent 10 % (P/P)

Dans un bécher, peser 5,6 g de nitrate d'argent et ajouter 21,5 ml d'eau déminéralisée pour le dissoudre. Dans une bouteille opaque munie d'un bouchon avec garniture de téflon, peser 50 g de silice décontaminée. À l'aide d'une pipette Pasteur, ajouter par petites portions la solution de nitrate d'argent, agiter après chaque addition afin d'uniformiser la distribution du nitrate d'argent sur la silice. Utiliser une tige de verre pour briser les agglomérats présents dans le mélange. Lorsque tout le nitrate d'argent est ajouté, laisser reposer pendant 30 minutes. Par la suite, placer à l'étuve à environ 30 °C et augmenter graduellement la température de l'étuve jusqu'à environ 115 °C sur une période de 5 heures. Conditionner à l'étuve à environ 115 °C pendant une nuit. Laisser refroidir à la température ambiante et mettre au dessiccateur.

6.16. Silice imprégnée d'hydroxyde de sodium 1,0 M 33 % (P/P NaOH : Silice)

Dans une bouteille de verre ambré munie d'un bouchon avec garniture de téflon, peser 50 g de silice décontaminée. À l'aide d'une pipette Pasteur, ajouter par petites portions 24,6 g de la solution de NaOH 1,0 M, agiter après chaque addition afin d'uniformiser la distribution du NaOH 1,0 M sur la silice. Utiliser une tige de verre pour briser les agglomérats présents dans le mélange.

6.17. Silice imprégnée d'acide sulfurique 44 % (P/P H₂SO₄ : Silice)

Dans un bécher, peser 78,6 g de H₂SO₄. Dans une bouteille de verre ambré munie d'un bouchon avec garniture de téflon, peser 100 g de silice décontaminée. À l'aide d'une pipette Pasteur, ajouter par portions d'environ 5 ml le H₂SO₄, agiter après chaque addition afin

d'uniformiser la distribution du H₂SO₄ sur la silice. Utiliser une tige de verre pour briser les agglomérats présents dans le mélange.

6.18. Oxyde d'aluminium 90 d'activité 1 (CAS n° 1344-28-1)

Cette alumine est un oxyde d'aluminium dont la granulométrie est de 70-230 Mesh. Elle est utilisée telle que reçue et conservée au dessiccateur après la première utilisation. **Il est à noter que l'alumine est très sensible à l'humidité et peut être facilement désactivée.**

6.19. Solution étalon de recouvrement à 500 pg/μl

La solution d'étalon de recouvrement est faite à partir de solutions commerciales diluées dans l'isooctane de manière à obtenir une concentration finale de 500 pg/μl. Voir le tableau ci-dessous pour la liste des différents composés.

6.20. Solution étalon volumétrique à 500 pg/μl

La solution d'étalon volumétrique est faite à partir de solutions commerciales diluées dans l'isooctane de manière à obtenir une concentration finale de 500 pg/μl. Voir le Tableau 1 pour la liste des différents composés.

6.21. Solutions étalons de calibration

Les solutions étalons sont faites à partir d'une solution commerciale diluée dans l'isooctane auxquelles les étalons de recouvrement et volumétriques ont été ajoutés.

Tableau 1 : Courbe d'étalonnage pour la méthode BPC

| Solutions étalons de calibration | Concentration visée (pg/μl) | | | | |
|----------------------------------|-----------------------------|------|------|------|------|
| | CS1* | CS2* | CS3* | CS4* | CS5* |
| Cl ₃ – IUPAC n° 18 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₃ – IUPAC n° 17 | 0,06 | 0,25 | 2,5 | 12,5 | 50 |
| Cl ₃ – IUPAC n° 31 | 0,19 | 0,75 | 7,5 | 37,5 | 150 |
| Cl ₃ – IUPAC n° 28 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₃ – IUPAC n° 33 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₄ – IUPAC n° 52 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₄ – IUPAC n° 49 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₄ – IUPAC n° 44 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₄ – IUPAC n° 74 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₄ – IUPAC n° 70 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₅ – IUPAC n° 95 | 0,12 | 0,5 | 5 | 25 | 100 |
| Cl ₅ – IUPAC n° 101 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₅ – IUPAC n° 99 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |

