

Méthode d'analyse

MA. 400 – Phé 1.0

2024-12-11 (révision 10)

Détermination des composés phénoliques :
dosage par chromatographe en phase
gazeuse couplé à un spectromètre de masse
après dérivation avec l'anhydride acétique

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 : 978-2-555-00159-6 (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.	Interférences	1
4.	Conservation	2
5.	Matériel et appareillage	2
6.	Réactifs et étalons	2
7.	Protocole d'analyse	4
7.1	Préparation du matériel	4
7.2.	Extraction des composés phénoliques	4
7.3.	Dosage des composés phénoliques	8
8.	Calcul et expression des résultats	12
9.	Critères d'acceptabilité	14
10.	Bibliographie	14

1. Domaine d'application

Cette méthode permet l'identification et la quantification d'une quarantaine de composés phénoliques dans les échantillons solides, les rejets dans l'atmosphère et les liquides aqueux.

Le domaine d'étalonnage utilisé pour le dosage par chromatographe en phase gazeuse couplé au spectromètre de masse (GC-MS) se situe entre 0,25 et 20 ng/µl de composés phénoliques.

Le domaine d'application, exprimé en mg/kg pour les solides, en µg total pour les rejets dans l'atmosphère et en µg/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 extraits avec le système d'extraction de type « mélangeur à peinture » à l'aide de dichlorométhane. Ils sont par la suite dérivés à l'aide de l'anhydride acétique pour générer les composés phénoliques sous forme d'ester (estérification).

Les échantillons liquides sont d'abord estérifiés et, par la suite, extraits avec du dichlorométhane.

Ensuite, les composés phénoliques dérivés produits sont concentrés puis analysés par un chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse (GC-MS) fonctionnant dans le mode d'acquisition d'ions sélectifs (« SIM »).

La concentration des composés phénoliques 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 phénoliques tout en tenant compte des surfaces obtenues pour les étalons volumétriques.

Un train d'échantillonnage de rejets dans l'atmosphère est constitué d'une buse et sonde, d'un filtre, d'une résine et d'un barboteur. Les composantes sont extraites séparément et combinées avant l'étape du dosage. Le filtre et la résine sont extraits à l'aide du système d'extraction accélérée de solvant (ASE), avec du dichlorométhane. Le reste des composantes est extrait selon la nature.

3. Interférences

Les interférences peuvent être causées par des contaminants contenus dans les solvants, les réactifs et la verrerie. Tous les solvants et 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 de composés phénoliques est dosé immédiatement après un échantillon dont la concentration en composés phénoliques 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'analyses environnementales* » du site Web du CEAEQ. Lorsqu'une matrice n'est couverte par aucun des 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 et les rejets dans l'atmosphère sont conservés à 4 °C pour une période de 28 jours.

5. Matériel et appareillage

- 5.1. Chromatographe en phase gazeuse, muni d'un injecteur « split/splitless »
- 5.2. Colonne chromatographique capillaire d'une longueur de 30 m x 0,25 mm Di, de type DB-5.625 (ou l'équivalent) dont la phase est d'une épaisseur de 0,25 µm
- 5.3. Spectromètre de masse permettant l'impact électronique
- 5.4. Agitateur rotatif de type « Rollacell »
- 5.5. Évaporateur rotatif sous vide de type « Rotavap »
- 5.6. Balance analytique dont la sensibilité est de 0,1 mg
- 5.7. Agitateur vortex
- 5.8. Système d'évaporation sous jet d'azote
- 5.9. Système d'extraction accéléré de solvant de type « ASE »
- 5.10. Système d'extraction de type « mélangeur à peinture »
- 5.11. Centrifugeuse

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 filtrée sur une membrane de 5 µm, traitée sur charbon activé, déminéralisée.

