

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT,
DE LA LUTTE CONTRE
LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES,
DE LA FAUNE ET DES PARCS

Méthode d'analyse

MA. 400 – PFC 1.0

| 2024-04-26 (Révision 1)

Détermination des produits perfluorés :
dosage par chromatographie en phase liquide
couplée à un spectromètre de masse en tandem

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 – 2024

Bibliothèque et Archives nationales du Québec

ISBN : 978-2-550-97428-4 (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	2
3. Fiabilité	2
4. Conservation	2
5. Matériel et appareillage	3
6. Réactifs et étalons	3
7. Protocole d'analyse	9
7.1. Préparation des échantillons d'eau	9
7.2. Conditionnement des cartouches WAX	10
7.3. Extraction des échantillons d'eau	10
7.4. Purification des échantillons solides	11
7.5. Préparation des échantillons de sols et sédiments	12
7.6. Extraction des échantillons de sols et sédiments	13
7.7. Préparation des échantillons de biosolides	13
7.8. Extraction des échantillons de biosolides	14
7.9. Préparation des échantillons de tissus animaux	15
7.10. Extraction des échantillons de tissus animaux	16
7.11. Dosage des extraits	17
8. Calcul et expression des résultats	17
9. Critères d'acceptabilité	20
10. Bibliographie	20

Introduction

Les substances per- et polyfluoroalkyles (PFAS ou SPFA) sont des composés chimiques synthétiques utilisés dans des produits commerciaux et dans des produits de consommation. Ils sont aussi utilisés à diverses fins dans le secteur industriel. Le sulfonate de perfluorooctane (PFOS) est sans doute le composé perfluoré le plus connu. On l'a utilisé, entre autres, comme agent hydrophobe et oléophobe, comme apprêt antitaches pour les tissus, les tapis et les emballages alimentaires ainsi que comme surfactant dans l'industrie de la galvanoplastie et comme tensioactif dans les mousses extinctrices dans la lutte contre les incendies d'hydrocarbures. En raison de leur persistance et de leur utilisation répandue, les PFAS ont été détectés à de faibles concentrations dans l'environnement, dans les aliments ainsi que dans le sang humain, dans plusieurs pays. Les PFAS sont persistants et peuvent s'accumuler dans les êtres vivants avec de possibles effets néfastes sur la santé.

1. Domaine d'application

Cette méthode sert à détecter des produits perfluorés dans l'eau potable, l'eau de surface, les eaux usées, les sols et sédiments, **les biosolides et les tissus animaux**. Le domaine d'application **typique** pour chacun des produits perfluorés se situe **dans les fourchettes suivantes : entre 1 ng/l et 100 ng/l pour les matrices aqueuses, entre 0,05 et 20 µg/kg (poids sec) pour les sols et sédiments, entre 1 et 200 µg/kg (poids sec) pour les biosolides et entre 0,02 et 30 µg/kg (poids frais) pour les tissus animaux.**

2. Principe et théorie

Les **PFAS** sont extraits **des échantillons** d'eau par passage sur cartouche « SPE » échangeuse d'ions de type WAX. **Les PFAS sont extraits des matrices solides sèches (lyophilisées) par un solvant organique approprié, suivi d'une purification sur deux types de cartouches (WAX et carbone graphitique).** La détection et la quantification s'effectuent par chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem.

3. Fiabilité

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

3.1. Interférences

Les interférences peuvent être causées par des contaminants contenus dans les solvants, les réactifs, la verrerie ou les appareils de préparation. Tous les solvants, les réactifs et les appareils doivent être régulièrement vérifiés par l'analyse de solutions témoins.

4. Conservation

Liquide :

Prélever un échantillon de liquide représentatif dans un contenant de plastique de 125 ml **exempt de contaminants**. Conserver l'échantillon à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 21 jours.

