

Méthode d'analyse

MA. 400 – PBDE

2025-11-05 (révision 12)

Détermination des polybromodiphényléthers et autres retardateurs de flamme : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie 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/renseignements.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 – 2026
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN : 978-2-555-03551-5 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2026

TABLE DES MATIÈRES

1.	Domaine d'application _____	1
2.	Principe et théorie _____	1
3.	Interférence _____	1
4.	Conservation _____	2
5.	Matériel et appareillage _____	2
6.	Réactifs et étalons _____	2
7.	Protocole d'analyse _____	5
	7.1 Préparation du matériel _____	5
	7.2 Extraction _____	5
	7.3 Purification des extraits _____	7
	7.4 Dosage par APGC-MSMS _____	8
8.	Calcul et expression des résultats _____	12
9.	Critères d'acceptabilité _____	13
10.	Bibliographie _____	13

1. Domaine d'application

Les polybromodiphényléthers (PBDE) sont formés de deux noyaux benzéniques liés par un seul lien éther, dont les dix atomes d'hydrogène peuvent être substitués par autant d'atomes de brome. Théoriquement, 209 congénères sont possibles mais seulement certains sont réellement produits. Trois mélanges commerciaux nommés selon leur proportion de congénères (pentaBDE, octaBDE et décaBDE) ont été utilisés aux États-Unis comme retardateurs de flamme dans les produits de consommation. Leur commercialisation a été interdite depuis, mais étant donné que ce sont des molécules très stables et bioaccumulables, il est toujours possible de les retrouver dans l'environnement, tout comme les biphényles polychlorés (BPC). D'autres retardateurs de flamme ont émergé comme produits de remplacement et peuvent également se retrouver dans les matrices environnementales.

Cette méthode permet l'identification de 25 congénères de PBDE et de certains autres retardateurs de flamme dans les eaux, les sols, les sédiments et les tissus biologiques. Le domaine d'étalonnage utilisé pour le dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse en tandem se situe entre 0,5 et 500 pg/µl de PBDE.

De façon générale, les limites de détection varient de 1 et 10 pg/l en fonction des congénères pour les échantillons aqueux et entre 0,0003 et 0,001 ng/g en fonction des congénères pour les échantillons solides (sols, sédiments, résidus solides et tissus biologiques).

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

2. Principe et théorie

La détermination de la concentration s'effectue principalement en trois étapes.

La première étape consiste à extraire les composés à l'aide de dichlorométhane après l'ajout d'étalons de recouvrement. La deuxième étape est la purification sur silice. Finalement, à la troisième étape, l'extrait est concentré puis analysé à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse de type APGC-MS/MS.

La concentration des composés est déterminée par comparaison des surfaces chromatographiques de l'échantillon et des étalons de calibration obtenues à un temps de rétention donné, tout en tenant compte des surfaces obtenues pour les étalons volumétriques. Le résultat obtenu est rapporté corrigé en fonction de la récupération de l'étalon de recouvrement associé au groupe de composés ciblés.

3. Interférence

Les interférences peuvent être causées par des contaminants coextraits contenus dans l'échantillon, les solvants, les réactifs et la verrerie. Tous les solvants et les réactifs sont régulièrement vérifiés par l'analyse de blancs de méthode.

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	800 ml	800 ml	Environ 4 °C	28 jours
Eau souterraine	800 ml	800 ml	Environ 4 °C	14 jours
Résidu liquide	800 ml	10 - 800 ml	Environ 4 °C	6 mois
<u>Solide</u>				
Sol, sédiment, résidu solide	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

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** (APGC-MS/MS)
- 5.2. Colonne chromatographique capillaire d'une longueur de 15 m et d'un diamètre interne de 0,25 mm, de type RTX-1614, dont la phase stationnaire est d'une épaisseur de 0,10 µm
- 5.3. Agitateur rotatif de type Rollacell **à environ 54 tours par minute**
- 5.4. Évaporateur rotatif sous vide de type Rotavap
- 5.5. Système d'évaporation sous jet d'azote de type N-Evap
- 5.6. **Système d'extraction à solvant pressurisé (ASE)**
- 5.7. **Chromatographe par perméation de gel (GPC)**

6. Réactifs et étalons

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

Tous les solvants utilisés sont de qualité pesticide ou l'équivalent. Les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS ou l'équivalent.

6.1. Sulfate de sodium anhydre, Na_2SO_4 (n° CAS 7757-82-6)

Traiter le Na_2SO_4 en le chauffant à 650 °C pendant une nuit, laisser refroidir au dessiccateur, puis transférer dans un contenant en verre.

