

# Méthode d'analyse

MA. 401 – COV-Canister (68) 1.0

2025-01-20 (révision 12)

Détermination des composés organiques volatils dans l'air ambiant échantillonnés avec des canisters : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse

### **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](http://www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/reenseignements.asp)

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

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

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

Téléphone : 418 521-3848

Ou

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

Dépôt légal – 2025  
Bibliothèque et Archives nationales du Québec  
ISBN : 978-2-555-00163-3 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2025

## TABLE DES MATIÈRES

1.	Domaine d'application _____	1
2.	Principe et théorie _____	1
3.	Interférence _____	1
4.	Conservation _____	2
5.	Matériel et appareillage _____	2
6.	Réactifs et étalons _____	3
7.	Protocole d'analyse _____	4
	7.1 Préparation du matériel _____	4
	7.2 Dosage _____	4
8.	Calcul et expression des résultats _____	11
9.	Critères d'acceptabilité _____	11
10.	Bibliographie _____	12

## 1. Domaine d'application

Le terme « composés organiques volatils » (COV) désigne une famille de composés organiques dont font partie les hydrocarbures monocycliques aromatiques (HMA), comme le benzène, l'éthylbenzène, le toluène et les xylènes, et les hydrocarbures halogénés (HHT), comme le chloroforme et le trichloroéthène.

Cette méthode permet de détecter et de quantifier les COV les plus communs et plusieurs composés soufrés dans les échantillons d'air ambiant. La liste d'origine de l'*Environmental Protection Agency* (EPA) est plus exhaustive, mais les étalons commercialement disponibles n'incluent pas tous les COV énumérés dans la méthode EPA TO-15.

Le domaine d'étalonnage utilisé pour le dosage par chromatographie en phase gazeuse couplé au spectromètre de masse (GC-MS) se situe de façon générale entre 1 et 40 parties par milliard en volume (ppbv) pour chacun des COV. Les limites de détection, en tenant compte du poids moléculaire de chaque COV et du volume d'air injecté (100 cc), varient de 0,5 à 2 µg/m<sup>3</sup>. Si la concentration d'un COV est à l'extérieur de la plage d'étalonnage du GC-MS, un volume moindre d'échantillon peut être injecté, mais le minimum injecté est de 20 cc.

## 2. Principe et théorie

Lors de l'échantillonnage de l'air ambiant, les COV contenus dans l'air sont aspirés dans un canister préalablement mis sous vide. Les canisters peuvent aussi être utilisés avec une pompe lorsque l'échantillonnage est fait par pression positive pour forcer les COV à entrer dans le canister.

Lors du dosage des COV, les canisters sont installés sur un auto-échantillonneur qui prélève un volume de 100 cc. Pour l'instrument Entech, le volume est acheminé sur une série de trappes cryogénisées, incluant une trappe vide et une trappe de Tenax. Les COV passent successivement de la trappe vide à la trappe de Tenax pour ensuite terminer sur une trappe cryogénique en amont de la tête de colonne chromatographique. Le passage successif des COV vers ces trappes permet l'élimination du CO<sub>2</sub> et de l'eau respectivement. Pour l'instrument Markes, le volume est acheminé vers une trappe non cryogénique maintenue à une température sous zéro où l'humidité est retenue. Par la suite, les composés sont transférés vers une autre trappe où le CO<sub>2</sub>, l'humidité restante et certains solvants sont purgés. Finalement, cette trappe est chauffée afin d'acheminer l'échantillon vers la tête de colonne chromatographique.

Ensuite, la troisième trappe en amont de la colonne est chauffée rapidement et les COV ainsi libérés sont acheminés rapidement vers le chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse fonctionnant dans le mode d'acquisition de tous les ions (SCAN ou SIM/SCAN). Ce mode d'acquisition permet aussi de détecter la présence de composés qui ne font pas partie des étalons. Cependant, les résultats émis pour ces derniers sont semi-quantitatifs, contrairement aux COV étalonnés.

## 3. Interférence

Les impuretés contenues dans la verrerie utilisée peuvent causer des interférences. Il faut donc faire attention à ce que toutes les pièces soient rincées au méthanol. Le caoutchouc et le cuivre sont à déconseiller.