Sols/sédiments/biosolides :

Prélever un échantillon représentatif exempt de roches/**débris** dont le diamètre est d'environ 2 mm et plus. La quantité d'échantillons requise est d'approximativement 20 g prélevés dans un contenant de plastique ou en verre **exempt de contaminants**. Le délai de conservation est de 180 jours entre le prélèvement et l'analyse, si l'échantillon est congelé.

Tissus animaux :

Prélever un échantillon de tissu animal (exemple : muscle de poisson, homogénat de poisson). La quantité d'échantillons requise est d'approximativement 20 g (poids frais), prélevés par exemple dans un sac hermétique en plastique. Le délai de conservation est de 180 jours entre le prélèvement et l'analyse, si l'échantillon est congelé.

5. Matériel et appareillage

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

- 5.1. Chromatographe en phase liquide couplé à un spectromètre de masse en tandem et injecteur automatique.
- 5.2. Colonne chromatographique capillaire Waters Acquity UPLC^{MD} BEH C18 1,7 µm, 2,1 × 50 mm
- 5.3. Colonne de garde Waters Acquity VanGuard UPLC^{MD} BEH C18 1,7 µm, 2,1 × 5 mm
- 5.4. Pré-filtre Waters Acquity Frit 0,2 µm 2,1 mm
- 5.5. Balance analytique dont la sensibilité est de 0,001 mg
- 5.6. Balance dont la sensibilité est de 0,01 g
- 5.7. Système d'évaporation sous **flux** d'argon
- 5.8. Bain d'extraction
- 5.9. Pompe à vide
- 5.10. Cartouche Oasis^{MD} WAX, 150 mg, 6 ml
- 5.11. Cartouche Supelclean^{MD} ENVI-Carb, 500 mg, 6 ml
- 5.12. Ordinateur pour traiter les données produites par l'appareil

6. Réactifs et étalons

Tous les solvants utilisés sont de qualité pesticide ou l'équivalent. Les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS (American Chemical Society), à moins d'indication contraire. Il est recommandé d'utiliser le grade LCMS pour les solvants et les réactifs utilisés dans la préparation des phases mobiles.

L'eau utilisée est de l'eau ultrapure.

Les différents composés perfluorés sont disponibles, entre autres, chez CIL Cambridge Isotope Laboratories ainsi que chez Wellington Laboratories.

À moins d'indication contraire, tous les réactifs sont entreposés à la température de la pièce alors que les étalons et les 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 **ne** démontrent une dégradation de la performance de la méthode et/ou que les critères d'acceptabilité de la méthode ne soient plus satisfaits.

Les différents volumes et masses indiqués dans la préparation des solutions peuvent être ajustés, pour autant que les proportions soient conservées.