6.2. Gel de silice (60 à 200 Mesh) (n° CAS 112926-00-8)

Le gel de silice **est entreposé à 130 °C dans une étuve prévue à cet effet jusqu'au moment de son utilisation. Remettre au four après l'utilisation.**

6.3. Dichlorométhane, CH_2Cl_2 (n° CAS 75-09-2)

6.4. Isooctane, $(\text{CH}_3)_2\text{CH}(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$ (n° CAS 540-84-1)

6.5. Hexane, C_6H_{14} (n° CAS 110-54-3)

6.6. Toluène, $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$ (n° CAS 108-88-3)

6.7. Solution commerciale de PBDE de 1000 à 5000 pg/ μl

6.8. Solution mère de PBDE de 100 à 500 pg/ μl

Préparer cette solution dans de l'isooctane à partir de la solution commerciale de PBDE de 1000 à 5000 pg/ μl .

6.9. Solutions commerciales des autres retardateurs de flamme (optionnel).

À partir des solutions commerciales, préparer une solution mère de 2000 pg/ μl .

6.10. Solutions d'étalons de recouvrement à 500 pg/ μl

À partir d'une solution commerciale, une solution intermédiaire à 500 pg/ μl dans le toluène de chacun des étalons de recouvrement suivants est préparée : ^{13}C -IUPAC28, ^{13}C -IUPAC47, ^{13}C -IUPAC100, ^{13}C -IUPAC153, ^{13}C -IUPAC183 et ^{13}C -IUPAC209.

6.11. Solutions d'étalons volumétriques à 500 pg/ μl

À partir d'une solution commerciale, une solution intermédiaire à 500 pg/ μl dans le toluène de chacun des étalons volumétriques suivants est préparée : ^{13}C -IUPAC77, ^{13}C -IUPAC99, ^{13}C -IUPAC154 et ^{13}C -IUPAC207.

6.12. Solutions des étalons de dosage

Ces solutions intermédiaires sont préparées dans l'isooctane à partir des solutions mères et/ou des solutions commerciales de PBDE :

Nature (n° IUPAC)	PBDE-1 pg/μl	PBDE-2 pg/μl	PBDE-3 pg/μl	PBDE-4 pg/μl	Groupe
17	0,5	5	25	100	I1, S1
28	0,5	5	25	100	I1, S1
49	0,5	5	25	100	I1, S2
71	0,5	5	25	100	I1, S2
47	0,5	5	25	100	I1, S2
66	0,5	5	25	100	I1, S2
77	0,5	5	25	100	I1, S2
100	0,5	5	25	100	I2, S3
119	0,5	5	25	100	I2, S3
99	0,5	5	25	100	I2, S3
85	0,5	5	25	100	I2, S3
126	0,5	5	25	100	I2, S3
154	1	10	50	200	I3, S4
153	1	10	50	200	I3, S4
138	1	10	50	200	I3, S4
156	1	10	50	200	I3, S4
184	1	10	50	200	I3, S5
183	1	10	50	200	I3, S5
191	1	10	50	200	I3, S5
197	1	10	50	200	I4, S6
196	1	10	50	200	I4, S6
207	2,5	25	125	500	I4, S6
206	2,5	25	125	500	I4, S6
209	2,5	25	125	500	I4, S6
Étalons de recouvrement					
¹³ C-# 28	50	50	50	50	S1
¹³ C-# 47	50	50	50	50	S2
¹³ C-# 100	50	50	50	50	S3
¹³ C-# 153	50	50	50	50	S4
¹³ C-# 183	50	50	50	50	S5
¹³ C-# 209	50	50	50	50	S6

Nature (n° IUPAC)	PBDE-1 pg/µl	PBDE-2 pg/µl	PBDE-3 pg/µl	PBDE-4 pg/µl	Groupe
Étalons volumétriques					
¹³ C-#77	50	50	50	50	I1
¹³ C-# 99	50	50	50	50	I2
¹³ C-#154	50	50	50	50	I3
¹³ C-# 207	50	50	50	50	I4
Autres retardateurs de flamme (optionnel)					
ATE	1	10	50	200	
BATE	1	10	50	200	
pBT	1	10	50	200	
PBEB	1	10	50	200	
DPTE	1	10	50	200	
HBB	1	10	50	200	
HCBCO (DBHCTD)	1	10	50	200	
BTBPE	1	10	50	200	
a-DP	1	10	50	200	
s-DP	1	10	50	200	

7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en chimie*, DR-12-SCA-01, sont suivies afin de 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 (verreries, pinces, laine de verre, Na₂SO₄, etc.) doit préalablement être décontaminé avec le ou les solvants appropriés.