La décontamination adéquate des canisters ainsi qu'une procédure de purge et de préchauffage du pré-concentrateur sont essentielles. Un suivi des blancs de lots doit être fait pour assurer la qualité des canisters expédiés sur le terrain. Il est important de faire l'analyse d'un blanc de lot après le conditionnement d'une série de canisters.

## 4. Conservation

Les échantillons doivent être conservés selon les exigences prévues dans la section *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale* du site Internet du CEAEQ.

Les canisters échantillonnés doivent être acheminés le plus rapidement possible au laboratoire, qui dispose d'environ deux mois pour les analyser à partir de la date de prélèvement. Pour les composés soufrés, le délai pourrait être plus court. Il est recommandé de procéder aux analyses sans délais.

## 5. Matériel et appareillage

5.1 Système de nettoyage des canisters 3100A

5.2 Diluteur 4600A et 4700

5.3 Auto-échantillonneur 7032AQ

5.4 Pré-concentrateur 7200 Entech

5.5 Concentrateur Markes

5.6 Colonne chromatographique capillaire de type DB-624 d'une longueur de 60 m, d'un diamètre intérieur de 0,25 mm et dont la phase est d'une épaisseur de 1,4 µm.

5.7 Spectromètre de masse (MS) qui permet l'impact électronique et qui fonctionne dans le mode d'acquisition de tous les ions, SCAN ou SIM/SCAN.

5.8 Canisters de 1,4 litre

Ces canisters servent tant à l'échantillonnage qu'à l'étalonnage.

5.9 Canisters de 6 litres

Ces canisters servent surtout à la préparation des étalons de dosage, des étalons volumétriques, des blancs de méthode et des échantillons de contrôle de la qualité.

5.10 Débitmètre

Vérifié au moins une fois tous les 2 ans par une firme externe.

## 6. Réactifs et étalons

Tous les solvants utilisés sont de qualité pesticide ou l'équivalent. Les gaz utilisés pour la chromatographie et la désorption thermique doivent être de qualité ECD ou mieux. De même, les gaz utilisés pour le nettoyage des canisters doivent être de qualité ECD ou mieux.

L'eau utilisée est filtrée sur une membrane de 5 µm, traitée sur charbon activé et déminéralisée. Par la suite, elle est bouillie pendant environ une heure et conservée dans une bouteille hermétiquement fermée pendant environ un mois. Ce délai peut être dépassé si les analyses de blanc de lot respectent nos critères.

6.1 Méthanol, CH<sub>3</sub>OH (CAS n° 67-56-1)

6.2 Étalons volumétriques à 1000 ppbv

Ce cylindre contient des étalons volumétriques ainsi que le bromofluorobenzène (BFB). Le délai de conservation est illimité.

Tableau 1 : Composition du cylindre mère des étalons volumétriques à 1000 ppbv

Étalons volumétriques	N° CAS
Bromochlorométhane	74-97-5
1,4-Difluorobenzène	540-36-3
Chlorobenzène-d5	3114-55-4
1-Bromo-4-fluorobenzène (BFB)	460-00-4

6.3 Étalons volumétriques à 20 ppbv chacun

Un canister de 6 litres est utilisé pour la préparation de cette concentration. Le délai de conservation de cette préparation est de 2 mois.

6.4 Étalons de dosage à 1000 ppbv par COV

Les cylindres sont obtenus commercialement. Les composés soufrés sont obtenus séparément.

6.5 Étalons de dosage à 2 et 20 ppbv par COV

Deux canisters de six litres servent à la préparation de ces deux concentrations des étalons de dosage.

6.6 Étalons de dosage à 2 et 20 ppbv pour les composés soufrés

Deux canisters de six litres servent à la préparation de ces deux concentrations des étalons de dosage.

## 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 des échantillons.

### 7.1 Préparation du matériel

Tout le matériel utilisé doit préalablement être décontaminé avec les solvants appropriés. Dans le cas des canisters et des pièces et composantes liées à ces médias d'échantillonnage, le méthanol est le solvant utilisé.