6.1. Acide sulfurique, H₂SO₄ (CAS n° 7664-93-9) 50 %

Diluer 500 ml d'H₂SO₄ concentré dans environ 400 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.2. Hydroxyde de sodium, NaOH (CAS n° 1310-73-2) 10 et 0,5 N

Dissoudre 400 g de NaOH dans environ 600 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau (solution NaOH 10 N).

Diluer 100 ml NaOH 10N dans 1 500 ml d'eau et compléter à 2 000 ml avec de l'eau (solution de NaOH 0,5N).

6.3. Carbonate de potassium, K₂CO₃ (CAS n° 584-08-7) 75 et 1 % P/V

Dissoudre 1 500 g de K₂CO₃ dans environ 750 ml d'eau et compléter à 2 000 ml avec de l'eau (solution K₂CO₃ à 75 % P/V).

Diluer 1 330 µl de K₂CO₃ 75 % P/V dans 50 ml d'eau et compléter à 100 ml avec de l'eau (solution K₂CO₃ à 1 % P/V).

6.4. Acide ascorbique, C₆H₈O₆ (CAS n° 50-81-7) 10 % P/V

Dissoudre 10 g d'acide ascorbique dans environ 80 ml d'eau déminéralisée et compléter à 100 ml avec de l'eau.

NOTE – Cette solution doit être préparée le jour même de son utilisation.

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

Traiter le Na₂SO₄ en le chauffant à 650 °C pendant une nuit, laisser refroidir au dessiccateur, puis transférer dans un contenant en verre.

6.6. Anhydride acétique, (CH₃CO)₂O (CAS n° 108-24-7)

6.7. Pyridine, C₅H₅N (CAS n° 110-86-1)

6.8. Acétone, (CH₃)₂CO (CAS n° 67-64-1)

6.9. Dichlorométhane, CH₂Cl₂ (CAS n° 75-09-2)

6.10. Méthanol, CH₃OH (CAS n° 67-56-1)

6.11. Solution d'étalons de recouvrement à 100 ng/µl

Une solution mère à environ 1 000 ng/µl de chacun des étalons de recouvrement est préparée dans du méthanol puis un mélange de ces solutions est préparé dans du méthanol afin d'obtenir une solution à 100 ng/µl de chacun des étalons de recouvrement.

6.12. Solution d'étalons volumétriques à 50 ng/µl

Une solution mère à environ 1 000 ng/µl de chacun des étalons volumétriques est préparée dans du dichlorométhane puis un mélange de ces solutions est préparé dans du

dichlorométhane afin d'obtenir une concentration de 50 ng/µl de chacun des étalons volumétriques.

6.13. Solution d'étalons de dosage à 10, 20 et 50 ng/µl

Ces solutions sont obtenues à l'aide de mélanges de composés phénoliques en solution disponibles dans le commerce ou à partir des produits en poudre. Tous ces composés peuvent être dissous soit dans du méthanol, soit dans l'acétone, à l'exception des chlorovanillines, qui doivent être dissous uniquement dans l'acétone. Plusieurs solutions de travail sont faites à partir de ces solutions intermédiaires (voir le document interne pour plus de détails).

NOTE 1 – Si seuls les chlorovanillines ont été préparés dans l'acétone, ne pas mélanger cette solution avec la solution contenant les autres composés phénoliques.

NOTE 2 – En raison de sa courte période de conservation à cette concentration, la solution d'iso-eugénol est préparée à chaque séquence et n'est pas combinée à la solution contenant les autres composés phénoliques. Par contre, la solution servant à préparer cette solution à 10 ng/µl est stable.

7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, 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

Tout le matériel utilisé (verrerie, pinces, laine de verre, Na₂SO₄, etc.) doit préalablement être décontaminé avec les solvants appropriés.

7.1.1 Décontamination de la résine pour les rejets dans l'atmosphère

- La décontamination de la résine se fait avec le système d'extraction accéléré de solvant (ASE) (voir le document interne s'y rattachant).
- Lorsque le cycle du ASE est achevé, retirer la résine et la conserver dans un pot en verre ambré préalablement décontaminé au dessiccateur.

