

Méthode d'analyse

MA. 400 – Pest 1.0

2024-12-19 (révision **1**)

Détermination des pesticides de type organophosphoré, triazine, carbamate, urée substituée, phtalimide et pyréthriinoïde dans l'eau, les sols et les sédiments : extraction liquide-liquide, dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse

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 – 2024
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN : 978-2-555-00199-2 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2024

TABLE DES MATIÈRES

| | |
|-------------------------------------------------------------------------|----|
| Introduction | 1 |
| 1. Domaine d'application | 2 |
| 2. Principe et théorie | 6 |
| 3. Interférence | 6 |
| 4. Conservation | 6 |
| 5. Matériel et appareillage | 7 |
| 6. Réactifs et étalons | 7 |
| 7. Protocole d'analyse | 13 |
| 7.1 Préparation de l'échantillon d'eau | 14 |
| 7.2 Préparation de l'échantillon de sol | 15 |
| 7.3 Préparation de la courbe d'étalonnage pour le dosage du tébuthiuron | 16 |
| 7.4 Dosage | 16 |
| 8. Calcul et expression des résultats | 17 |
| 9. Critères d'acceptabilité | 18 |
| 10. Bibliographie | 18 |

Introduction

L'utilisation des pesticides est très répandue au Québec. Ceux-ci servent notamment dans l'industrie agroalimentaire et l'utilisation domestique, pour le contrôle des insectes, des mauvaises herbes et des microorganismes.

Les produits utilisés sont très diversifiés et sont choisis en fonction des cultures ciblées, de même que des problèmes rencontrés en cours de saison. Afin d'assurer un suivi adéquat de ces substances, qui peuvent se trouver dans l'environnement, nous devons avoir recours à plusieurs méthodes d'analyses.

Cette méthode permet la détermination de 83 pesticides répartis dans différents groupes chimiques.

| Groupe de pesticides | Paramètres |
|----------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Herbicides et fongicides de type triazine | Atrazine (h), cyanazine (h), dééthyleatrazine (h), désisopropylatrazine (h), métribuzine (h), myclobutanil (f) et simazine (h) |
| Insecticides organophosphorés | Azinphos-méthyl, chlorfenvinphos, chlorpyrifos, diazinon, dichlorvos, diméthoate, disulfoton, famphur, parathion, fénitrothion, fonofos, malaoxon, malathion, parathion-méthyl, méthidation, mévinphos, phorate, phosalone, phosmet et terbufos |
| Insecticides, herbicides et fongicides de type carbamate | Bendiocarbe (i), Busan (f), Butilate (h), carbaryl (i), carbofuran (i), eptc (h), dichlobénil (h), 2,6-dichlorobenzamide (h), métoxychlore (i), pirimicarbe (i), propoxur (i) et chlorprophame (h) |
| Herbicides et fongicide de type urée | Diuron (h), linuron (h), tébuthiuron (h), chloroxuron (h), bromacile (h) et iprodione (f) |
| Fongicides de type phtalique | Captane et captafol |
| Insecticides de type pyréthrianoïde de synthèse | Cyperméthrine, deltaméthrine, perméthrine et cyhalothrine |
| Herbicides de type chloroacéténamide | Diméthénamide, métolachlore et propyzamide |
| Autres | Diméthomorphe (f), chlorothalonil (f), 1-naphthol (i), képone (i), napropamide (h), trifluraline (h), pyraclostrobine (f), fludioxonil (f), trifloxystrobine (f), azoxystrobine (f), boscalide (f), triticonazole (f), propiconazole (f), métalaxyle (f), quintozène (f), chloronèbe (f), carfentrazone-éthyle (h), trinexapac-éthyle, pendiméthaline (h), diméthazone (h), aldrine (i), dieldrine (i), fluazinam (f), penthiopyrad (f), tebuconazole (f), terbacil (h), tetraconazole (f), difénoconazole (f) et metconazole (f) |

1. Domaine d'application

Cette méthode s'applique à la détermination des pesticides dans les eaux souterraines, les eaux de surface, l'eau potable, les sols et les sédiments.

Le domaine d'application pour chacun des pesticides dans l'eau est décrit dans le tableau qui suit.

Note – Ce domaine tient compte d'un facteur de concentration de 1000.

| Paramètres | Limite inférieure (µg/l) | Limite supérieure (µg/l) |
|-----------------------|--------------------------|--------------------------|
| Aldrine | 0,01 | 1,7 |
| Atrazine | 0,01 | 2,5 |
| Azinphos-méthyl | 0,10 | 14,0 |
| Azoxystrobine | 0,10 | 1,2 |
| Bendiocarbe | 0,02 | 1,7 |
| Boscalide | 0,07 | 2,5 |
| Bromacile | 0,12 | 5,0 |
| Busan | 0,03 | 2,5 |
| Butilate | 0,03 | 1,7 |
| Captafol | 0,04 | 5,0 |
| Captane | 0,02 | 5,0 |
| Carbaryl | 0,04 | 5,0 |
| Carbofuran | 0,02 | 2,5 |
| Carfentrazone-éthyle | 0,03 | 2,5 |
| Chlorfenvinphos | 0,04 | 5,0 |
| Chloronèbe | 0,06 | 5,0 |
| Chlorothalonil | 0,04 | 5,0 |
| Chloroxuron | 0,18 | 2,5 |
| Chlorprophame | 0,03 | 5,0 |
| Chlorpyrifos | 0,01 | 2,5 |
| Cyanazine | 0,03 | 2,5 |
| Cyhalothrine | 0,04 | 5,0 |
| Cyperméthrine | 0,07 | 2,5 |
| Dééthyleatrazine | 0,02 | 2,5 |
| Désisopropylatrazine | 0,01 | 2,5 |
| Deltaméthrine | 0,08 | 10,0 |
| Diazinon | 0,01 | 2,5 |
| Dichlobénil | 0,04 | 5,0 |
| 2,6-Dichlorobenzamide | 0,02 | 1,7 |
| Dichlorvos | 0,05 | 5,0 |
| Dieldrine | 0,02 | 2,5 |
| Difénoconazole | 0,15 | 6,0 |
| Diméthazone | 0,03 | 1,7 |
| Diméthénamide | 0,02 | 2,5 |