Les canisters doivent être nettoyés selon la procédure établie au laboratoire en se référant au document de référence interne. Un blanc de lot est analysé pour chaque série de canisters décontaminés en même temps dans le même four.

### 7.2 Dosage

#### 7.2.1 Conditions instrumentales (système Entech)

##### Auto-échantillonneur 7032AQ :

Volume d'injection des étalons volumétriques : 50 cc pour un étalon de 20 ppbv  
Volume d'injection des échantillons : volume typique de 100 cc (minimum de 20 cc)  
Volume d'injection des étalons : selon les concentrations visées

##### Pré-concentrateur 7200 :

Type de piégeage : déshydratation par trappes cryogéniques (*cold trap dehydration*)  
Nombre de trappes : trois séquentielles  
Une trappe vide cryogénisée (module 1)  
Une trappe de Tenax TA cryogénisée (module 2)  
Une trappe cryogénique pour concentrer les COV en amont de la colonne (module 3)  
Débit du gaz porteur à travers les trappes : 1,5 cc/min

##### **Module 1**

Température de piégeage : -40 °C  
Température de désorption : 20 °C  
Température de cuisson (*bake*) : 150 °C pendant 10 min

##### **Module 2**

Température de piégeage : -50 °C  
Température de désorption : 230 °C  
Temps de transfert du module 2 au module 3 : 3,5 min  
Température de cuisson (*bake*) : 220 °C

##### **Module 3**

Température de cryogénéisation : -180 °C  
Temps d'injection du module trois à la colonne chromatographique : 2 min  
Délai post-injection : 19,5 min

### Ligne de transfert

Température : 100 °C

Chromatographe en phase gazeuse :

Mode d'injection	<i>Splitless</i>
Pression	23,2 psi
Débit total	54,5 ml/min
Température de l'injecteur	150 °C
Colonne	Colonne de type DB-624 d'une longueur de 60 m, 0,25 mm de diamètre avec une phase stationnaire de 1,4 µm
Mode / Débit	Débit constant / 1,5 ml/min
Programmation de température	<u>Initiale :</u> 35 °C durant 5 minutes <u>1<sup>er</sup> palier de programmation :</u> Taux : 5 °C/min Final : 120 °C pour 0 minute <u>2<sup>e</sup> palier de programmation :</u> Taux : 25 °C/min Final : 250 °C pour 4 minutes Température en <i>post-run</i> : 30 °C Durée totale de la course ( <i>run</i> ) : 31,2 min

Spectromètre de masse :

Mode d'ionisation	Impact électronique
Type de source	<i>El source</i>
Mode d'acquisition	SIM/SCAN <i>m/z</i> 33-300
Température de la ligne de transfert	280 °C
Température de la source	230 °C
Température du quadripôle	150 °C
Délai pour le solvant ( <i>solvent delay</i> ) :	0,05 min
Temps d'activation du détecteur :	<i>On</i> : 0,05 min <i>Off</i> : 31,0 min

### 7.2.2 Conditions instrumentales (système Markes)

Pour les conditions instrumentales du système Markes, se référer aux documents internes.  
Chromatographe en phase gazeuse :

Mode d'injection	<i>Splitless</i>
Pression	23,2 psi
Débit total	5,5 ml/min
Température de l'injecteur	200 °C
Colonne	Colonne de type DB-624 d'une longueur de 60 m, 0,25 mm de diamètre avec une phase stationnaire de 1,4 µm
Mode / Débit	Débit constant / 1,5 ml/min
Programmation de température	<u>Initiale :</u> 35 °C durant 5 minutes <u>1<sup>er</sup> palier de programmation :</u> Taux : 5 °C/min Final : 120 °C pour 0 minute <u>2<sup>e</sup> palier de programmation :</u> Taux : 25 °C/min Final : 250 °C pour 4 minutes  Température en <i>post-run</i> : 50 °C Durée totale de la course ( <i>run</i> ) : 31,2 min

Spectromètre de masse :