| Solutions étalons de calibration | Concentration visée (pg/μl) | | | | |
|--|-----------------------------|------|------|------|------|
| | CS1* | CS2* | CS3* | CS4* | CS5* |
| Cl ₅ – IUPAC n° 87 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₅ – IUPAC n° 110 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₅ – IUPAC n° 82 | 0,06 | 0,25 | 2,5 | 12,5 | 50 |
| Cl ₆ – IUPAC n° 151 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₆ – IUPAC n° 149 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₅ – IUPAC n° 118 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₅ – IUPAC n° 105 | 0,06 | 0,25 | 2,5 | 12,5 | 50 |
| Cl ₆ – IUPAC n° 153 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₆ – IUPAC n° 132 | 0,12 | 0,5 | 5 | 25 | 100 |
| Cl ₆ – IUPAC n° 138 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₆ – IUPAC n° 158 | 0,06 | 0,25 | 2,5 | 12,5 | 50 |
| Cl ₇ – IUPAC n° 187 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₇ – IUPAC n° 183 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₆ – IUPAC n° 128 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₇ – IUPAC n° 177 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₇ – IUPAC n° 171 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₆ – IUPAC n° 156 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₇ – IUPAC n° 180 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₇ – IUPAC n° 191 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₆ – IUPAC n° 169 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₇ – IUPAC n° 170 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₈ – IUPAC n° 199 | 0,19 | 0,75 | 7,5 | 37,5 | 150 |
| Cl ₉ – IUPAC n° 208 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₈ – IUPAC n° 195 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₈ – IUPAC n° 194 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₈ – IUPAC n° 205 | 0,25 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₉ – IUPAC n° 206 | 0,251 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| Cl ₁₀ – IUPAC n° 209 | 0,251 | 1 | 10 | 50 | 200 |
| <u>Étalons de recouvrement</u> | | | | | |
| ¹³ C - Cl ₃ – IUPAC n° 28 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |
| ¹³ C - Cl ₄ – IUPAC n° 52 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |
| ¹³ C - Cl ₅ – IUPAC n° 111 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |

| Solutions étalons de calibration | Concentration visée (pg/μl) | | | | |
|---|-----------------------------|------|------|------|------|
| | CS1* | CS2* | CS3* | CS4* | CS5* |
| ¹³ C - Cl ₆ – IUPAC n° 153 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |
| ¹³ C - Cl ₇ – IUPAC n° 178 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |
| ¹³ C - Cl ₈ – IUPAC n° 194 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |
| ¹³ C - Cl ₉ – IUPAC n° 208 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |
| <u>Étalons volumétriques</u> | | | | | |
| ¹³ C - Cl ₄ – IUPAC n° 47 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |
| ¹³ C - Cl ₅ – IUPAC n° 101 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |
| ¹³ C - Cl ₇ – IUPAC n° 170 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |
| ¹³ C - Cl ₁₀ – IUPAC n° 209 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |

* Réfère aux différents types de solutions de calibration (CS) requis dans le protocole d'analyse.

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

Toute la verrerie utilisée pour l'ensemble de ces procédures doit être préalablement décontaminée selon la procédure suivante :

- Après utilisation, rincer la vaisselle à l'acétone et laisser tremper dans la solution de Decon ou l'équivalent (2-4 %).
- Laver au lave-vaisselle.
- Juste avant de l'utiliser, la verrerie doit être rincée à l'hexane et au dichlorométhane.

Note – Pour éviter la contamination des blancs et des échantillons, la vaisselle utilisée peut être traitée à l'acide sulfochromique au minimum pendant 2 heures avant d'être lavée au lave-vaisselle en utilisant le cycle long si une forte contamination est suspectée.

7.1.1 Décontamination des mousses et filtres pour air ambiant (PUF) et de la résine pour les rejets dans l'atmosphère

- La décontamination des mousses et de la résine se fait avec le système d'extraction accéléré de solvant (ASE). Voir le document interne s'y rattachant.

- Lorsque le cycle d'extraction est complet, retirer les mousses délicatement et les faire sécher sous la hotte, dans des béciers de 2 litres ou sur une grande feuille de papier d'aluminium décontaminée trois fois à l'hexane et trois fois au dichlorométhane.
- Lorsque les mousses sont sèches, les insérer dans les cylindres de transport (ces cylindres doivent avoir été lavés au préalable à l'aide d'un papier absorbant imbibé d'hexane). Envelopper ces cylindres avec du papier d'aluminium préalablement décontaminé et apposer une étiquette indiquant la date de la décontamination. Les insérer dans des sacs de plastique et les conserver au réfrigérateur ou au congélateur.
- Pour la résine, lorsque le cycle du ASE est terminé, retirer la résine et la conserver dans un pot en verre ambré préalablement décontaminé au congélateur.

7.1.2 Décontamination des filtres de téflon pour air ambiant

- Décontaminer les filtres de téflon ou de verre en rinçant trois fois à l'hexane les deux côtés du filtre. Mettre ensuite ceux-ci au four à 300 °C pour une nuit (minimum 8 heures). Mettre au dessiccateur et peser jusqu'à poids constant.
- Envelopper dans du papier d'aluminium et conserver au dessiccateur.

7.2 Préparation des échantillons

Pour des matrices aqueuses, le blanc sera constitué de 150 ml de dichlorométhane enrichi avec une solution d'étalons de recouvrement. Pour des matrices solides, le blanc sera constitué uniquement des réactifs normalement utilisés dans cette série. Pour les échantillons d'air ambiant, le blanc sera constitué d'une mousse de polyuréthane et d'un filtre. Pour les échantillons de rejets dans l'atmosphère, le blanc est constitué de résine uniquement.