7.2. Extraction des composés phénoliques

7.2.1. Échantillons solides

- Peser environ précisément 5 g d'échantillon dans un vial clair de 40 ml. Éviter les particules supérieures à 5 mm. Ajouter environ 5 g de Na₂SO₄ jusqu'à ce qu'il soit visuellement sec. Laisser reposer, au besoin, le temps que le Na₂SO₄ fasse effet et en rajouter si nécessaire. Le pourcentage d'humidité est fait sur une autre portion de l'échantillon pour déterminer le poids sec.
- Ajouter 100 µl de la solution de recouvrement à 100 ng/µl.
- Ajouter 10 ml de dichlorométhane à l'aide d'une pipette volumétrique.

- Ajouter ensuite 50 µl d'anhydride acétique et 50 µl de pyridine et vortexer environ 10 secondes.
- Mettre sur le mélangeur à peinture pour 30 minutes.
- Laisser reposer jusqu'à ce que les vials soient froids. Environ 5 minutes.
- Centrifuger 2 minutes à 1 600 RPM.
- Prélever à l'aide d'une pipette volumétrique 5 ml de surnageant dans un tube calibré à 2 ml avec du dichlorométhane.
- Ajouter pour la deuxième fois 50 µl d'anhydride acétique et 50 µl de pyridine et vortexer environ 10 secondes.
- Laisser reposer 20 minutes dans un bain-marie dont la température du bain ne dépasse pas 26 °C.
- Évaporer à 2 ml exactement.
- Ajouter 400 µl de la solution de K₂CO₃ à 1 % et vortexer environ 10 secondes.
- Laisser reposer 15 minutes.
- Centrifuger 1 minute à 1 600 RPM.
- Transférer 1 ml dans un tube calibré à 1 ml et 0,5 ml avec du dichlorométhane.
- Évaporer à environ 250 µl et ajouter 100 µl de la solution d'étalons volumétriques à 50 ng/µl et recalibrer à 500 µl avec du dichlorométhane.

7.2.1.1. Préparation de la courbe d'étalonnage pour solides extraits au mélangeur à peinture et pour la résine au « ASE »

Dans 6 tubes calibrés à 2 et 4 ml, introduire comme tels :

- 12,5 µl du PHE-NATR04-20 (voir section 7.3.1) : point de courbe 0,25 ng/µl
- 50 µl du PHE-NATR04-20 : point de courbe 1 ng/µl
- 125 µl du PHE-NATR04-20 : point de courbe 2,5 ng/µl
- 250 µl du PHE-NATR04-20 : point de courbe 5 ng/µl
- 500 µl du PHE-NATR04-20 : point de courbe 10 ng/µl
- 750 µl du PHE-NATR04-20 : point de courbe 15 ng/µl
- Compléter tous les tubes à 4 ml avec du dichlorométhane.
- Ajouter ensuite 50 µl d'anhydride acétique et 50 µl de pyridine dans chacun des tubes et vortexer 10 secondes.
- Laisser reposer 20 minutes dans un bain-marie dont la température du bain ne dépasse pas 26 °C.

- Évaporer à 2 ml exactement puis suivre la même procédure que pour les échantillons solides au point 7.2.1. au niveau de la solution de K_2CO_3 à 1 %.

7.2.2. Échantillons liquides aqueux

- Pour chaque série d'échantillons aqueux, préparer un blanc de méthode avec 800 ml d'eau acidifiée (environ 2 ml de la solution 50 % H_2SO_4 dans l'eau) et préparer un contrôle de qualité.
- Introduire 800 ml d'échantillon acidifié dans une bouteille de 1 litre à goulot étroit.
- Ajouter 100 μ l de la solution combinée d'étalons de recouvrement de 100 ng/ μ l.
- Pour la courbe d'étalonnage, ajouter les solutions suivantes dans 1 bouteille de 800 ml d'eau acidifiée (environ 2 ml de la solution 50 % H_2SO_4 dans l'eau) : 2 ml d'étalons phénol PHE-NATR04-20, 0,8 ml d'étalons phénol PHE-NAIN19-50, 4 ml d'étalons phénol PHE-NATR02-10, et 4 ml d'étalons phénol PHE-NATR03-10 (voir section 7.3.1 pour les composés contenus dans chaque solution).
- Procéder à la dérivation des composés phénoliques pour les échantillons et la courbe.