Mode d'ionisation	Impact électronique
Type de source	<i>EI source</i>
Mode d'acquisition	SIM/SCAN <i>m/z</i> 33-300
Température de la ligne de transfert	280 °C
Température de la source	230°C
Température du quadripôle	150 °C
Délai pour le solvant ( <i>solvent delay</i> )	2,0 min
Temps d'activation du détecteur	<i>On</i> : 2,0 min

### 7.2.3 Calibration du spectromètre de masse

La résolution et la calibration du MS sont normalement vérifiées ou ajustées avec le perfluorotributylamine (PFTBA) : l'intensité relative et la résolution des ions de masse (*m/z*) 69, 219 et 502 sont vérifiées et ajustées au besoin. Dans le cas particulier de l'analyse des COV, le bromofluorobenzène (BFB) peut aussi être utilisé.

La fréquence de ce réglage est de 24 heures ou à chaque séquence. Les balises qui servent à valider une calibration sont disponibles dans le logiciel de l'instrument.

Le Tableau 2 énumère les ions choisis pour la quantification en GC-MS des COV visés de même que les étalons volumétriques et le BFB.

Cette méthode utilise le mode d'acquisition SCAN-SIM simultané.

Tableau 2 : Liste des COV pour le dosage et choix des ions de quantification

*	Composé (par ordre de temps de rétention)	Étalon volumétrique	Formule moléculaire	N °CAS	PM (g/mol)	Ions Quant. (m/z)	Ions Conf. (m/z)
1	1-propène	(ÉV-1)	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	115-07-1	42,08	42	39
2	dichlorodifluorométhane	(ÉV-1)	CCl <sub>2</sub> F <sub>2</sub>	75-71-8	120,91	85	87
3	1,2-dichloro-1,1,2,2-tétrafluoroéthane	(ÉV-1)	C <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> F <sub>4</sub>	76-14-2	170,92	85	87-135
4	chlorométhane	(ÉV-1)	CH <sub>3</sub> Cl	74-87-3	50,49	50	52
5	chloroéthène	(ÉV-1)	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> Cl	75-01-4	62,5	62	64
6	1,3-butadiène	(ÉV-1)	C <sub>4</sub> H <sub>6</sub>	106-99-0	54,09	39	54
7	bromométhane	(ÉV-1)	CH <sub>3</sub> Br	74-83-9	94,94	94	96
8	chloroéthane	(ÉV-1)	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> Cl	75-00-3	64,52	64	66
9	trichlorofluorométhane	(ÉV-1)	CCl <sub>3</sub> F	75-69-4	137,37	101	103
10	acroléine (2-propenal)	(ÉV-1)	C <sub>3</sub> H <sub>4</sub> O	107-02-8	56,06	56	55
11	1,1-dichloroéthène	(ÉV-1)	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	75-35-4	96,94	61	63-96
12	1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroéthane	(ÉV-1)	C <sub>2</sub> Cl <sub>3</sub> F <sub>3</sub>	76-13-1	187,38	151	101-103
13	2-propanone (acétone)	(ÉV-1)	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O	67-64-1	58,08	43	58
14	2-propanol	(ÉV-1)	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O	67-63-0	60,09	45	43-59
15	disulfure de carbone	(ÉV-1)	CS <sub>2</sub>	75-15-0	76,14	76	44-78
16	dichlorométhane	(ÉV-1)	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	75-09-2	84,93	49	84-86
17	trans-1,2-dichloroéthène	(ÉV-1)	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	156-60-5	96,94	61	96-98
18	2-méthoxy-2-méthyl-propane	(ÉV-1)	C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> O	1634-04-4	88,15	73	41-53
19	hexane	(ÉV-1)	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub>	110-54-3	86,177	57	41-86
20	1,1-dichloroéthane	(ÉV-1)	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub>	75-34-3	98,96	63	65
21	acétate de vinyle	(ÉV-1)	C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	108-05-4	86,09	43	86
22	2-butanone	(ÉV-1)	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O	78-93-3	72,107	43	72
23	cis-1,2-dichloroéthène	(ÉV-1)	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	156-59-2	96,94	61	96-98
24	acétate d'éthyle	(ÉV-1)	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	141-78-6	88,106	61	70-88
25	bromochlorométhane (ÉV-1)		CH <sub>2</sub> BrCl	74-97-5	129,38	130	128
26	chloroforme (trichlorométhane)	(ÉV-2)	CHCl <sub>3</sub>	67-66-3	119,38	83	47-85
27	tétrahydrofurane	(ÉV-2)	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O	109-99-9	72,11	72	42-71
28	1,1,1-trichloroéthane	(ÉV-2)	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> Cl <sub>3</sub>	71-55-6	133,4	97	61-99
29	cyclohexane	(ÉV-2)	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub>	110-82-7	84,16	84	56-69
30	tétrachlorure de carbone	(ÉV-2)	CCl <sub>4</sub>	56-23-5	153,82	117	119