7.2.1 Extraction des liquides aqueux

1^{re} étape : Préparation de l'échantillon

- Sortir les échantillons du réfrigérateur et laisser reposer à la température ambiante pendant 30 minutes.
- Acidifier l'échantillon à $\text{pH} \leq 2$ à l'aide de H_2SO_4 .
- Ajouter directement à l'échantillon 50 μl de la solution d'étalons de recouvrement BPC à 500 $\text{pg}/\mu\text{l}$.
- Agiter manuellement pendant environ 10 secondes.

2^e étape : Filtration de l'échantillon et extraction du filtrat et du filtre

- Préparer un appareil à filtration avec un entonnoir de Büchner de 10 cm muni d'un filtre en fibre de verre dont la porosité est de 1,2 μm et d'un erlenmeyer à vide. Bien décontaminer la verrerie.
- Filtrer l'échantillon sous vide et récupérer le filtre ou les filtres dans une fiole à centrifugation et immerger le filtre (de 50 à 75 ml) avec une solution hexane-acétone 50:50 (V/V). Changer de filtre si la vitesse de filtration ralentit à cause de l'obturation des pores du filtre.

NOTE – Attendre que le filtre soit sec avant de le retirer de l'entonnoir de Büchner.

- Extraire les filtres au bain à ultrasons pendant 2 minutes.
- Répéter l'extraction deux autres fois avec une portion fraîche d'hexane-acétone 50:50 (V/V).
- Récupérer ces trois portions (extractions) dans un ballon de 500 ml et concentrer l'extrait à l'aide d'un évaporateur rotatif à la température ambiante, jusqu'à un volume d'environ 3 ml.
- Récupérer le filtrat dans sa bouteille de verre ambré.
- Rincer l'entonnoir de Büchner et l'erlenmeyer à vide avec environ 150 ml de dichlorométhane, et transférer ce dichlorométhane dans la bouteille de verre ambré.
- Placer ensuite cette bouteille sur un agitateur rotatif pour la nuit à environ 54 tours/minute.

3^e étape : Séparation du filtrat et combinaison des phases particulaire et dissoute

- Placer un ballon de 500 ml sous une colonnette de sulfate de sodium. Rincer le ballon ainsi que le sulfate de sodium avec environ 30 ml de dichlorométhane.
- Transférer l'extrait de 3 ml de la phase particulaire dans la colonnette de sulfate de sodium. Rincer le ballon avec trois portions d'hexane et transférer le solvant de rinçage dans la colonnette.
- Transférer la phase dichlorométhane contenue dans la bouteille ambrée à l'aide d'une pipette jetable de 25 ml sur la colonnette de sulfate de sodium qui a servi à l'assèchement de la phase particulaire.
- Ajouter 75 ml de dichlorométhane dans la bouteille ambrée et remettre à l'agitateur rotatif pendant un minimum de 2 heures.
- Séparer de nouveau la phase organique telle qu'il a été mentionné plus haut et combiner ce deuxième extrait au premier après l'avoir asséché sur la colonnette de sulfate de sodium. Ajouter alors 20 ml d'hexane pour le transfert de solvant.
- Mesurer le volume d'échantillon à l'aide d'un cylindre gradué.
- Fixer le ballon à l'évaporateur rotatif (température ambiante).
- Démarrer l'évaporation jusqu'à l'obtention d'un volume d'environ 1 à 2 ml.

7.2.2 Extraction des solides

1^{re} étape : Préparation de l'échantillon

- L'échantillon solide est déposé dans une boîte de Petri préalablement décontaminée (environ 30-40 g d'échantillon) et placée sous la hotte pendant une période de 24 heures ou jusqu'à l'obtention d'un poids constant, soit une différence acceptable de 0,5 mg entre deux pesées effectuées à environ 2 heures d'intervalle. Prendre note du poids de l'échantillon humide et sec (première et deuxième pesée). Seuls les sols et les sédiments sont séchés, les résidus solides ne sont pas séchés.

2^e étape : Extraction des solides

- Introduire environ 5 g du solide dans la cartouche pour ASE. Éviter les particules supérieures à 5 mm.
- Ajouter directement sur le solide 50 µl des étalons de recouvrement de BPC (500 pg/µl).
- Suivre la procédure pour le ASE dans le document interne.
- Lorsque le cycle d'extraction est complet, évaporer l'extrait sous vide jusqu'à l'obtention d'un volume d'environ 2 ml à l'aide d'un évaporateur rotatif dont la température du bain ne dépasse pas environ 26 °C.
- Ajouter 20 ml d'hexane dans le ballon et reprendre l'évaporation jusqu'à un volume d'environ 1 ml.