| Paramètres | Limite inférieure (µg/l) | Limite supérieure (µg/l) |
|------------------|--------------------------|--------------------------|
| Diméthoate | 0,02 | 2,5 |
| Diméthomorphe | 0,17 | 10,0 |
| Disulfoton | 0,01 | 3,5 |
| Diuron | 0,28 | 4,0 |
| EPTC | 0,02 | 2,5 |
| Fénitrothion | 0,02 | 5,0 |
| Fluazinam | 0,05 | 10,0 |
| Fludioxonil | 0,03 | 5,0 |
| Fonofos | 0,01 | 2,5 |
| Iprodione | 1,1 | 2,5 |
| Linuron | 0,06 | 5,0 |
| Malathion | 0,02 | 2,5 |
| Malaoxon | 0,03 | 6,0 |
| Métalaxyle | 0,05 | 5,0 |
| Metconazole | 0,47 | 8,0 |
| Méthidathion | 0,03 | 5,0 |
| Métolachlore | 0,01 | 2,5 |
| Métoxychlore | 0,02 | 1,2 |
| Métribuzine | 0,01 | 2,5 |
| Mévinphos | 0,03 | 2,5 |
| Myclobutanil | 0,02 | 2,5 |
| 1-naphthol | 0,04 | 2,5 |
| Napropamide | 0,06 | 20,0 |
| Parathion | 0,02 | 2,5 |
| Parathion-méthyl | 0,02 | 2,5 |
| Pendiméthaline | 0,03 | 5,0 |
| Penthiopyrad | 0,07 | 6,0 |
| Perméthrine | 0,13 | 10,0 |
| Phorate | 0,02 | 3,5 |
| Phosalone | 0,03 | 2,5 |
| Phosmet | 0,05 | 5,0 |
| Pirimicarbe | 0,03 | 1,5 |
| Propiconazole | 0,36 | 20,0 |
| Propoxur | 0,02 | 2,5 |
| Propyzamide | 0,03 | 5,0 |
| Pyraclostrobin | 0,33 | 20,0 |
| Quintozène | 0,03 | 3,5 |
| Simazine | 0,01 | 2,5 |
| Tebuconazole | 0,10 | 20,0 |
| Tébutiuron | 0,24 | 4,0 |
| Terbufos | 0,04 | 1,7 |

| Paramètres | Limite inférieure (µg/l) | Limite supérieure (µg/l) |
|-------------------|--------------------------|--------------------------|
| Terbacil | 0,01 | 2,5 |
| Tetraconazole | 0,12 | 10,0 |
| Trifloxystrobine | 0,03 | 2,5 |
| Trifluraline | 0,02 | 3,5 |
| Trinexapac-éthyle | 0,75 | 10,0 |
| Triticonazole | 0,34 | 20,0 |

Note – Si la présence de tébuthiuron est détectée dans les sols, sa concentration sera déterminée en utilisant une courbe d'étalonnage contenant seulement celui-ci.

Le domaine d'application pour chacun des pesticides dans les sols et les sédiments est décrit dans le tableau qui suit.

| Paramètres | Limite inférieure (µg/g) | Limite supérieure (µg/g) |
|----------------------|--------------------------|--------------------------|
| Aldrine | nd | nd |
| Atrazine | 0,006 | 0,40 |
| Azinphos-méthyl | 0,07 | 1,0 |
| Bendiocarbe | 0,005 | 0,50 |
| Butilate | 0,008 | 0,25 |
| Captafol | 0,02 | 0,50 |
| Captane | 0,02 | 0,50 |
| Carbaryl | 0,02 | 0,60 |
| Carbofuran | 0,01 | 0,40 |
| Chlorfenvinphos | 0,02 | 0,50 |
| Chlorothalonil | 0,03 | 0,50 |
| Chloroxuron | 0,02 | 0,80 |
| Chlorpyriphos | 0,01 | 0,30 |
| Cyanazine | 0,02 | 0,40 |
| Cyhalothrine | 0,02 | 0,50 |
| Cyperméthrine | 0,04 | 0,70 |
| Dééthyle atrazine | 0,02 | 0,30 |
| Désisopropylatrazine | 0,02 | 0,30 |
| Deltaméthrine | 0,03 | 1,0 |
| Diazinon | 0,006 | 0,20 |
| Dichlobénil | 0,01 | 0,50 |
| Dichlorvos | 0,02 | 0,50 |
| Dieldrine | nd | nd |