- 6.1. Méthanol, CH₃OH (CAS n° 67-56-1)
- 6.2. Acétonitrile, CH₃CN (CAS n° 75-05-8)
- 6.3. Acétate d'ammonium, CH₃COONH₄ (CAS n° 631-61-8)
- 6.4. Hydroxyde d'ammonium, NH₄OH (CAS n° 1336-21-6), 28-30 % aqueux
- 6.5. Sodium perfluoro-1-hexanesulfonate, L-PFHxS, C₆F₁₃SO₃Na (CAS n° 82382-12-5). Ce composé se retrouve également sous forme de mélange d'isomères ramifiés et linéaires « br-PFHxSK ».
- 6.6. Sodium perfluoro-1-octanesulfonate, L-PFOS, C₈F₁₇SO₃Na (CAS n° 4021-47-0). Ce composé se retrouve également sous forme de mélange d'isomères ramifiés et linéaires « br-PFOSK ».
- 6.7. Sodium perfluoro-1-décanesulfonate, L-PFDS, C₁₀F₂₁SO₃Na (CAS n° 2806-15-7)
- 6.8. Acide perfluoro-n-octanoïque, PFOA, C₈HF₁₅O₂ (CAS n° 335-67-1)
- 6.9. Acide perfluoro-n-nonanoïque, PFNA, C₉HF₁₇O₂ (CAS n° 375-95-1)
- 6.10. Acide perfluoro-dodécanoïque, PFDoA, C₁₂HF₂₃O₂ (CAS n° 307-55-1)
- 6.11. Acide perfluoro-n-undécanoïque, PFUdA ou PFUA, C₁₁HF₂₁O₂ (CAS n° 2058-94-8)
- 6.12. Acide N-méthylperfluoro-1-octanesulfonamidoacétique, N-MeFOSAA, C₁₁H₆F₁₇NO₄S (CAS n° 2355-31-9)
- 6.13. Acide N-éthylperfluoro-1-octanesulfonamidoacétique, N-EtFOSAA, C₁₂H₈F₁₇NO₄S (CAS n° 2991-50-6)
- 6.14. Potassium perfluoro-1-butanesulfonate, L-PFBS, C₄F₉SO₃K (CAS n° 29420-49-3)
- 6.15. Sodium perfluoro-1-heptanesulfonate, L-PFHpS, C₇F₁₅SO₃Na (CAS n° 375-92-8)
- 6.16. Sodium perfluoro-1-nonanesulfonate, L-PFNS, C₉F₁₉NaO₃S (CAS n° 98789-57-2)
- 6.17. Acide perfluoro-n-butanoïque, PFBA, C₄HF₇O₂ (CAS n° 375-22-4)
- 6.18. Acide perfluoro-n-pentanoïque, PFPeA ou PFPA, C₅HF₉O₂ (CAS n° 2706-90-3)
- 6.19. Acide perfluoro-n-hexanoïque, PFHxA, C₆HF₁₁O₂ (CAS n° 307-24-4)
- 6.20. Acide perfluoro-n-heptanoïque, PFHpA, C₇HF₁₃O₂ (CAS n° 375-85-9)
- 6.21. Acide perfluoro-n-décanoïque, PFDA, C₁₀HF₁₉O₂ (CAS n° 335-76-2)
- 6.22. Acide perfluoro-n-tridécanoïque, PFTrDA, C₁₃HF₂₅O₂ (CAS n° 72629-94-8)
- 6.23. Acide perfluoro-n-tétradécanoïque, PFTeDA, C₁₄HF₂₇O₂ (CAS n° 376-06-7)