7.2 Extraction des échantillons

7.2.1 Extraction des liquides aqueux

- Sortir les échantillons du réfrigérateur et laisser reposer à la température ambiante pendant 30 minutes.

- Ajouter directement à l'échantillon 50 µl de la solution d'étalon de recouvrement à 500 pg/µl.
- Agiter manuellement pendant environ 10 secondes.
- Ajouter environ 150 ml de dichlorométhane par portion de 800 ml d'échantillon.
- Agiter les bouteilles légèrement et laisser échapper la surpression. Bien sécher le goulot de la bouteille, fermer hermétiquement et bien vérifier qu'il n'y a pas de fuite.
- Placer sur l'agitateur rotatif (Rollacell), ajuster la vitesse à environ 54 tr/min et laisser tourner pendant une nuit.
- Assécher la phase organique (phase inférieure) en la faisant passer à travers une colonnette de Na₂SO₄ et récupérer dans un ballon à évaporation.
- Rincer la colonnette de Na₂SO₄ avec une petite quantité de dichlorométhane.
- Transférer l'échantillon de l'ampoule à décantation dans la bouteille ambrée et ajouter une deuxième portion de 75 ml de dichlorométhane.
- Agiter les bouteilles légèrement et laisser échapper la surpression. Bien sécher le goulot de la bouteille, fermer hermétiquement et bien vérifier qu'il n'y a pas de fuite.
- Placer sur l'agitateur rotatif (Rollacell), ajuster la vitesse à environ 54 tr/min et laisser tourner pendant 2 heures.
- Répéter les étapes de décantations mentionnées ci-haut.
- 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.
- Ajouter 20 ml d'hexane dans le ballon et évaporer jusqu'à environ 1 ml.
- Mesurer le volume d'échantillon à l'aide d'un cylindre gradué.
- Poursuivre l'analyse par la purification de l'extrait en suivant les instructions de la section 7.3.

7.2.2 Extraction des solides

- L'échantillon solide est déposé dans une boîte de Pétri 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.
- Introduire environ 5 g de solide dans la cartouche ASE. Éviter les particules supérieures à 5 mm.
- Ajouter directement sur le solide 50 µl de la solution d'étalons de recouvrement à 500 pg/µl.
- Suivre la procédure pour le ASE en se référant au 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.
- Poursuivre l'analyse par la purification de l'extrait en suivant les instructions de la section 7.3.

7.2.3 Extraction des tissus biologiques

Les tissus biologiques sont extraits selon la technique « QuEChERS » et purifiés par chromatographie par perméation sur gel (GPC). Consulter le document interne pour la procédure complète.

7.3 Purification des extraits

7.3.1 Préparation de la colonne de purification

- Enlever le coton qui se trouve à l'embouchure d'une pipette **sérologique en verre** de 10 ml. **Cette pipette devient la colonne de purification.**
- Insérer de la laine de verre et la faire descendre au bas de la pipette sans trop la compacter.
- Placer un récipient sous la pipette pour récolter les solvants.
- **Sous hotte, mesurer approximativement 3 g de gel de silice (à l'aide de la cuillère prévue à cet effet) et verser dans un bécher. Ajouter juste assez de DCM pour le mouiller.**
- Transférer quantitativement le contenu du bécher dans la colonne en rinçant le fond du bécher avec de petites quantités de dichlorométhane.
- Laisser écouler le dichlorométhane jusqu'à ce que son niveau rejoigne celui du gel de silice.
- Ajouter l'équivalent d'environ 1 ml de Na₂SO₄ et ajouter environ 4 ml de dichlorométhane.
- Attendre que le dichlorométhane cesse de s'écouler de la colonne.
- Conditionner la colonne avec **25** ml d'hexane.

7.3.2 Purification

- Insérer un tube conique de 15 ml sous la colonne et le nommer **Fraction 1**.
- Mesurer **8 ml d'hexane** dans un cylindre gradué.
- Déposer la solution à purifier sur la colonne en plaçant la pipette le plus près possible de la surface de packaging de la colonne.
- Rincer avec **environ 1** ml d'hexane du cylindre gradué et transférer sur la colonne de purification.