*	Composé (par ordre de temps de rétention)	Étalon volumétrique	Formule moléculaire	N °CAS	PM (g/mol)	Ions Quant. (m/z)	Ions Conf. (m/z)
31	benzène	(ÉV-2)	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	71-43-2	78,11	78	50-77
32	1,2-dichloroéthane	(ÉV-2)	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub>	107-06-2	98,96	62	64
33	heptane	(ÉV-2)	C <sub>7</sub> H <sub>16</sub>	142-82-5	100,19	100	57-71
34	1,4-difluorobenzène (ÉV-2)		C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> F <sub>2</sub>	540-36-3	114,09	114	88-94
35	trichloroéthène	(ÉV-2)	C <sub>2</sub> HCl <sub>3</sub>	79-01-6	131,39	130	95-132
36	1,2-dichloropropane	(ÉV-2)	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>2</sub>	78-87-5	112,99	63	41-62
37	1,4-dioxane	(ÉV-2)	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	123-91-1	88,106	88	45
38	bromodichlorométhane	(ÉV-2)	CHBrCl <sub>2</sub>	75-27-4	163,83	83	85
39	cis-1,3-dichloropropène	(ÉV-2)	C <sub>3</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub>	10061-01-5	110,97	75	39-77
40	méthyl isobutyl cétone (MIBK)	(ÉV-2)	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O	108-10-1	100,16	43	58-100
41	toluène	(ÉV-2)	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub>	108-88-3	92,14	91	92
42	trans-1,3-dichloropropène	(ÉV-2)	C <sub>3</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub>	10061-02-6	110,97	75	39-77
43	1,1,2-trichloroéthane	(ÉV-2)	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> Cl <sub>3</sub>	79-00-5	131,93	97	61-83
44	tétrachloroéthène	(ÉV-2)	C <sub>2</sub> Cl <sub>4</sub>	127-18-4	165,83	166	131-164
45	2-hexanone (méthylbutylcétone, MBK)	(ÉV-2)	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O	591-78-6	101,16	58	43-100
46	dibromochlorométhane	(ÉV-2)	CHBr <sub>2</sub> Cl	124-48-1	208,28	127	129
47	1,2-dibromoéthane	(ÉV-2)	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> Br <sub>2</sub>	106-93-4	187,86	107	109
48	chlorobenzène-d5 (ÉV-3)		C <sub>6</sub> D <sub>5</sub> Cl	3114-55-4	117,6	82	117-119
49	chlorobenzène	(ÉV-3)	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Cl	108-90-7	112,56	112	77-114
50	éthylbenzène	(ÉV-3)	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	100-41-4	106,17	91	106
51	m-xylène	(ÉV-3)	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	108-38-3	106,17	91	106
51	p-xylène	(ÉV-3)	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	106-42-3	106,17	91	106
52	o-xylène	(ÉV-3)	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	95-47-6	106,17	91	106
53	styrène	(ÉV-3)	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub>	100-42-5	104,15	104	78-103
54	tribromométhane (bromoforme)	(ÉV-3)	CHBr <sub>3</sub>	75-25-2	252,73	173	171-175
55	1-bromo-4-fluorobenzène (BFB)	(ÉV-3)	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> BrF	460-00-4	175	95	50-174-177
56	1,1,2,2-tétrachloroéthane	(ÉV-3)	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> Cl <sub>4</sub>	79-34-5	167,85	83	85
57	1-éthyl-4-méthylbenzène	(ÉV-3)	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub>	622-96-8	120,19	105	79-91-120
58	1,3,5-triméthylbenzène	(ÉV-3)	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub>	108-67-8	120,19	105	120
59	1,2,4-triméthylbenzène	(ÉV-3)	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub>	95-63-6	120,19	105	120