- 6.24. Sodium 1H,1H,2H,2H-perfluorohexane sulfonate, 4:2 FTS, $C_6H_4F_9SO_3Na$ (CAS n° 757124-72-4)
- 6.25. Sodium 1H,1H,2H,2H-perfluorooctane sulfonate, 6:2 FTS, $C_8H_4F_{13}SO_3Na$ (CAS n° 27619-97-2)
- 6.26. Sodium 1H,1H,2H,2H-perfluorodécane sulfonate, 8:2 FTS, $C_{10}H_4F_{17}SO_3Na$ (CAS n° 39108-34-4)
- 6.27. Sodium perfluoro-1-pentanesulfonate, L-PFPeS, $C_5H_{11}NaO_3S$ (CAS n° 630402-22-1)
- 6.28. Acide perfluoro-4-oxapentanoïque, PFMPA ou PF4OPeA, $C_4HF_7O_3$ (CAS n° 377-73-1)
- 6.29. Acide perfluoro-5-oxahexanoïque, PFMBA ou PF5OHxA, $C_5HF_9O_3$ (CAS n° 863090-89-5)
- 6.30. Potassium perfluoro[2-éthoxyéthane]sulfonate, PFEESA, $C_4F_9SO_4K$ (CAS n° 117205-07-9)
- 6.31. Acide perfluoro-3,6-dioxaheptanoïque, NFDHA ou 3,6-OPFHpA, $C_5HF_9O_4$ (CAS n° 151772-58-6)
- 6.32. Acide 2,3,3,3-Tetrafluoro-2-[1,1,2,2,3,3,3-heptafluoropropoxy]-propanoïque, HFPO-DA ou GenX, $C_6HF_{11}O_3$ (CAS n° 13252-13-6)
- 6.33. Sodium dodécafluoro-3H-4,8-dioxanonanoate, NaDONA ou ADONA, $C_7HF_{12}O_4Na$ (CAS n° 2250081-67-3)
- 6.34. Potassium 9-chlorohexadécafluoro-3-oxanonane-1-sulfonate, 9Cl-PF3ONS, $C_8F_{16}ClSO_4K$ (CAS n° 73606-19-6)
- 6.35. Potassium 11-chloroeicosafluoro-3-oxaundecane-1-sulfonate, 11Cl-PF3OUdS, $C_{10}F_{20}ClSO_4K$ (CAS n° 83329-89-9)
- 6.36. Acide 3-perfluoropentyle propanoïque (5:3), FPePA ou 5:3FTCA, $C_8H_5F_{11}O_2$ (CAS n° 914637-49-3)
- 6.37. Acide 3-perfluoroheptyle propanoïque (7:3), FHpPA ou 7:3FTCA, $C_{10}H_5F_{15}O_2$ (CAS n° 812-70-4)
- 6.38. Sodium perfluoro-1-propanesulfonate, L-PFPrS, $C_3F_7SO_3Na$ (CAS n° 359868-82-9)
- 6.39. Perfluoro-4-ethylcyclohexanesulfonate (mélange d'isomères), PFECHS, $C_8F_{15}SO_3K$ (CAS n° 335-24-0)
- 6.40. Acide 2H-perfluoro-2-octénoïque, FHUEA ou 6:2 FTUCA, $C_8H_2F_{12}O_2$ (CAS n° 70887-88-6)
- 6.41. Acide 2H-perfluoro-2-décénoïque, FOUEA ou 8:2 FTUCA, $C_{10}H_2F_{16}O_2$ (CAS n° 70887-84-2)
- 6.42. Mélange commercial à 2 000 ng/ml (sous forme de sel) PFAC-24PAR (n° CAS non disponible). Ce mélange contient les composés 6.5 à 6.27.
- 6.43. Mélange commercial PFAC-MXF (n° CAS non disponible). Ce mélange contient les composés 6.32 à 6.35.