- Effectuer deux autres rinçages de la même façon qu'au point précédent et laisser s'écouler l'hexane jusqu'à ce que son niveau rejoigne celui du gel de silice (l'écoulement s'arrête).
- Ajouter le reste de l'hexane du cylindre gradué. Laisser écouler l'hexane jusqu'à ce que son niveau rejoigne celui du gel de silice (l'écoulement s'arrête).
- Retirer le tube conique. Cette fraction (**Fraction 1**) peut être conservée pour d'autres applications.
- Insérer un tube conique de 15 ml préalablement calibré avec de l'isooctane au volume désiré sous la colonne et le nommer **Fraction 2**.
- Mesurer **14 ml** de dichlorométhane dans un cylindre gradué et verser doucement sur la colonne.
- Après l'écoulement, retirer le tube (**Fraction 2**) et conserver cette fraction contenant les PBDE.

7.3.3 Évaporation finale des extraits purifiés

- Concentrer l'extrait sous un jet d'azote jusqu'à l'obtention d'un volume inférieur à environ 300 µl.
- Ajouter 50 µl de la solution d'étalon volumétrique à 500 pg/µl de PBDE et combler jusqu'à 500 µl avec de l'isooctane.
- Effectuer le dosage.

Note : Il est possible de purifier les extraits dans l'hexane en utilisant le purificateur automatique MIURA. Consulter le document interne pour la procédure complète. Il est également possible de purifier les extraits dans l'hexane en utilisant une colonne multicouche. Consulter la méthode pour la détermination des BPC (MA. 400 – BPCHR 1.0).

7.4 Dosage par APGC-MS/MS

7.4.1 Conditions d'utilisation de l'instrument

Mode d'injection	Pulsed Splitless
Température de l'injecteur	225 °C
Pression du pulse	50 psi jusqu'à 0,9 min
Volume d'injection	1 µl
Colonne	Colonne de type RTX-1614 d'une longueur de 15 m avec un diamètre interne de 0,25 mm et une phase stationnaire de 0,10 µm.
Gaz vecteur	Hélium / <i>Constant Flow</i> : 1.5 ml/min
Programmation de température	Initiale : 90 °C durant 1 minute 1 ^{er} palier de programmation : Taux : 30 °C/min Final : 190 °C pour 0 minute

2^e palier de programmation :
 Taux : 3 °C/min
 Final : 220 °C pour 0 minute
 3^e palier de programmation :
 Taux : 15 °C/min
 Final : 300 °C pour 0 minute
 4^e palier de programmation :
 Taux : 40 °C/min
 Final : 325 °C pour 5 minutes

Conditions du spectromètre de masse

Mode d'ionisation	Charge Transfer API+
Type de source	APGC
Mode d'acquisition	MS/MS (MRM)
Température de la ligne de transfert	310 °C
Température de la source	150 °C
Énergie de collision	De 25 à 55 eV Entre 1 et 3 µA
Corona	Flux auxiliaire : 200 L/h
Débits d'azote	Cône : entre 200 et 275 L/h Ligne de transfert : entre 270 et 300 ml/min

7.4.2 Ordre d'élution des constituants d'un mélange de PBDE

PBDE	1 ^{er} isomère à éluer	Dernier isomère à éluer	Temps de rétention approximatif (min)
Tri	#17 (2,2',4)	#28 (2,4,4')	5,0-5,2 min
Tetra	#49 (2,2',4,5')	#77 (3,3',4,4')	6,6-7,8 min
Penta	#100 (2,2',4,4',6)	#126 (3,3',4,4',5)	8,9-11,4 min
Hexa	#154 (2,2',4,4',5,6')	#156 (2,3,3',4,4',5)	12,0-15,4 min
Hepta	#184 (2,2',3,4,4',6,6')	#191 (2,3,3',4,4',5',6)	15,8-16,6 min
Octa	#197 (2,2',3,3',4,4',6,6')	#196 (2,2',3,3',4,4',5',6)	17,7-18,0 min
Nona	#207 (2,2',3,3',4,4',5,6,6')	#206 (2,2',3,3',4,4',5,5',6)	19,0-19,2 min
Déca	#209 (2,2',3,3',4,4',5,5',6,6')		20,1 min