| Paramètres | Limite inférieure (µg/g) | Limite supérieure (µg/g) |
|------------------|--------------------------|--------------------------|
| Diméthénamide | 0,01 | 0,40 |
| Diméthoate | 0,02 | 0,30 |
| Diméthomorphe | 0,05 | 2,0 |
| Disulfoton | nd | nd |
| Diuron | 0,09 | 2,8 |
| EPTC | 0,005 | 0,20 |
| Famphur | 0,03 | 1,0 |
| Fénitrothion | 0,02 | 0,50 |
| Fonofos | 0,006 | 0,20 |
| Képone | 0,03 | 0,50 |
| Linuron | 0,03 | 0,80 |
| Malathion | 0,009 | 0,30 |
| Méthidathion | 0,01 | 0,50 |
| Métolachlore | 0,005 | 0,3 |
| Métribuzine | 0,01 | 0,40 |
| Mévinphos | 0,01 | 0,40 |
| Myclobutanil | 0,02 | 0,40 |
| Napropamide | 0,04 | 1,0 |
| Parathion | 0,04 | 0,60 |
| Parathion-méthyl | 0,01 | 0,2 |
| Perméthrine | 0,04 | 2,0 |
| Phorate | 0,09 | 0,70 |
| Phosalone | 0,02 | 0,30 |
| Phosmet | 0,02 | 0,50 |
| Pirimicarbe | 0,01 | 0,50 |
| Simazine | 0,02 | 0,30 |
| Tébuthiuron | 0,07 | 2,1 |
| Terbufos | 0,06 | 0,40 |
| Trifluraline | 0,004 | 0,60 |

Les données de validation et de performance méthodologique sont disponibles dans les documents qualité de la Division de chimie organique du milieu.

2. Principe et théorie

Échantillons d'eau :

Les pesticides sont extraits de l'échantillon avec du dichlorométhane. L'extrait est réduit à un petit volume et ensuite concentré sous jet d'argon.

Les pesticides sont séparés dans une colonne de chromatographie en phase gazeuse. Le détecteur utilisé est un spectromètre de masse qui permet l'identification et la confirmation des composés à l'aide des temps de rétention. Ceux-ci diffèrent pour la plupart des pesticides dosés. Les concentrations de pesticides contenues dans l'échantillon sont calculées en comparant les surfaces des pics des produits de l'échantillon à celles qui sont obtenues avec des solutions étalons de concentrations connues.

Échantillons de sol et sédiments :

Les pesticides sont extraits de l'échantillon avec de l'acétate d'éthyle. L'extrait est réduit à un petit volume et ensuite concentré sous jet d'argon.

Les pesticides sont analysés par chromatographie en phase gazeuse. Le détecteur utilisé est un spectromètre de masse dans le mode de balayage des ions. Les concentrations de pesticides contenues dans l'échantillon sont calculées en comparant les surfaces des pics des produits de l'échantillon à celles qui sont 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 au moyen d'une analyse de solutions témoins.

Les interférences causées par une contamination peuvent survenir lorsqu'un échantillon contenant une faible concentration des pesticides recherchés est dosé immédiatement après un échantillon dont la concentration des pesticides recherchés est plus élevée (effet de mémoire). Après le dosage de cet échantillon, une ou plusieurs injections d'isooctane doivent être faites afin d'éliminer l'effet de mémoire.

4. Conservation

Échantillons d'eau

Prélever un échantillon représentatif d'environ 500 ml dans un contenant en verre de type Pyrex d'une capacité de 1 litre.

Les échantillons doivent être acheminés le plus rapidement possible au laboratoire. Au moment de la réception des échantillons, 50 ml de dichlorométhane sont ajoutés afin de stabiliser les composés.

Conserver l'échantillon à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'extraction ne doit pas excéder 14 jours.

Échantillons de sol et de sédiments

Prélever un échantillon représentatif d'environ 200 g dans un contenant en verre exempt de contamination. Conserver l'échantillon à -20 °C jusqu'à 180 jours.

5. Matériel et appareillage

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

- 5.1 Chromatographe en phase gazeuse de marque Agilent, 7890A muni d'un spectromètre de masse de modèle 5975C.
 - 5.1.1. Échantillonneur automatique PAL de marque CTC Analytics (Agilent), modèle G6501B.
- 5.2 Colonne chromatographique capillaire d'une longueur de 30 m x 0,25 mm Di de type DB-5 MS 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 Buchi 461 ou l'équivalent.
- 5.5 Système d'évaporation sous jet d'argon.
- 5.6 Station de travail servant à vérifier et à traiter les données produites par l'instrument.

6. Réactifs et étalons

Note – Le poids ou le volume 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 ou du volume indiqué. La concentration de la solution peut être ajustée en fonction d'une concentration commerciale différente.

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS ou de qualité équivalente ou supérieure, à moins d'indication contraire. Tous les solvants utilisés sont de qualité pesticide ou équivalent, HPLC ou LCMS.

L'eau utilisée est de l'eau ultrapure.

À moins d'indication contraire, tous les réactifs sont entreposés à la température de la pièce, alors que les étalons et matériaux de référence sont entreposés au congélateur. Les réactifs et les étalons peuvent être utilisés jusqu'à épuisement même si la date d'expiration est dépassée, à moins que les résultats analytiques démontrent une dégradation de la performance de la méthode et/ou que les critères d'acceptabilité ne soient plus respectés.