*	Composé (par ordre de temps de rétention)	Étalon volumétrique	Formule moléculaire	N °CAS	PM (g/mol)	Ions Quant. (m/z)	Ions Conf. (m/z)
60	1,3-dichlorobenzène	(ÉV-3)	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub>	541-73-1	147	146	111-148
61	1,4-dichlorobenzène	(ÉV-3)	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub>	106-46-7	147	146	111-148
62	chlorure de benzyle	(ÉV-3)	C <sub>7</sub> H <sub>7</sub> Cl	100-44-7	126,58	91	126
63	1,2-dichlorobenzène	(ÉV-3)	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub>	95-50-1	147	146	111-148
64	1,2,4-trichlorobenzène	(ÉV-3)	C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> Cl <sub>3</sub>	120-82-1	181,45	180	182-184
65	hexachloro-1,3-butadiène	(ÉV-3)	C <sub>4</sub> Cl <sub>6</sub>	87-68-3	260,76	225	223-227
**	méthylmercaptan	(ÉV-1)	CH <sub>4</sub> S	74-93-1	48,11	47	48-45
**	sulfure de carbonyl	(ÉV-1)	COS	463-58-1	60,07	60	62
**	sulfure de diméthyl	(ÉV-1)	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> S	75-18-3	62,13	62	61-47
**	éthylmercaptan	(ÉV-1)	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> S	75-08-1	62,13	62	47-61
**	sulfure d'hydrogène	(ÉV-1)	H <sub>2</sub> S	7783-06-4	34,08	34	36

\* : Ordre chromatographique

\*\* : Quantification facultative

Étalons volumétriques      Étalon de recouvrement

## 7.2.4 Étalonage

### 7.2.4.1 Nouvel étalonage

Lors de l'étalonnage, les mélanges d'étalons de dosage de 2 et 20 ppbv sont utilisés avec les étalons volumétriques de 20 ppbv pour générer les diverses concentrations de COV.

Niveau (ppbv)	Étalons de dosage (ppbv)	Volume d'étalons ajoutés (cc)	Volume d'étalon volumétrique 20 ppbv (cc)
1	2	50	50
5	2	250	50
10	20	50	50
20	20	100	50
40	20	200	50

En parallèle, si les composés soufrés sont demandés, la courbe d'étalonnage des soufrés sera injectée. La courbe des soufrés comporte 6 niveaux qui sont prélevés de 2 mélanges : 2 ppbv et 20 ppbv.

Niveau (ppbv)	Étalons de dosage (ppbv)	Volume d'étalons ajoutés (cc)	Volume d'étalon volumétrique 20 ppbv (cc)
1	2	50	50
2	2	100	50
5	2	250	50
10	20	50	50
20	20	100	50
40	20	200	50

Ces courbes d'étalonnage sont faites lors de l'implantation de la méthode et lors de tout changement chromatographique d'importance. Les nouvelles courbes pour chaque composé sont considérées comme acceptables si le coefficient de détermination est d'au moins 0,990. Un minimum de trois points est nécessaire pour l'étalonnage avec régression linéaire.

L'utilisation d'un facteur de réponse moyen au lieu de la régression linéaire est acceptable si l'écart type **relatif** est de 25 % et moins. Il faut aussi un minimum de trois points pour utiliser un facteur de réponse moyen. La régression quadratique peut être utilisée seulement pour des composés qui ne peuvent être évalués à l'aide de la régression linéaire ou du facteur de réponse moyen. De plus, il faut un minimum de quatre points pour la régression quadratique.