7.2.2.1. Dérivation des composés phénoliques

- Ajouter 5 ml de la solution d'acide ascorbique 10 % (P/V).

NOTE – L'acide ascorbique est ajouté afin d'empêcher l'oxydation des catéchols et des vanillines, ce qui facilite leur dérivation.

- Ajouter 10 ml de la solution de K_2CO_3 75 % (P/V). Vérifier le pH avec une bandelette à pH et ajuster celui-ci entre 9 et 10 en ajoutant un peu plus de K_2CO_3 75 % au besoin.

NOTE – Il y a un risque de réaction d'émulsion assez intense lors de cette étape. Ajouter le K_2CO_3 doucement.

- Ajouter 5 ml d'anhydride acétique.
- Agiter manuellement pour libérer la surpression.
- Mettre au « Rollacell » 5 minutes à 54 tr/min et laisser reposer pendant au moins 45 minutes.
- Ajouter 70 ml de dichlorométhane. Agiter légèrement et laisser échapper la surpression.
- Placer sur le « Rollacell » à environ 54 tr/min toute la nuit.
- Récupérer la phase organique (phase inférieure) à l'aide d'une pipette volumétrique. Assécher la phase organique en la faisant passer à travers une colonnette contenant environ 6 cm de Na_2SO_4 puis en la recueillant dans un ballon à évaporation de 500 ml.
- Ajouter 70 ml de dichlorométhane dans la bouteille. Placer sur l'extracteur rotatif, ajuster la vitesse de rotation à environ 54 tr/min et laisser tourner pendant 30 minutes.

- Récupérer la phase organique dans le même ballon à évaporation de 500 ml. Rincer la colonnette avec de petites portions de dichlorométhane.
- Mesurer le volume d'extraction.
- Évaporer 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 26 °C.
- Transférer dans un tube calibré à 500 µl pour les échantillons et à 1 ml et 2 ml pour la solution d'étalonnage. Concentrer l'extrait recueilli sous un jet d'azote jusqu'à l'obtention d'un volume inférieur au volume désiré.
- Pour les échantillons, ajouter 100 µl de la solution combinée d'étalons volumétriques à 50 ng/µl par 500 µl de volume final et compléter au volume final désiré avec du dichlorométhane.
- Pour les solutions d'étalonnage, prélever du tube calibré à 1 et 2 ml les volumes suivants pour faire chaque point de courbe.

Concentration point de la courbe (ng/µl)	Volume du tube d'étalonnage (µl)	Volume étalons volumétriques (µl)	Volume dichlorométhane (µl)
1	25	100	375
2,5	62,5	100	337,5
5	125	100	275
10	250	100	150
15	375	100	25
20	800	200	-

- Effectuer le dosage tel que décrit à la section 7.3.

7.2.3 Échantillons rejets atmosphériques (résine et filtre), extraction par « ASE »

- Pour chaque série d'échantillons, préparer un blanc de méthode avec environ précisément 5 g de résine préalablement décontaminée et préparer un contrôle de qualité.
- Transférer l'échantillon dans un cylindre d'extraction pour le « ASE ».
- Ajouter 100 µl de la solution combinée d'étalons de recouvrement de 100 ng/µl.
- Ajouter 50 µl d'anhydride acétique et 50 µl de pyridine.
- Utiliser la méthode appropriée du « ASE » pour cette extraction.
- Une fois l'extraction terminée, transvider le solvant dans un ballon.
- Évaporer 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 26 °C.
- Transférer le tout dans un tube calibré à 2 ml.