7.4.3 Masses ioniques pour l'analyse des congénères de PBDE

Composé	Ions de quantification	
	MRM1	MRM2
Groupe 1		
Tri-PBDE	407,80>247,97	405,80>245,97
¹³ C ₁₂ -Tri-PBDE	419,84>260,01	417,84>258,01
Groupe 2		
Tetra-PBDE	485,71>218,96	485,71>218,96
¹³ C ₁₂ -Tetra-PBDE	497,75>230,00	497,75>230,00
Groupe 3		
Penta-PBDE	565,62>405,78	563,62>403,79
¹³ C ₁₂ -Penta-PBDE	577,66>417,82	575,66>415,83
Groupe 4		
Hexa-PBDE	645,53>485,69	643,53>483,70
¹³ C ₁₂ -Hexa-PBDE	657,56>497,73	655,57>495,74
Groupe 5		
Hepta-PBDE	723,44>563,60	721,44>561,61
¹³ C ₁₂ -Hepta-PBDE	735,48>575,64	733,48>573,65
Groupe 6		
Octa-PBDE	801,35>641,51	803,35>643,51
Groupe 7		
Nona-PBDE	881,26>721,42	879,26>719,42
¹³ C ₁₂ -Nona-PBDE	893,30>733,46	891,30>731,46
Groupe 8		
Déca-PBDE	959,17>799,33	957,17>797,34
¹³ C ₁₂ -Déca-PBDE	971,21>811,37	969,21>809,38

7.4.4 Masses ioniques pour l'analyse des autres retardateurs de flamme (optionnel)

Composé	Ions de quantification		Temps de rétention approximatif (min)
	MRM1	MRM2	
Groupe 1			
ATE	369,80>209,98	371,80>211,97	4,4
BATE	447,71>326,77	449,71>328,76	4,4
pBT	485,61>406,69	487,60>406,69	5,2
PBEB	499,63>484,60	501,60>486,60	5,5
Groupe 2			
DPTE	329,80>247,90	331,80>249,90	6,2
HBB	549,50>470,60	551,50>472,60	6,3
Groupe 3			
HCBCO (DBHCTD)	539,70>105,10	541,70>105,10	9,7
Groupe 4			
BTBPE	685,56>356,79	687,56>358,79	16,7
Groupe 5			
a-DP	651,71>228,55	653,71>228,55	17,7
s-DP	651,71>228,55	653,71>228,55	17,3

7.4.5 Étalonnage

Étalonner le GC-MS/MS à l'aide des solutions d'étalonnage à chaque séquence d'injection. L'écart type relatif (RSD) des coefficients relatifs moyens établis pour les quatre points de la courbe d'étalonnage doit être inférieur à $\pm 15\%$. Il est possible d'enlever un point d'étalonnage pour un composé particulier si au moins trois points de courbe de bonne qualité existent toujours.

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 CS1
4. Étalon CS2
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 CS3
15. Étalon CS4

8. Calcul et expression des résultats

8.1 Critères d'identification des PBDE

Le temps de rétention de chaque PBDE ne doit pas être différent de plus de 0,2 minute par rapport au temps de rétention du même composé dans la solution d'étalonnage.

Le rapport ionique obtenu pour les deux MRM choisies doit être égal, à ± 15 % près, au rapport pour le composé correspondant dans la solution étalon ou le rapport isotopique calculé théoriquement, et l'écart entre les temps de rétention des deux ions choisis pour la quantification ne doit pas être de plus de 0,04 minute. Les limites de détection sont dynamiques, c'est-à-dire qu'elles sont calculées par les logiciels d'exploitation en considérant plusieurs facteurs en temps réel (rapport signal sur bruit, etc.).

8.2 Calcul des résultats

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

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

où

C : Concentration en PBDE mesurée dans l'échantillon (pg/l);
 A : Concentration des PBDE contenus dans l'extrait injecté (pg/μl);
 V : Volume final de l'extrait analysé (μl);
 Q : Volume d'échantillon analysés (l);
 F : Facteur de dilution si nécessaire.

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

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

où

C : Concentration en PBDE mesurés dans l'échantillon (ng/g);
 A : Concentration des PBDE 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.

La teneur de chaque PBDE est rapportée corrigée en fonction du taux de récupération de l'étalon de recouvrement qui lui est associé. Le tableau de la section 6.14 précise quels sont les PBDE qui sont corrigés avec la récupération d'un étalon de recouvrement donné. Le certificat d'analyse doit spécifier si les résultats sont corrigés ou non corrigés.

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 :

Éléments de contrôle	Critères d'acceptabilité
Étalons volumétriques (SI)	Environ ± 50 % dans une même séquence
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 (SU)	30-130 %

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 (USEPA), *Brominated Diphenyl Ether in Water, Soil, Sediment, and Tissue by HRGC/HRMS*, Méthode 1614, Révision A, Mai 2010.



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

Québec 