7.2.3 Extraction des échantillons d'air

7.2.3.1 Train d'échantillonnage (rejets dans l'atmosphère)

- Pour l'extraction des trains d'échantillonnage, il faut se rapporter aux différentes natures de la composition du train. Si seule la résine doit être extraite, suivre la procédure d'extraction par solvant accéléré (ASE).
- Ajouter de façon uniforme et directement sur la résine 50 µl de la solution d'étalons de recouvrement à 500 pg/µl.
- Lorsque le cycle d'extraction est complet, évaporer l'extrait sous vide jusqu'à l'obtention d'un volume d'environ 2 ml à l'aide d'un évaporateur rotatif dont la température du bain ne dépasse pas environ 26 °C.
- Ajouter 20 ml d'hexane dans le ballon et reprendre l'évaporation jusqu'à un volume d'environ 1 ml.

7.2.3.2 Filtre et mousses de polyuréthane (PUF pour air ambiant)

7.2.3.2.1 Préparation de l'échantillon

- À la réception des échantillons, vérifier l'identification de chacune des composantes. Le filtre, comme les deux mousses de polyuréthane, devraient être emballés dans des feuilles d'aluminium.
- Ouvrir le papier d'aluminium contenant le filtre et le laisser sécher au dessiccateur durant un minimum de 6 heures, peser le filtre et noter ce poids sur l'enveloppe de réception du filtre afin d'évaluer le poids des particules.
- Si nécessaire, déterminer le débit moyen par la lecture de la charte, enregistrer les résultats (poids et débit) et calculer le volume échantillonné.

7.2.3.2.2 Extraction du filtre et des mousses de polyuréthane (PUF)

- Introduire les deux mousses de polyuréthane et le filtre dans la cellule d'extracteur ASE en se référant au document interne.

- Ajouter de façon uniforme et directement sur une des deux mousses 50 µl de la solution d'étalons de recouvrement à 500 pg/µl.
- Lorsque le cycle d'extraction est complet, évaporer l'extrait sous vide jusqu'à l'obtention d'un volume d'environ 2 ml à l'aide d'un évaporateur rotatif dont la température du bain ne dépasse pas environ 26 °C.
- Ajouter 20 ml d'hexane dans le ballon et reprendre l'évaporation jusqu'à un volume d'environ 1 ml.

7.2.4 Extraction des échantillons biologiques

Les tissus biologiques sont extraits selon la technique « QuEChERS » et purifiés par GPC. Voir le document interne pour la procédure.

7.2.5 Extraction des résidus organiques

Les résidus organiques sont dilués dans l'hexane et purifiés. Voir le document interne pour la procédure.

7.3 Purification des échantillons

7.3.1 Purification par traitement à l'acide

- Certains échantillons, tels que les sols fortement organiques et les résidus organiques, nécessitent un traitement à l'acide. Le blanc de méthode et les matériaux de référence doivent suivre le traitement.
- Transférer l'extrait à traiter à l'acide dans un tube à centrifugation de 25 ml préalablement décontaminé (jaugé à 6 ml) et rincer le ballon avec trois portions successives d'environ 2 ml d'hexane.
- Ajuster à 6 ml avec de l'hexane.
- Ajouter 15 ml d'acide sulfurique concentré.
- Brasser sur un agitateur culbuteur de type « Réax » pendant au moins 12 heures.
- Centrifuger pendant environ 10 minutes.
- Extraire la partie organique (phase supérieure) et transférer dans un tube à centrifuger décontaminé et jaugé à 1 ml.
- Évaporer sous jet d'azote le tube contenant la partie organique jusqu'à un volume de 1 ml.
- L'échantillon est maintenant prêt pour la purification sur colonne silice multicouche.

7.3.2 Purification par traitement au cuivre

Pour certains échantillons (principalement les sédiments), un traitement au cuivre est nécessaire pour éliminer le soufre.

7.3.2.1 Activation du cuivre

- Juste avant son utilisation, peser environ 15 g de cuivre métallique.

- Ajouter environ 10 ml d'une solution de HCl 1,0 N afin de bien immerger le cuivre.
- Agiter avec une tige de verre, décantier et jeter la solution acide.
- Si nécessaire, répéter la mise en contact avec la solution de HCl 1,0 N jusqu'à l'obtention d'une couleur métallique.
- Rincer par petites portions avec environ 100 ml d'eau distillée.
- Immerger avec deux portions successives de 10 ml d'acétone, suivies de deux portions successives de 10 ml d'hexane afin d'éliminer l'acétone.

7.3.2.2 Traitement au cuivre

- Ajouter quelques milligrammes de cuivre fraîchement activé à l'extrait. Agiter pendant quelques secondes. Si tout le cuivre est devenu noir, ajouter du cuivre et répéter l'agitation. Le soufre (entre autres) a totalement réagi lorsqu'une partie du cuivre ajouté conserve son apparence métallique. L'extrait est par la suite transféré pour la purification sur colonne de silice multicouche.