- Suivre la procédure des sols à la section 7.2.1 au niveau de la solution de K₂CO₃.
- Les différents extraits (natures différentes) sont combinés après la dérivation pour les sols et après l'extraction pour les eaux.
- Pour la courbe d'étalonnage, procéder de la même façon que pour les échantillons solides (voir section 7.2.1.1).

7.3. Dosage des composés phénoliques

7.3.1. Conditions instrumentales

Mode d'injection	« <i>pulse-splitless</i> »
Liner	De type « <i>goose neck</i> »
Température de l'injecteur	250 °C
Pression du pulse	20 psi
Volume d'injection	1 µl
Colonne	Colonne de type DB-5.625 d'une longueur de 30 m x 0,25 mm Di avec une phase stationnaire de 0,25 µm
Débit	Débit constant à 1,1 ml/min (38 cm/s)
Programmation de température	Température initiale : 40 °C durant 0,5 minute 1 ^{er} palier de programmation : Taux : 20 °C/min Final : 120 °C pendant 0 minute 2 ^e palier de programmation : Taux : 2 °C/min Final : 170 °C pendant 0 minute 3 ^e palier de programmation : Taux : 25 °C/min Final : 310 °C pendant 5 minutes
Conditions du spectromètre de masse	
Mode d'ionisation	Impact électronique
Type de source	EI source
Mode d'acquisition	Ions sélectifs (SIM)
Température de la ligne de transfert	250 °C
Température de la source	230 °C
Température du quadripôle	150 °C

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

Nom du composé	Groupe	CAS n°	Ions de quantification (m/z)		T. de réten. app. min.
Nitrobenzène-d ₅ (SI-1)	SI-1	4165-60-0	82,10	128,05	6,30
Phénol-d ₅ (SU-1)	SI-1	4165-62-2	99,05	141,05	5,95
Phénol (PHE-NATR04-20)	SI-1	108-95-2	94,10	136,05	5,98
o-Crésol (PHE-NATR04-20)	SI-1	95-48-7	107,05	108,05	6,98
m-Crésol (PHE-NATR04-20)	SI-1	103-39-4	107,05	108,05	7,41
p-Crésol (PHE-NATR04-20)	SI-1	106-44-5	107,05	108,05	7,52
2-Chlorophénol-d ₄ (SU-2)	SI-1	93951-73-6	131,95	133,95	8,06
2-Chlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-1	95-57-8	127,95	129,95	8,06
3-Chlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-1	108-43-0	127,95	129,95	8,64
4-Chlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-1	106-48-9	127,95	129,95	8,80
2,4-Diméthylphénol (PHE-NATR04-20)	SI-1	105-67-9	107,05	122,10	8,86
Guaiacol* (PHE-NAIN19-50)	SI-1	90-05-1	109,05	124,10	9,28
2-Fluorobiphényle (SI-2)	SI-2	321-60-8	172,05	171,05	12,43
2,6-Dichlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-2	87-65-0	161,95	163,95	10,99
4-Chloro-3-méthylphénol* (PHE-NAIN19-50)	SI-2	59-50-7	142,05	107,05	11,35
2,4+2,5-Dichlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-2	120-83-2 583-78-8	161,95	163,95	11,63
3,5-Dichlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-2	591-35-5	161,95	163,95	12,04
Catéchol* (PHE-NAIN19-50)	SI-2	120-80-9	110,05	152,10	12,43
2,3-Dichlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-2	576-24-9	161,95	163,95	12,54
2-Nitrophénol (PHE-NATR04-20)	SI-2	88-75-5	139,05	109,05	12,85
3,4-Dichlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-2	95-77-2	161,95	163,95	13,48
4-Chloroguaiacol* (PHE-NAIN19-50)	SI-2	16766-30-6	157,95	159,95	14,07
2,4,6-Trichlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-2	88-06-2	195,95	197,95	14,70
4-Nitrophénol (PHE-NATR04-20)	SI-2	100-02-7	139,05	109,05	15,84
2,3,6-Trichlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-2	933-75-5	195,95	197,95	16,40