- 6.1 Acétate d'éthyle, CH₃COOC₂H₅ (CAS n° 141-78-6)
- 6.2 Acétonitrile, CH₃CN (CAS n° 75-05-8)
- 6.3 Dichlorométhane, CH₂Cl₂ (CAS n° 75-09-2)
- 6.4 Hexane, C₆H₁₄ (CAS n° 110-54-3)

- 6.5 Isooctane, C₈H₁₈ (CAS n° 540-84-1)
- 6.6 Aldrine, C₁₂H₈Cl₆ (CAS n° 309-00-2)
- 6.7 Atrazine, C₈H₁₄ClN₅ (CAS n° 1912-24-9)
- 6.8 Atrazine-d₅, C₈H₉ClN₅-d₅ (CAS n° 163165-75-1)
- 6.9 Azinphos-méthyl, C₁₀H₁₂N₃O₃PS₂ (CAS n° 86-50-0)
- 6.10 Azoxystrobine, C₂₂H₁₇N₃O₅ (CAS n° 131860-33-8)
- 6.11 Bendiocarbe, C₁₁H₁₃NO₄ (CAS n° 22781-23-3)
- 6.12 Boscalide, C₁₈H₁₂Cl₂N₂O (CAS n° 188425-85-6)
- 6.13 Bromacile, C₉H₁₃BrN₂O₂ (CAS n° 314-40-9)
- 6.14 Busan, C₉H₆N₂S₃ (CAS n° 21564-17-0)
- 6.15 Butilate, C₁₁H₂₃NOS (CAS n° 2008-41-5)
- 6.16 Captafol, C₁₀H₈Cl₃NO₂S (CAS n° 2425-06-1)
- 6.17 Captane, C₉H₈Cl₃NO₂S (CAS n° 133-06-2)
- 6.18 Carbaryl, C₁₂H₁₁NO₂ (CAS n° 63-25-2)
- 6.19 Carbofuran, C₁₂H₁₅NO₃ (CAS n° 1563-66-2)
- 6.20 Carfentrazone-éthyle, C₁₅H₁₄Cl₂F₃N₃O₃ (CAS n° 128639-02-1)
- 6.21 Chlorfenvinphos, C₁₂H₁₄Cl₃O₄P (CAS n° 470-90-6)
- 6.22 Chloronèbe, C₈H₈Cl₂O₂ (CAS n° 2675-77-6)
- 6.23 Chlorothalonil, C₈Cl₄N₂ (CAS n° 1897-45-6)
- 6.24 Chloroxuron, C₁₅H₁₅ClN₂O₂ (CAS n° 1982-47-4)
- 6.25 Chlorprophame, C₁₀H₁₂NO₂Cl (CAS n° 101-21-3)
- 6.26 Chlorpyriphos, C₉H₁₁Cl₃NO₃PS (CAS n° 2921-88-2)
- 6.27 Chlorpyriphos-d₁₀, C₉H₁₀Cl₃NO₃PS-d₁₀, (CAS n° 285138-81-0)
- 6.28 Cyanazine, C₉H₁₃ClN₆ (CAS n° 21725-46-2)
- 6.29 Cyhalothrine, C₂₃H₁₉ClF₃NO₃ (CAS n° 91465-08-6)
- 6.30 Cyperméthrine, C₁₂H₂₀Cl₂O₃ (CAS n° 52315-07-8)
- 6.31 Dieldrine, C₁₂H₈Cl₆O (CAS n° 60-57-1)

- 6.32 Diméthazone, $C_{12}H_{14}ClNO_2$ (CAS n° 81777-89-1)
- 6.33 Dééthyleatrazine, $C_6H_{10}ClN_5$ (CAS n° 6190-65-4)
- 6.34 Désisopropylatrazine, $C_5H_8ClN_5$ (CAS n° 1007-28-9)
- 6.35 Deltaméthrine, $C_{22}H_{19}Br_2NO_3$ (CAS n° 52918-63-5)
- 6.36 Diazinon, $C_{12}H_{21}O_3N_2PS$ (CAS n° 333-41-5)
- 6.37 Dichlobénil, $C_7H_3Cl_2N$ (CAS n° 1194-65-6)
- 6.38 2,6-Dichlorobenzamide, $C_7H_5Cl_2NO$ (CAS n° 2008-58-4)
- 6.39 Dichlorvos, $C_4H_7Cl_2O_4P$ (CAS n° 62-73-7)
- 6.40 Difénoconazole, $C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_3$ (CAS n° 119446-68-3)
- 6.41 Diméthénamide, $C_{12}H_{21}NO_2ClS$ (CAS n° 87674-68-8)
- 6.42 Diméthoate, $C_5H_{12}NO_3PS_2$ (CAS n° 60-51-5)
- 6.43 Diméthomorphe, $C_{21}H_{22}ClNO_4$ (CAS n° 110488-70-5)
- 6.44 Disulfoton, $C_8H_{19}O_2PS_3$ (CAS n° 298-04-4)
- 6.45 Diuron, $C_9H_{10}N_2OCl_2$ (CAS n° 330-54-1)
- 6.46 EPTC, $C_9H_{19}NOS$, (CAS n° 759-94-4)
- 6.47 Famphur, $C_{10}H_{16}NO_5PS_2$ (CAS n° 52-85-7)
- 6.48 Fénitrothion, $C_9H_{12}O_5NPS$ (CAS n° 122-14-5)
- 6.49 Fluazinam, $C_{13}H_4Cl_2F_6N_4O_4$ (CAS n° 79622-59-6)
- 6.50 Fludioxonil, $C_{12}H_6F_2N_2O_2$ (CAS n° 131341-86-1)
- 6.51 Fonofos, $C_{10}H_{15}OPS_2$ (CAS n° 944-22-9)
- 6.52 Iprodione, $C_{13}H_{13}Cl_2N_3O_3$ (CAS n° 36734-19-7)
- 6.53 Képone, $C_{10}Cl_{10}O$ (CAS n° 143-50-0)
- 6.54 Linuron, $C_9H_{10}Cl_2N_2O_2$ (CAS n° 330-55-2)
- 6.55 Malaaxon, $C_{10}H_{19}O_7PS$ (CAS n° 1634-78-2)
- 6.56 Malathion, $C_{10}H_{19}O_6PS_2$ (CAS n° 121-75-5)
- 6.57 Malathion-d₁₀, $C_{10}D_{10}H_9O_6PS_2$ (CAS n° 347841-48-9)