7.3.3 Purification sur colonne silice multicouche

Préparation de la colonne

- Utiliser une colonne de 20 mm Di × 230 mm préalablement décontaminée.
- Ajouter comme il est indiqué à la figure suivante :
 - un tampon de laine de verre;
 - 0,75 g de silice imprégnée de AgNO₃ 10 %;
 - 0,5 g de silice **décontaminée**;
 - 1,0 g de silice imprégnée de NaOH 1,0 M 33 %;
 - 0,5 g de silice **décontaminée**;
 - 4,0 g de silice imprégnée de H₂SO₄ 44 %;
 - 2,0 g de silice **décontaminée**;
 - 4,0 g ou 1 cm de Na₂SO₄.

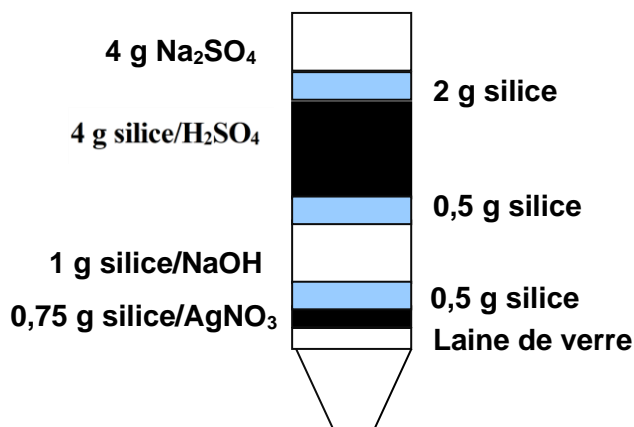


Figure 1 : Colonne multicouche

- Frapper le long de la paroi de la colonne entre chaque addition afin de tasser et d'obtenir des couches planes.
- Pour chacune des colonnes, préparer 100 ml de dichlorométhane/hexane (2 % dichlorométhane).
- Laver cette colonne avec 35 ml de dichlorométhane/hexane (2 % dichlorométhane).
- Placer un ballon à évaporation de 125 ml sous la colonne et transférer l'extrait avec une pipette Pasteur sur la colonne. Rincer le ballon ou le tube contenant l'extrait concentré avec trois portions successives de 5 ml de dichlorométhane/hexane (2 % dichlorométhane).
- Éluer la colonne avec 50 ml de dichlorométhane/hexane (2 % dichlorométhane). Le volume total d'élution équivaut à 65 ml.
- Fixer le ballon à l'évaporateur. Démarrer l'évaporation jusqu'à l'obtention d'un volume d'environ 1 à 2 ml.

7.3.4 Purification sur colonne d'alumine trois fractions

Préparation de la colonne

- Dans une colonne décontaminée (Di 6 - 7 mm), ajouter dans l'ordre :
 - un peu de laine de verre;
 - 2 g d'alumine gardée au dessiccateur;
 - 0,5 cm de Na₂SO₄.
- Décontaminer un tube de 15 ml et deux ballons de 125 ml pour chaque extrait à purifier.
- Jauger le tube à 500 µl précisément.

Purification sur la colonne

- Si nécessaire, concentrer sous azote les tubes d'extrait à 1 ml avant la purification sur colonne.
- Pour chacune des colonnes, préparer : 19 ml de dichlorométhane/hexane (1 % de dichlorométhane); 20 ml de dichlorométhane/hexane (5 % de dichlorométhane) et 25 ml de dichlorométhane/hexane (50 % de dichlorométhane).
- Rincer la colonne avec 8 ml de dichlorométhane/hexane 1 % juste avant d'ajouter l'extrait.
- Ajouter l'extrait et rincer le tube trois fois à partir des 11 ml de dichlorométhane 1 % utilisés pour la F1.
- Récupérer les fractions d'éluat comme suit :
F1 : 11 ml de dichlorométhane/hexane 1 % + 1 ml d'échantillon (ballon de 125 ml);
F2 : 20 ml de dichlorométhane/hexane 5 % (ballon de 125 ml le même que pour F1);
F3 : 25 ml de dichlorométhane/hexane 50 % (ballon de 125 ml).
- La **fraction F1** contient la majorité des congénères de BPC. La **fraction F2** contient les congénères de BPC planaires. Pour l'analyse des BPC congénères, les fractions 1 et 2 sont combinées. La fraction F3 contient l'ensemble des congénères de dioxines et furanes chlorés. Le mélange des fractions 1 et 2 est alors concentré à l'évaporateur sous vide jusqu'à environ 1-2 ml. Ensuite, il est transféré dans un tube de 15 ml et concentré par évaporation sous jet d'azote jusqu'à environ 250 µl. Ajouter 50 µl de la solution étalon volumétrique pour le dosage des BPC congénères (500 pg/µl) préparé à la section 6.20 et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane. Transférer dans un vial.
- Si l'analyse des BPC planaires et coplanaires est requise, la fraction F1 est modifiée de la façon suivante : les premiers 8 ml sont récupérés dans le premier ballon de 125 ml et les 3 ml suivants sont récupérés dans le second ballon avec la fraction F2.