#### 7.2.4.2 Vérification de l'étalonnage en cours

Deux niveaux de la courbe sont vérifiés au début de toute séquence d'analyse. L'écart entre les valeurs dosées et ceux qui sont prévus dans la table d'étalonnage ne doit pas dépasser 25 % pour 85 % des composés. Si ces deux vérifications sont acceptables, la courbe d'étalonnage est conservée. Dans le cas contraire, la courbe doit être refaite. Un point de vérification de la courbe des composés sulfurés peut aussi être analysé.

#### 7.2.5 Séquence de dosage

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

1. Conditionnement du pré-concentrateur (*bake*)
2. Blanc de méthode (canister identifié comme blanc de laboratoire)
3. Deux étalons de niveaux différents
4. Série d'échantillons, incluant les blancs de terrain (témoins) en premier
5. Matériel de référence tel que l'étalon d'une autre source
6. Étalon de vérification

**Note : Si un canister est suspecté être fortement contaminé, un blanc d'instrument peut être injecté entre chaque injection.**

## 8. Calcul et expression des résultats

### 8.1 Critères d'identification des COV

Le temps de rétention de chacun des COV ne doit pas être différent de plus de 0,2 min par rapport au temps de rétention du même composé dans la table d'étalonnage.

Les temps de rétention obtenus pour les ions choisis pour quantifier chaque COV ne doivent pas différer de plus de 0,04 minute par rapport à ceux qui sont indiqués dans la table d'étalonnage du logiciel.

Le rapport ionique obtenu des deux ions choisis pour quantifier chaque COV doit se situer à  $\pm 25\%$  de la valeur indiquée dans le logiciel de l'instrument. Si la proportion est au-delà de 25 %, mais que la recherche dans la librairie de spectres de masse indique qu'il s'agit du composé ciblé avec un taux de certitude d'au moins 80 %, le composé ciblé est quantifié avec l'ion le plus fiable et un résultat quantitatif est tout de même rapporté.

### 8.2 Calcul des résultats

Les COV sont dosés à l'aide de la réponse des COV ciblés en tenant compte de la réponse des étalons volumétriques.

Les résultats sont exprimés en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  pour chacun des COV et ne sont pas corrigés en fonction de l'étalon de recouvrement.

Exemple de calcul :

$$X \text{ (en ppbv)} = \frac{Y \text{ (en } \mu\text{g} / \text{m}^3) \times 24,45}{PM} \qquad Y \text{ (en } \mu\text{g} / \text{m}^3) = \frac{X \text{ (en ppbv)} \times PM}{24,45}$$

où

- X : représente la concentration d'un COV donné en ppbv;
- Y : représente la concentration d'un COV donné en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ;
- PM : représente le poids moléculaire d'un COV donné;
- 24,45 : représente la constante des gaz parfaits à 25 °C à une pression barométrique de 1 atmosphère.

## 9. Critères d'acceptabilité

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

Éléments de contrôle	Critères d'acceptabilité
Étalons volumétriques	Environ $\pm 50$ % dans une même séquence
Courbe d'étalonnage	$R^2 \geq 0,990$
Étalons de vérification	$\pm 25$ % pour 85 % des composés
Blanc de méthode	$\leq$ LQM, sinon il est soustrait
Étalons de recouvrement	30-130 %
Duplicata	S. O.
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.**

ANALYTICAL AND BIOANALYTICAL CHEMISTRY, *Determination of complex mixtures of volatile organic compounds in ambient air: An overview*, 386:1089-1098, D. K. Wang et C. C. Autin, Juin 2006.

ANALYTICAL AND BIOANALYTICAL CHEMISTRY, *Determination of complex mixtures of volatile organic compounds in ambient air: Canister methodology*, 386:1099-1120, D. K. Wang et C. C. Autin, Juin 2006.

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, *Determination of Volatile Organic Compounds (VOC's) in ambient air using specially prepared canisters with subsequent analysis by gas chromatography*, Compendium method TO-14A, Janvier 1999.

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, *Determination of Volatile Organic Compounds (VOC'S) in air collected in specially-prepared canisters and analysed by gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS)*, Compendium method TO-15, Janvier 1999.



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

**Québec** 