- 6.58 Métalaxyle, $C_{15}H_{21}NO_4$ (CAS n° 57837-19-1)
- 6.59 Metconazole, $C_{17}H_{22}ClN_3O$ (CAS n° 125116-23-6)
- 6.60 Méthanol, CH_3OH (CAS n° 67-56-1)
- 6.61 Méthidathion, $C_6H_{11}N_2O_4PS_3$ (CAS n° 905-37-8)
- 6.62 Métolachlore, $C_{15}H_{22}ClNO_2$ (CAS n° 51218-45-2)
- 6.63 Métoxychlore, $C_{16}H_{15}Cl_3O_2$ (CAS n° 72-43-5)
- 6.64 Métribuzine, $C_8H_{14}N_4OS$ (CAS n° 21087-64-9)
- 6.65 Mévinphos, $C_7H_{13}O_6P$ (CAS n° 7786-34-7)
- 6.66 Myclobutanil, $C_{15}H_{17}ClN_4$ (CAS n° 88671-89-0)
- 6.67 1-Naphthol, $C_{10}H_8O$, (CAS n° 90-15-3)
- 6.68 Napropamide, $C_{17}H_{21}NO_2$ (CAS n° 15299-99-7)
- 6.69 Parathion, $C_{10}H_{14}NO_5PS$ (CAS n° 56-38-2)
- 6.70 Parathion-méthyl, $C_8H_{10}NO_5PS$ (CAS n° 298-00-0)
- 6.71 Pendiméthaline, $C_{13}H_{19}N_3O_4$ (CAS n° 40487-42-1)
- 6.72 Penthiopyrad, $C_{16}H_{20}F_3N_3OS$ (CAS n° 183675-82-3)
- 6.73 Perméthrine, $C_{21}H_{20}Cl_2O_3$ (CAS n° 52645-53-1)
- 6.74 Phorate, $C_7H_{17}O_2PS_3$ (CAS n° 298-02-2)
- 6.75 Phosalone, $C_{12}H_{15}ClNO_4PS_2$ (CAS n° 2310-17-0)
- 6.76 Phosmet, $C_{11}H_{12}O_4NPS_2$ (CAS n° 732-11-6)
- 6.77 Pirimicarbe, $C_{11}H_{18}N_4O_2$ (CAS n° 23103-98-2)
- 6.78 Propiconazole, $C_{15}H_{17}Cl_2N_3O_2$ (CAS n° 60207-90-1)
- 6.79 Propoxur, $C_{11}H_{15}NO_3$ (CAS n° 114-26-1)
- 6.80 Propyzamide, $C_{12}H_{11}Cl_2NO$ (CAS n° 23950-58-5)
- 6.81 Pyraclostrobine, $C_{19}H_{18}ClN_3O_4$ (CAS n° 175013-18-0)
- 6.82 Quintozène, $C_6Cl_5NO_2$ (CAS n° 82-68-8)
- 6.83 Simazine, $C_7H_{12}ClN_5$ (CAS n° 122-34-9)
- 6.84 Tébuconazole, $C_{16}H_{22}ClN_3O$ (CAS n° 107534-96-3)