Nom du composé	Groupe	CAS n°	Ions de quantification (m/z)		T. de réten. app. min.
2,3,5-Trichlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-2	933-78-8	195,95	197,95	16,74
2,6-Dibromophénol (SU-3)	SI-2	608-33-3	251,85	253,85	16,99
2,4,5-Trichlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-2	95-95-4	195,95	197,95	17,00
4,5-Dichlorovératrole* (PHE-NAIN19-50)	SI-2	2772-46-5	206,00	208,00	17,47
Eugénol* (PHE-NAIN19-50)	SI-2	97-53-0	149,10	164,05	17,82
4-Chlorocatéchol* (PHE-NAIN19-50)	SI-2	2138-22-9	144,00	146,00	18,08
4,6-Dichloroguaiacol* (PHE-NAIN19-50)	SI-2	16766-31-7	191,95	193,95	18,70
2,3,4-Trichlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-2	15950-66-0	195,95 199,95	197,95	18,78
3,4,5-Trichlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-2	609-19-8	195,95	197,95	19,45
Phénanthrène-d ₁₀ (SI-3)	SI-3	1517-22-2	188,15	184,10	29,81
4,5-Dichloroguaiacol* (PHE-NAIN19-50)	SI-3	2460-49-3	191,95	193,95	21,11
Iso-eugénol* (PHE-NATR03-10)	SI-3	97-54-1	149,10	164,05	21,93
2,3,5,6-Tétrachlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-3	935-95-5	229,95	231,95	22,09
3,5-Dichlorocatéchol* (PHE-NAIN19-50)	SI-3	13673-92-2	178,00	180,00	22,17
2,3,4,6-Tétrachlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-3	58-90-2	229,95	231,90	22,30
3,4,5-Trichlorovératrol* (PHE-NAIN19-50)	SI-3	16766-29-3	240,00	242,00	22,85
6-Chlorovanilline* (PHE-NATR02-10)	SI-3	18268-76-3	186,00	187,95	23,69
2,3,4,5-Tétrachlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-3	4901-51-3	229,95	231,90	25,09
4,5-Dichlorocatéchol* (PHE-NAIN19-50)	SI-3	3428-24-8	178,00	180,00	25,30
3,4,5-Trichloroguaiacol* (PHE-NAIN19-50)	SI-3	57057-83-7	227,95	225,95	26,19
2,4,6-Tribromophénol (SU-4)	SI-3	118-79-6	329,80	331,80	27,02

Nom du composé	Groupe	CAS n°	Ions de quantification (m/z)		T. de réten. app. min.
Tétrachlorovératrol* (PHE-NAIN19-50)	SI-3	944-61-6	276,00	273,90	26,30
4,5,6-Trichloroguaiacol* (PHE-NAIN19-50)	SI-3	2668-24-8	225,95	227,95	27,87
5,6-Dichlorovanilline* (PHE-NATR02-10)	SI-3	18268-69-4	219,95	221,95	30,05
Pentachlorophénol (PHE-NATR04-20)	SI-3	87-86-5	265,80	267,80	30,70
Pentachlorophénol- ¹³ C ₆ (SU-5)	SI-3	85380-74-1	271,90 273,90	275,90	30,69
3,4,5-Trichlorocatéchol* (PHE-NAIN19-50)	SI-3	56961-20-7	211,90	214,00	31,17
Tétrachloroguaiacol* (PHE-NAIN19-50)	SI-3	2539-17-5	261,90	259,95	32,32
3,4,5-Trichlorosyringol* (PHE-NAIN19-50)	SI-3	2539-26-6	255,95	257,95	33,45
Tétrachlorocatéchol* (PHE-NAIN19-50)	SI-3	1198-55-6	245,90	247,85	36,38

* Uniquement pour les échantillons aqueux
SI : Standard interne (étalon volumétrique)
SU : Surrogate (étalon de recouvrement)