7.3.5 Purification sur colonne d'alumine grand format

NOTE – Certains extraits nécessitent une purification sur une colonne d'alumine de grand format. Cette étape supplémentaire peut être effectuée en remplacement de la purification trois fractions, ou encore par la suite si la F3 n'est pas assez purifiée.

Préparation de la colonne

- Dans une colonne de 2,5 cm Di × 30 cm préalablement décontaminée, ajouter dans l'ordre :
 - un peu de laine de verre;
 - 80 ml d'hexane;
 - 50 g d'alumine gardée au dessiccateur. Taper légèrement la colonne afin d'obtenir une surface plane et un volume uniforme de l'adsorbant. Laisser ensuite l'hexane s'écouler jusqu'à l'égalité de l'alumine.
- Décontaminer un tube de 15 ml et un ballon de 250 ml pour chaque extrait à purifier.

- Jauger le tube à 500 µl précisément.

Purification sur la colonne

- Pour chacune des colonnes, préparer : 170 ml d'hexane; 160 ml de dichlorométhane/hexane (20 % de dichlorométhane).
- Ajouter l'extrait à purifier sur la colonne et rincer le contenant trois fois en utilisant une portion des 170 ml d'hexane.
- Éluer la colonne avec l'hexane restant (fraction rejetée).
- Éluer avec 160 ml de dichlorométhane/hexane 20 % (récupérer cette fraction dans le ballon de 250 ml).
- Fixer le ballon à l'évaporateur rotatif. Débuter l'évaporation jusqu'à l'obtention d'un volume d'environ 1 à 2 ml.
- Transférer dans le tube de 15 ml. Si la solution d'étalon volumétrique a déjà été ajoutée, concentrer par évaporation sous jet d'azote jusqu'au trait de jauge et transférer dans un vial de GC. Si la solution d'étalon volumétrique n'avait pas été ajoutée, concentrer par évaporation sous jet d'azote jusqu'à environ 250 µl. Ajouter 50 µl de la solution étalon volumétrique pour le dosage des BPC congénères (500 pg/µl) et compléter au trait de jauge avec de l'isooctane. Transférer dans un vial.

7.4 Dosage APGC-MS/MS

Analyser les solutions étalons et les échantillons avec le chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse muni d'une source APGC (« **atmospheric pressure gas chromatography** ») opérant en mode MS/MS (MRM) à une résolution d'une unité de masse.

Les conditions chromatographiques sont les suivantes :

| | |
|---------------|--|
| INJECTEUR : | Pulse splitless Température : 310 °C Volume d'injection : 1 µl Pulse time : 1,50 min Pulse pressure : 50 psi |
| COLONNE : | Rtx-Dioxin2 de 60 m × 0,25 mm Di, avec une phase stationnaire de 0,25 µm d'épaisseur Température initiale : 100 °C pendant 1,0 min Rampe n° 1 : 40 °C/min Température : 210 °C pendant 0 min Rampe n° 2 : 5 °C/min Température : 320 °C pendant 5,0 min |
| GAZ VECTEUR : | Hélium avec un débit constant de 1,5 ml/min |

Les conditions du spectromètre de masse sont les suivantes :

Mode d'ionisation : API+
 Énergie de collision : de 30 à 40 eV
 Corona : entre 1 et 3 μ A
 Débits d'azote : Flux auxiliaire : 200 litres/h
 Cone : entre 235 et 275 litres/h
 Ligne de transfert : entre 270 et 300 ml/min

L'analyse des BPC congénères se fait en mode MRM en séparant les congénères en huit groupes.

Tableau 2 : Ordre d'élution approximatif des constituants d'un mélange de BPC

| BPC | 1 ^{er} isomère à éluer | Dernier isomère à éluer | Temps de rétention approximatif (min) |
|-------|---------------------------------|-------------------------|---------------------------------------|
| Tri | 2,2',6 | 3,4,4' | 12,0 – 16,0 |
| Tétra | 2,2',6,6' | 3,3',4,4' | 15,0 – 19,0 |
| Penta | 2,2',4,6,6' | 3,3',4,4',5 | 18,0 – 23,0 |
| Hexa | 2,2',4,4',6,6' | 3,3',4,4',5,5' | 20,5 – 28,0 |
| Hepta | 2,2',3,4',5,6,6' | 2,3,3',4,4',5,5' | 24,0 – 30,0 |
| Octa | 2,2',3,3',5,5',6,6' | 2,3,3',4,4',5,5',6 | 27,5 – 32,5 |
| Nona | 2,2',3,3',4,4',5,5',6 | 2,2',3,3',4,5,5',6,6' | 28,5 – 33,0 |