- 6.85 Tébuthiuron, $C_9H_{16}N_4OS$ (CAS n° 34014-18-1)
- 6.86 Terbufos, $C_9H_{21}O_2PS_3$ (CAS n° 13071-79-9)
- 6.87 Terbacil, $C_9H_{13}OCIN_2O_3$ (CAS n° 5902-51-2)
- 6.88 Tetraconazole, $C_{13}H_{11}Cl_2F_4N_3O$ (CAS n° 112281-77-3)
- 6.89 Trifloxystrobine, $C_{20}H_{19}F_3N_2O_4$ (CAS n° 141517-21-7)
- 6.90 Trifluraline, $C_{13}H_{16}N_3O_4F_3$ (CAS n° 1582-09-8)
- 6.91 Trifluraline-d₁₄, $C_{13}H_2D_{14}N_3O_4F_3$ (CAS n° 347841-79-6)
- 6.92 Trinexapac-éthyle, $C_{13}H_{16}O_5$ (CAS n° 95266-40-3)
- 6.93 Triticonazole, $C_{17}H_{20}ClN_3O$ (CAS n° 131983-72-7)
- 6.94 Sulfate de sodium, Na_2SO_4 (CAS n° 7757-82-6), traité au four à 700 °C durant une nuit
- 6.95 Mix étalon pesticides commercial de 62 mg/l dans l'acétonitrile (1 ml)
- 6.96 Mix étalon pesticides commercial 125 mg/l dans l'acétonitrile (1 ml)
- 6.97 Mix étalon pesticides commercial 500 mg/l dans l'acétonitrile (1 ml)
- 6.98 Solution de sulfate de sodium de 300 g/l (Na_2SO_4 saturée)
- Dissoudre 300 g de sulfate de sodium (préalablement traité au four à 700 °C), dans environ 500 ml d'eau ultrapure et compléter à 1000 ml avec de l'eau ultrapure.
- 6.99 Solution étalon d'atrazine-d₅ de 100 mg/l
- Dissoudre 0,0100 g d'atrazine-d₅ dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec l'isooctane.
- 6.100 Solution étalon de malathion-d₁₀ de 500 mg/l
- Dissoudre 0,0500 g de malathion-d₁₀ dans environ 80 ml d'isooctane dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.
- 6.101 Solution étalon de tébuthiuron de 100mg/l**
- Dissoudre 0,0100 g de tébuthiuron dans environ 80 ml d'acétate d'éthyle, dégazer dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'acétate d'éthyle.**
- 6.102 Solution étalon de tébuthiuron de 10 mg/l
- Pipetter 2,5 ml de la solution étalon de tébuthiuron de 100 mg/l dans environ 15 ml d'isooctane et compléter à 25 ml avec de l'isooctane.

6.103 Solution étalon de trifluraline-d₁₄ de 100 mg/l

Dissoudre 0,0100 g de trifluraline-d₁₄ dans environ 80 ml d'isooctane dans un bain à ultrasons pendant 2 minutes et compléter à 100 ml avec de l'isooctane.

6.104 Solution étalon commerciale de chlorpyrifos-d₁₀ de 100 mg/l

6.105 Solution étalon commerciale de pesticides 62 mg/l (34 composés)

| | | |
|-----------------------|-----------------------|------------------|
| 1-Naphthol | Atrazine desethyl | Metribuzine |
| 2,6-Dichlorobenzamide | Atrazine-desisopropyl | Mevinphos |
| Aldrine | Diazinon | Myclobutanil |
| Atrazine | Dieldrine | Parathion-methyl |
| Azoxystrobine | Dimethazone | Phosalone |
| Bendiocarb | Dimethenamide | Propoxur |
| Boscalid | Dimethoate | Simazine |
| Butylate | EPTC | Terbacil |
| Carbofuran | Fonofos | Terbufos |
| Carfentrazone-ethyl | Malathion | Trifloxystrobine |
| Chlorpyrifos | Methoxychlore | |
| Cyanazine | Metolachlore | |

6.106 Solution étalon commerciale de pesticides 125 mg/l (31 composés)

| | | |
|----------------|--------------|---------------|
| Bromacil | Cypermethrin | Methidathion |
| Busan | Dichlobenil | Parathion |
| Captafol | Dichlorvos | Pendimethalin |
| Captane | Disulfoton | Phorate |
| Carbaryl | Fenitrothion | Phosmet |
| Chlofenvinphos | Fludioxonil | Pirimicarb |
| Chloroneb | Iprodine | Propyzamide |
| Chlorothalonil | Kepone | Quintozene |
| Chloroxuron | Linuron | Trifluraline |
| Chlopropham | Malaoxon | |
| L-Cyhalotrin | Metalaxyl | |

6.107 Solution étalon commerciale de pesticides 500 mg/l (18 composés)

| | | |
|-----------------|---------------|------------------|
| Azinphos methyl | Fluazinam | Pyraclostrobine |
| Deltamethrine | Metconazole | Tébuconazole |
| Difenoconazole | Napropamide | Tébutiuron |
| Dimethomorphe | Penthiopyrad | Tétraconazole |
| Diuron | Perméthrine | Trinexapac-ethyl |
| Famphur | Propiconazole | Triticonazole |

6.108 Solution mix étalon de calibration pour le dosage de l'eau et des sols

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire 1 ml du mix étalon pesticides commercial de 62 mg/l, 1 ml du mix étalon pesticides commercial de 125 mg/l et 1 ml du mix étalon pesticides commercial de 500 mg/l. Compléter au trait de jauge avec de l'**acétonitrile**.

6.109 Solution étalon d'injection

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.

| Solution étalon | Concentration initiale (mg/l) | Volume utilisé (ml) | Concentration finale (µg/l) |
|------------------------------|-------------------------------|---------------------|-----------------------------|
| Trifluraline-d ₁₄ | 100 | 3 | 6 000 |
| Chlorpyrifos-d ₁₀ | 100 | 1,5 | 3 000 |

6.110 Solution étalon d'extraction

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.

| Solution étalon | Concentration initiale (mg/l) | Volume utilisé (ml) | Concentration finale (µg/l) |
|---------------------------|-------------------------------|---------------------|-----------------------------|
| Atrazine-d ₅ | 100 | 1,5 | 3 000 |
| Malathion-d ₁₀ | 500 | 0,3 | 3 000 |

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 celles pour les échantillons.