- 6.44. Mélange commercial PFAC-MXG (n° CAS non disponible). Ce mélange contient les composés 6.28 à 6.31.
- 6.45. Mélange commercial des étalons d'extraction marqués, MPFAC-24ES. Ce mélange contient les MPFBA, M5PFPeA, M5PFHxA, M4PFHpA, M8PFOA, M9PFNA, M6PFDA, M7PFUDa, MPFDoA, M2PFTeDA, M8FOSA, d3-N-MeFOSAA, d5-N-EtFOSAA, M3PFBS, M3PFHxS, M8PFOS, M2-4:2FTS, M2-6:2FTS et M2-8:2FTS.
- 6.46. Acide 2,3,3,3-tétrafluoro-2-[1,1,2,2,3,3,3-heptafluoropropoxy]-¹³C₃-propanoïque, M3HFPO-DA, ¹³C₃¹²C₃HF₁₁O₃ (n° CAS non disponible)
- 6.47. Acide 2H-perfluoro-[1,2,¹³C₂]-2-octénoïque, MFHUEA, ¹³C₂¹²C₆H₂F₁₂O₂ (n° CAS non disponible)
- 6.48. Acide 2H-perfluoro-[1,2,¹³C₂]-2-décénoïque, MFOUEA, ¹³C₂¹²C₈H₂F₁₆O₂ (n° CAS non disponible)
- 6.49. Acide perfluoro-n-[2,3,4-¹³C₃]butanoïque, M3PFBA, ¹³C₃¹²CHF₇O₂ (n° CAS non disponible)
- 6.50. Acide perfluoro-n-[1,2-¹³C₂]hexanoïque, MPFHxA, ¹³C₂¹²C₄HF₁₁O₂ (n° CAS non disponible)
- 6.51. Sodium perfluoro-1-hexane[¹⁸O₂]sulfonate, MPFHxS, C₆F₁₃S¹⁸O₂¹⁶ONa (n° CAS non disponible)
- 6.52. Acide perfluoro-n-[1,2-¹³C₂]octanoïque, M2PFOA, ¹³C₂¹²C₆HF₁₅O₂ (n° CAS non disponible)
- 6.53. Acide perfluoro-n-[1,2,3,4,5-¹³C₅]nonanoïque, MPFNA, ¹³C₅¹²C₄HF₁₇O₂ (n° CAS non disponible)
- 6.54. Acide perfluoro-n-[1,2-¹³C₂]décanoïque, MPFDA, ¹³C₂¹²C₈HF₁₉O₂ (n° CAS non disponible)
- 6.55. Acide perfluoro-n-[1,2-¹³C₂]undécanoïque, MPFUdA, ¹³C₂¹²C₉HF₂₁O₂ (n° CAS non disponible)
- 6.56. Sodium perfluoro-1-[1,2,3,4-¹³C₄]octanesulfonate, MPFOS, ¹³C₄¹²C₄F₁₇SO₃Na (CAS n° 960315-53-1)
- 6.57. Acide perfluoro-n-(1,2-¹³C₂)hexadécanoïque, MPFHxDA, ¹³C₂¹²C₁₄HF₃₁O₂ (n° CAS non disponible)
- 6.58. Acide acétique glacial, C₂H₄O₂ (CAS n° 64-19-7)
- 6.59. Phase Bondesil-PSA 40 µm 100g.
- 6.60. Phase mobile aqueuse : 2mM acétate d'ammonium (aq) : méthanol, 98 : 2, v/v
- Dans une fiole jaugée de 1000 ml, dissoudre 0,154 g d'acétate d'ammonium dans environ 200 ml d'eau ultrapure. Ajouter 20 ml de méthanol et compléter au trait de jauge avec de l'eau ultrapure.
- 6.61. Phase mobile organique : 2mM acétate d'ammonium dans du méthanol

Dans une fiole jaugée de 1000 ml, dissoudre 0,154 g d'acétate d'ammonium dans environ 200 ml de méthanol et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

6.62. **Solution tampon acide : 25 mM acétate d'ammonium (aq) et acide acétique**

Dans une fiole jaugée de 1000 ml, dissoudre 1,925 g d'acétate d'ammonium dans environ 200 ml d'eau ultrapure, **ajouter 1,25 ml d'acide acétique glacial** et compléter au trait de jauge avec de l'eau ultrapure. Conserver cette solution au réfrigérateur, idéalement dans une bouteille ambrée.

6.63. **Solution d'élution des cartouches : 0,1 % (v/v) hydroxyde d'ammonium dans du méthanol**

Dans une fiole jaugée de 1000 ml, diluer 1 ml d'hydroxyde d'ammonium dans environ 800 ml de méthanol et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

6.64. **Solution d'extraction #1 (sols/sédiments/biosolides) : 0,3 % (v/v) hydroxyde d'ammonium dans du méthanol**

Diluer 0,6 ml d'hydroxyde d'ammonium dans 200 ml de méthanol.