Tableau 3 : Masses ioniques pour l'analyse des BPC congénères

| Composé | Ions de quantification | |
|--|------------------------------------|------------------------------------|
| | MRM1 | MRM2 |
| Groupe 1 Tri-BPC ¹³ C - Tri-BPC | 255,96 > 186,02 268,00 > 198,06 | 257,96 > 186,02 270,00 > 198,06 |
| Groupe 2 Tétra-BPC ¹³ C - Tétra-BPC | 291,91 > 219,98 303,96 > 232,02 | 291,91 > 221,98 303,96 > 234,02 |
| Groupe 3 Penta-BPC ¹³ C - Penta BPC | 325,89 > 253,95 337,92 > 265,99 | 325,89 > 255,94 337,92 > 267,99 |
| Groupe 4 Hexa-BPC ¹³ C - Hexa BPC | 359,84 > 287,91 371,88 > 299,94 | 359,84 > 289,90 371,88 > 301,94 |
| Groupe 5 Hepta-BPC ¹³ C - Hepta BPC | 393,80 > 323,86 405,84 > 333,91 | 395,80 > 325,86 405,84 > 335,91 |
| Groupe 6 Octa-BPC ¹³ C - Octa BPC | 427,76 > 355,83 439,80 > 367,87 | 427,76 > 357,83 439,80 > 369,87 |
| Groupe 7 Nona-BPC ¹³ C - Nona BPC | 463,72 > 391,79 475,76 > 403,83 | 463,72 > 393,78 475,76 > 405,83 |
| Groupe 8 Deca-BPC ¹³ C - Deca BPC | 497,68 > 425,75 509,72 > 437,79 | 497,68 > 427,74 509,72 > 439,79 |

7.5 Séquence de dosage

Injecter les étalons, échantillons et éléments de contrôle de la qualité selon la séquence décrite ci-dessous. Cette séquence est élaborée à titre indicatif. L'ordre d'injection et le choix des étalons peuvent varier. Il est à noter que l'instrument APGC présente davantage d'effet mémoire (« carryover ») en raison de sa grande sensibilité. L'injection répétée de solvant (isooctane) à la suite d'un étalon ou d'un échantillon concentré est requise.

1. HCB (hexachlorobenzène) 1 pg/μl + phénanthrène 20 pg/μl
2. HCB 1 pg/μl + phénanthrène 20 pg/μl
3. Étalon CS2
4. Étalon CS3
5. Isooctane
6. Isooctane
7. Isooctane

8. Blanc de méthode
9. Éléments de contrôle de la qualité
10. Isooctane
11. Isooctane
12. Isooctane
13. Série d'échantillons (entre 1 et 10)
14. Étalon CS4
15. Étalon CS5

8. Calcul et expression des résultats

8.1 Critères d'identification des substances recherchées

Les constituants sont reconnus comme des BPC si les résultats de la GC-MS/MS satisfont aux critères suivants :

1. Le signal obtenu pour chacun des deux ions choisis, ou la somme des deux ions de chacun des composés, doit être au moins trois fois plus élevé que le bruit de fond (rapport signal/bruit > 3).
2. Le rapport des ions choisis ne doit pas s'écarter de plus de 25 % du rapport obtenu pour le composé correspondant dans la solution étalon ou le rapport isotopique calculé théoriquement.
3. Le temps de rétention pour les deux ions de quantification correspond à une seconde près.

8.2 Méthode de quantification avec une solution étalon volumétrique

Les BPC dosés par APGC le sont à l'aide des courbes d'étalonnage obtenues par l'analyse des solutions étalons. La réponse des différents congénères de BPC parmi les solutions étalons est comparée à la réponse d'un étalon volumétrique spécifique (facteur de réponse relatif). La teneur de chaque BPC rapportée est corrigée en fonction du taux de récupération de l'étalon de recouvrement qui lui est associé. Le certificat d'analyse doit spécifier si les résultats sont corrigés ou non corrigés. À l'occasion de dilutions élevées de l'extrait, il peut arriver que la détermination des étalons de recouvrement ne soit pas possible. Dans ce cas, les résultats des BPC sont rapportés non corrigés et une mention est inscrite sur le certificat d'analyse.

Les résultats de la courbe d'étalonnage qui servent à établir les coefficients de réponse relatifs doivent être d'une qualité suffisante et définissable. L'écart type relatif (RSD) des coefficients relatifs moyens établis pour les quatre ou cinq points de la courbe d'étalonnage doit être inférieur à $\pm 15\%$. Cette dernière valeur correspond effectivement à un critère de linéarité. Pour des cas exceptionnels mais explicables, il est possible d'enlever un point d'étalonnage pour un analyte particulier si au moins trois points de courbe de bonne qualité existent toujours pour cet analyte.