7.1 Préparation de l'échantillon d'eau

| | Volume d'eau utilisé (ml) | Soln mix étalon dans l'acétonitrile (μ l) | Std d'extraction dans l'isooctane (atrazine-D ₅ et malathion-D ₁₀) (μ l) | Std d'injection dans l'isooctane (trifluraline-D ₁₄ et chlopyriphos-D ₁₀) (μ l) | Volume final dans l'isooctane (μ l) |
|-------------|----------------------------------|-------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|
| Blanc | 500 | --- | 50 | 50 | 500 |
| Étalon | 500 | 100 | 50 | 50 | 500 |
| Ajout | 500 | 80 | 50 | 50 | 500 |
| CQ | 500 | ① | 50 | 50 | 500 |
| Échantillon | Mesuré de volume | --- | 50 | 50 | 500 |

① Voir le résumé de préparation fourni par la Division des matériaux de référence.

- Préparer le montage d'extraction avec un ballon de 500 ml, un Büchner rempli de Na₂SO₄ traité et une ampoule de 2 l en téflon. Rincer le montage au dichlorométhane.
- Dans des bouteilles de type Pyrex de 1 l, mesurer 500 ml d'eau ultrapure pour les contrôles de qualité (blanc, étalon de calibration, ajout dans l'eau et le matériau de référence (ex. : CQ)).
- Préparer l'étalon extrait pour le dosage des échantillons d'eau en introduisant à l'aide d'une micropipette 100 μ l de la solution mix étalon de calibration pour le dosage de l'eau à 500 ml d'eau ultrapure.
- Préparer un ajout extrait en introduisant à l'aide d'une micropipette 80 μ l de la solution mix étalon de calibration pour le dosage de l'eau à 500 ml d'eau ultrapure.
- Préparer un matériau de référence selon la feuille de préparation (FO-13-01-007).
- Ajouter 50 μ l de la solution étalon d'extraction et 30 ml de la solution de Na₂SO₄ saturée au blanc, à l'étalon extrait, à l'ajout dans l'eau, au matériau de référence et aux échantillons.
- Ajouter 250 ml de dichlorométhane dans chaque bouteille d'échantillon (300 ml pour le témoin, le matériau de référence, l'ajout et l'étalon extrait) et brasser pendant environ 30 secondes et laisser s'échapper le dégagement gazeux. Mettre les bouteilles sur l'agitateur mécanique et brasser vigoureusement pendant 20 minutes en ayant pris soin de mettre du papier d'aluminium sous les bouchons.
- Transférer l'échantillon dans une ampoule de 2 l. Rincer la bouteille avec un peu de dichlorométhane et l'ajouter dans l'ampoule. Récupérer la phase organique dans un ballon de 500 ml en la faisant passer à travers un lit de Na₂SO₄ anhydre.
- Mesurer le volume d'échantillon d'eau dans l'ampoule et soustraire le volume de solution de Na₂SO₄ saturée (30 ml) ajouté précédemment. Noter le volume d'échantillon.

- Dans chaque ballon de 500 ml contenant les extraits, ajouter 1 ml d'isooctane et évaporer à environ 2 à 3 ml avec un évaporateur rotatif. La température du bain ne doit pas dépasser 30 °C.
- Étalonner des tubes coniques à centrifugation de 10 ml à 0,5 ml.
- Transférer l'extrait dans le tube de 10 ml. Rincer le ballon avec du dichlorométhane. Concentrer à petit volume sous jet d'argon à environ 400 µl dans un bain entre 25 et 30 °C.
- Ajouter à chacun des tubes 50 µl de la solution étalon d'injection et jauger à 500 µl avec de l'isooctane.
- Transférer l'extrait dans un microflacon (vial) en verre pour le dosage.

7.2 Préparation de l'échantillon de sol

| | Poids secs utilisés (g) | Soln mix étalon dans l'acétonitrile (µl) | Std d'extraction dans l'isooctane (atrazine-D ₅ et malathion-D ₁₀) (µl) | Std d'injection dans l'isooctane (trifluraline-D ₁₄ et chlopyriphos-D ₁₀) (µl) | Volume final dans l'isooctane (µl) |
|---------------------|----------------------------|---------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------|
| Blanc | 5,00 | --- | 500 | 500 | 5000 |
| Étalon | 5,00 | 1000 | 500 | 500 | 5000 |
| Ajout | 5,00 | 800 | 500 | 500 | 5000 |
| CQ | 5,00 | ① | 500 | 500 | 5000 |
| Échantillon | Équivalent de 5,00 g sec | --- | 500 | 500 | 5000 |
| Échantillon + ajout | Équivalent de 5,00 g sec | 800 | 500 | 500 | 5000 |

① Voir le résumé de préparation fourni par la Division des matériaux de référence.

Faire le pourcentage d'humidité sur le sol ou le sédiment en utilisant le formulaire interne FO-09-COS-050.

- Peser l'équivalent de 5 g de sol ou de sédiment sec calculé en utilisant le pourcentage d'humidité préalablement mesuré. Prendre soin d'enlever les grosses particules. Peser l'échantillon dans un erlenmeyer de 500 ml avec le bouchon vissé.
- Ajouter environ 10 g de Na₂SO₄ à l'échantillon humide et bien brasser pour enlever les agglomérations.
- Préparer un étalon extrait, un ajout dans le sol et, si possible, un ajout pour chaque échantillon en utilisant les volumes de solution de travail indiqués dans le tableau ci-dessus. Préparer un CQ selon le formulaire FO-13-01-007.