7.3.2 Calibration du spectromètre de masse

Avant de procéder à toute série de dosage des échantillons, faire un « autotune » du spectromètre de masse à l'aide du perfluorotributylamine (PFTBA). Ce composé est utilisé pour calibrer le spectromètre de masse et s'assurer de la constance des différents 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. Pour ce faire, la régression quadratique, linéaire ou le facteur de réponse moyen est utilisé. Un minimum de trois points d'étalonnage doit être utilisé. Dans le cas de la courbe de régression linéaire, le facteur de corrélation doit être supérieur à 0,99 pour tous les composés présents dans le mélange de standard d'étalonnage. Pour l'utilisation du facteur de réponse moyen, l'écart type relatif (%RSD) ne doit pas être supérieur à 20 % pour tous les composés.

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, échantillons et éléments de contrôle de la qualité selon la séquence décrite ci-dessous. Cette séquence est élaborée à titre indicatif.

- Dichlorométhane
- Étalon de 0,25 ng/μl
- Étalon de 1 ng/μl
- Étalon de 2,5 ng/μl
- Étalon de 5 ng/μl
- Étalon de 10 ng/μl
- Étalon de 15 ng/μl
- Dichlorométhane
- Blanc de méthode
- Éléments de contrôle de la qualité
- Série d'échantillons (entre 5 et 8)
- 2 étalons de vérification en alternance
- Série d'échantillons (entre 5 et 8)
- 2 étalons de vérification en alternance
- Terminer avec 2 ou 3 dichlorométhane

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 composés phénoliques

Le temps de rétention de chacun des composés phénoliques 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 par composé phénolique doit être égal à celui 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 min.

8.2 Calcul des résultats

Les composés phénoliques sont dosés à l'aide des courbes d'étalonnage obtenues par l'analyse des solutions étalons. La réponse des différents composés phénoliques parmi les solutions étalons est comparée à la réponse d'un étalon volumétrique spécifique. La section 7.3.1 décrit les composés phénoliques et l'étalon volumétrique correspondant.

Pour les échantillons solides, seuls les composés phénoliques mentionnés dans la Politique de protection des sols et de réhabilitation des terrains contaminés sont considérés et les résultats sont exprimés en mg/kg de composés phénoliques (sur une base sèche*) d'après l'équation suivante :

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

Où :

- C : concentration des composés phénoliques contenus dans l'échantillon (mg/kg) pour les solides;
- A : concentration des composés phénoliques contenus dans l'extrait injecté (ng/μl);
- 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;
- * : le pourcentage d'humidité est déterminé sur un autre sous-échantillon.

Pour les échantillons liquides aqueux, les résultats sont exprimés en μg/l de composés phénoliques d'après l'équation suivante :

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

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

Pour les échantillons des rejets dans l'atmosphère, les résultats sont exprimés en μg de composés phénoliques d'après l'équation suivante (mêmes composés que les sols) :

$$C = A \times V \times F$$

Où :

- C : concentration des composés phénoliques contenus dans l'échantillon (μg);
- A : concentration des composés phénoliques contenus dans l'extrait injecté (ng/μl);
- V : volume final de l'extrait 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 :

Élément de contrôle	Critère d'acceptabilité
Étalons volumétriques	± 50 % dans une même séquence
Courbe d'étalonnage	L'écart type relatif (RSD) ± 20 % si facteur de réponse $R^2 \geq 0,990$ si régression linéaire
Étalons de vérification	± 25 % pour 85 % des composés
Blanc de méthode	≤ LQM, sinon il est soustrait
Étalons de recouvrement	De 30 à 130 %
Duplicata	± 30 % pour 70 % des composés (si > 10 LQM)
Matériaux de référence	Graphiques de contrôle ($\pm 3 \sigma$)

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.

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, Test Methods for Evaluating Solid Waste – Physical/Chemical Methods – Method 8270, SW – 846.



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

Québec 