Pour les échantillons solides, les résultats sont exprimés en ng/g de BPC (sur une base sèche ou non) d'après l'équation suivante :

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

où

- C : concentration en BPC mesurés dans l'échantillon (ng/g)
- A : concentration des BPC contenus dans l'extrait injecté (pg/μl)
- V : volume final de l'extrait (ml)
- Q : poids d'échantillon analysé sur base sèche (g)
- F : facteur de dilution

Pour les liquides organiques, les résultats sont exprimés en mg/kg de BPC d'après l'équation suivante :

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

où

- C : concentration en BPC mesurés dans l'échantillon (mg/kg)
- A : concentration des BPC contenus dans l'extrait injecté (pg/μl)
- V : volume final de l'extrait (ml)
- Q : poids d'échantillon analysé sur base sèche (g)
- F : facteur de dilution

Pour les échantillons liquides aqueux, les résultats sont exprimés en pg/l de BPC d'après l'équation suivante :

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

où

- C : concentration en BPC mesurés dans l'échantillon (pg/l)
- A : concentration des BPC contenus dans l'extrait injecté (pg/μl)
- V : volume final de l'extrait (μl)
- Q : volume d'échantillon analysé (l)
- F : facteur de dilution

Pour les échantillons d'air ambiant, les résultats sont exprimés en fg/m³ de BPC d'après l'équation suivante :

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

où

- C : concentration en BPC mesurés dans l'échantillon (fg/m³)
- A : concentration des BPC contenus dans l'extrait injecté (pg/μl)
- V : volume final de l'extrait (μl)
- Q : volume d'échantillon analysé (m³)
- F : facteur de dilution

Pour un composé faisant partie de la classe des groupes homologues et n'ayant pas de facteur de réponse spécifique, le facteur de réponse utilisé est le facteur de réponse moyen des congénères ayant le même nombre d'atomes de chlore. La somme des concentrations des congénères spécifiques pour ce groupe donne la concentration totale pour ce groupe homologue.

8.3 Détermination des limites de détection

Pour le dosage des BPC congénères, le seuil de détection se définit comme la concentration minimale d'une substance qui produira un pic bien défini correspondant au rapport isotopique acceptable et dont le rapport signal/bruit ne sera pas inférieur à 3.

Les variables comme la matrice de l'échantillon, la quantité d'échantillon utilisée, le volume de l'extrait final, le volume d'injection, le taux de recouvrement des étalons marqués, la performance de la colonne de chromatographie, les paramètres utilisés, le bruit électronique ainsi que la sensibilité de l'appareil peuvent tous influencer directement sur le seuil de détection de la méthode.

Lorsqu'il y a lieu, le bruit pour chaque groupe d'isomères doit être déterminé à partir des chromatogrammes réels de l'échantillon. Cependant, lorsque la trace d'un ion de quantification renferme un large pic qui empêche l'observation du bruit, le bruit mesuré pour la trace du même ion, provenant de la solution témoin analysée le même jour, peut être utilisé à titre de valeur par défaut.

Les limites de détection sont dynamiques, c'est-à-dire qu'elles sont calculées par les logiciels d'exploitation en considérant tous ces facteurs en temps réel.

9. Critères d'acceptabilité

Les termes utilisés dans cette section sont définis dans le document *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie* (DR-12-SCA-01) et sont appliqués comme suit :

| Élément de contrôle | Critère d'acceptabilité |
|--|--|
| Blanc de méthode | \leq LQM, sinon il est soustrait |
| Courbe d'étalonnage | L'écart type relatif (RSD) ± 15 % |
| Étalons de vérification | ± 25 % pour 85 % des composés |
| Matériaux de référence (MR) | Chartes de contrôle ($\pm 3 \sigma$) |
| Duplicata | ± 30 % si les résultats $\geq 10 \times$ LQM |
| Étalons de recouvrement (« surrogates ») | 30 - 130 % |

Les chimistes peuvent valider les résultats des analyses à partir de l'ensemble des données du contrôle de la qualité, même s'il y a dépassement des critères.

10. Bibliographie

NOTE - Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, se référer à la dernière édition du document.

ENVIRONNEMENT CANADA. *Méthode de référence pour le dosage des polychlorodibenzoparadioxines (PCDD) et des polychlorodibenzofuranes (PCDF) dans les effluents des usines de pâtes et papiers*, Rapport EPS1/RM/19, 1992.

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, *Tetra- through Octa-Chlorinated Dioxins and Furans by Isotope Dilution HRGC/HRMS*, Method 1613, Revision B, Octobre 1994

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, *Polychlorinated Biphenyl (PCB) Congeners in Water, Soil, Sediment, Biosolids, and Tissue by Low-resolution GC/MS using Selected Ion Monitoring*, Method 1628, Juillet 2021



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

Québec 