- Ajouter 500 µl de la solution étalon d'extraction.
- Ajouter à l'échantillon 60 ml d'acétate d'éthyle et agiter pendant 1 heure sur l'agitateur mécanique.
- Préparer le montage de filtration en déposant une couche de Na₂SO₄ sur un filtre Gelman de type A/E et rincer le montage à l'acétate d'éthyle. Décanter le surnageant dans l'entonnoir contenant le Na₂SO₄. Recueillir le surnageant dans un erlenmeyer.
- Répéter les deux étapes précédentes. Transférer les extraits dans un ballon de 250 ml.
- Ajouter 2 ml d'isooctane et évaporer jusqu'à un volume de 1 à 2 ml à l'aide d'un évaporateur rotatif. La température du bain ne doit pas dépasser 30 °C.
- Transférer l'extrait dans un tube de 10 ml préalablement jaugé à 5 ml, en rinçant le ballon avec de l'isooctane.
- Concentrer, si nécessaire, à environ 4,0 ml. Ajouter 500 µl de la solution étalon d'injection et jauger à 5 ml avec de l'isooctane. Filtrer sur filtre en nylon de 0,45µm si l'extrait est trouble.

7.3 Préparation de la courbe d'étalonnage pour le dosage du tébuthiuron

Dans un microflacon, ajouter les volumes mentionnés ci-dessous pour obtenir un volume total de 1000 µl.

| Niveau de calibration en tébuthiuron (µl/l) | Concentration de la solution étalon à utiliser (mg/l) | Volume utilisé de la solution de tébuthiuron (µl) | Volume étalon d'extraction (µl) | Volume étalon d'injection (µl) | Volume solvant (isooctane) (µl) |
|------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|------------------------------------|-----------------------------------|------------------------------------|
| Niveau 1000 | 10 | 100 | 100 | 100 | 700 |
| Niveau 2100 | 10 | 210 | 100 | 100 | 590 |
| Niveau 3160 | 10 | 316 | 100 | 100 | 484 |
| Niveau 4200 | 10 | 420 | 100 | 100 | 380 |

7.4 Dosage

- Analyser les solutions étalons et les échantillons avec un chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse en mode de balayage des ions.

Note – Pour connaître les conditions de fonctionnement des différentes composantes de l'appareil, veuillez consulter le document de référence approprié dans la documentation qualité de la Division de chimie organique du milieu.

8. Calcul et expression des résultats

8.1 Échantillons d'eau

Les résultats sont exprimés en µg/l de pesticides d'après l'équation suivante :

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

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

où

C_e : concentration des pesticides contenus dans l'échantillon (µg/l);

A_x : aire du composé d'intérêt dans la solution dosée (échantillon);

C_{is} : concentration de l'étalon d'injection dans l'échantillon (µg/l);

A_{is} : aire de l'étalon d'injection dans l'échantillon;

R_f : facteur de réponse de la solution étalon;

V_f : volume final (ml);

V_i : volume initial (l);

F : facteur de dilution, si nécessaire;

A_s : aire du composé d'intérêt dans la solution étalon;

C_{ise} : concentration de l'étalon d'injection dans la solution étalon (µg/l);

A_{ise} : aire de l'étalon d'injection dans la solution étalon;

C_s : concentration du composé d'intérêt dans la solution étalon (µg/l).

8.2 Échantillons de sol

Les résultats sont exprimés en µg/g de pesticides d'après l'équation suivante :

$$C_{so} = \frac{C_e \times V_f}{P_i} \times F$$

où

C_{so} : concentration des pesticides contenus dans l'échantillon (µg/g);

C_e : concentration des pesticides contenus dans l'échantillon (µg/l);

P_i : poids initial sec (g);

V_f : volume final (l);

F : facteur de dilution, si nécessaire.

9. Critères d'acceptabilité

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

| Éléments de contrôle | Critères d'acceptabilité |
|---------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Matériaux de référence | Au moins 80 % des composés doivent répondre aux critères d'acceptabilité définis dans le système de gestion informatique des échantillons soumis au laboratoire. |
| Blanc | Lorsque le blanc présente une concentration mesurable et inférieure ou égale à 10 fois la limite de détection, ce résultat sera soustrait de la concentration des échantillons de la série. |
| Étalon d'extraction | Le pourcentage de récupération doit être entre 60 % et 140 %. |
| Duplicata | Les résultats sont acceptés à un écart de 30 % entre les 2 valeurs 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 plus de 80 % des composés. |
| Ajout dans l'échantillon de sol | Les résultats doivent être entre 60 % et 140 % pour plus de 80 % des produits dosés. |
| Ajout dans l'eau | Les résultats doivent être entre 60 % et 140 % pour plus de 80 % des produits dosés. |
| Étalonnage annuel | $r^2 \geq 0,95$ pour plus de 80 % des produits dosés. |

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, la dernière édition du document de référence s'applique.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Guide des bonnes pratiques de laboratoire en chimie organique*, DR-09-COS-001.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01 [En ligne], [\[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf\]](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, [En ligne], [\[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf\]](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf).

MINISTÈRE DU DÉVELOPPEMENT DURABLE, DE L'ENVIRONNEMENT ET DE LA LUTTE CONTRE LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES. *Bilan des ventes de pesticides au Québec pour l'année 2022*, [En ligne], [\[https://cdn-contenu.quebec.ca/cdn-contenu/adm/min/environnement/pesticides/bilan-ventes-pesticides-quebec.pdf\]](https://cdn-contenu.quebec.ca/cdn-contenu/adm/min/environnement/pesticides/bilan-ventes-pesticides-quebec.pdf).



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

Québec 