6.65. **Solution d'extraction #2 (sols/sédiments/biosolides) : 50 mM d'acétate d'ammonium dans le méthanol**

Dans une fiole jaugée de 1000 ml, dissoudre 3,85 g d'acétate d'ammonium dans environ 200 ml de méthanol et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

6.66. **Solution complémentaire des étalons à 2 µg/ml**

Dans une fiole jaugée de 5 ml, introduire à l'aide de pipettes les volumes indiqués dans le tableau suivant et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

Solution commerciale	Concentration initiale (forme sel lorsqu'applicable) (µg/ml)	Volume utilisé (µl)	Concentration finale (forme sel lorsqu'applicable) (µg/ml)
PFPrS	50	200	2
FHUEA	50	200	2
FOUEA	50	200	2
5:3 FTCA (FPePA)	50	200	2
7:3 FTCA (FHpPA)	50	200	2
PFECHS	50	200	2

6.67. **Solution intermédiaire d'étalons de travail à 200 µg/l**

Dans une fiole jaugée de 5 ml contenant environ 2 ml de méthanol, introduire à l'aide de pipettes les volumes indiqués pour les solutions commerciales et « maison » énumérées dans le tableau suivant. Compléter au trait de jauge avec du méthanol.

Solution commerciale ou « maison »	Concentration initiale (forme sel lorsqu'applicable) (µg/l)	Volume utilisé (µl)	Concentration finale (forme sel lorsqu'applicable) (µg/l)
PFAC-24PAR	2000	500	200
PFAC-MXF	2000	500	200
PFAC-MXG	2000	500	200
Solution complémentaire des étalons	2000	500	200

6.68. Solution d'étalons de travail à 50 µg/l

Dans une fiole jaugée de 5 ml contenant environ 2 ml de méthanol, introduire 1,25 ml de solution intermédiaire d'étalons de travail à 200 µg/l et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

6.69. Solution d'étalons d'extraction à 100 µg/l

Dans une fiole jaugée de 10 ml contenant environ 2 ml de méthanol, introduire à l'aide de pipettes les volumes suivants et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

Solution commerciale	Concentration initiale (forme sel lorsqu'applicable) (µg/ml)	Volume utilisé (µl)	Concentration finale (forme sel lorsqu'applicable) (µg/l)
MPFAC-24ES	1	1000	100
M3HFPO-DA	50	20	100
MFHUEA	50	20	100
MFOUEA	50	20	100

6.70. Solution d'étalons d'injection à 100 µg/l

Dans une fiole jaugée de 25 ml contenant environ 2 ml de méthanol, introduire à l'aide de pipettes les volumes suivants et compléter au trait de jauge avec du méthanol.

Solution commerciale	Concentration initiale (forme sel lorsqu'applicable) (µg/ml)	Volume utilisé (µl)	Concentration finale (forme sel lorsqu'applicable) (µg/l)
M3PFBA	50	50	100
MPFHxA	50	50	100
MPFHxS	50	50	100
M2PFOA	50	50	100
MPFNA	50	50	100
MPFDA	50	50	100
MPFUdA	50	50	100
MPFOS	50	50	100
MPFHxDA	50	50	100

7. Protocole d'analyse

Pour toutes les séries d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, sont suivies pour s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments de contrôle et d'assurance de la qualité (blanc, matériaux de référence, duplicata, etc.). Tous ces éléments d'assurance et de contrôle de la qualité suivent les mêmes étapes du protocole analytique que les échantillons.

7.1. Préparation des échantillons d'eau

- Placer les bouteilles d'échantillons dans le bain à ultrasons pour une durée d'environ 20 minutes.
- Préparer les échantillons et les solutions étalons selon le tableau suivant avec de l'eau ultrapure dans des bouteilles d'échantillonnage en plastique.
 - Mesurer le volume par gravimétrie à l'aide d'une balance :
 - 1 g correspond à un millilitre d'échantillon.
- Le poids moyen des contenants de 125 ml en plastique clair est de 22,5 g et celui des contenants en plastique brun opaque est de 25,5 g.
- Si des échantillons doivent être filtrés, bien rincer à l'eau et au méthanol toute la verrerie afin d'éliminer toute présence de contamination possible. Utiliser un filtre GF/F.

	Volume initial (ml)	Solution d'étalons de travail à 50 µg/l (µl)	Solution d'étalons d'extraction à 100 µg/l (µl)
Blanc	100	0	10
Étalon 1 µg/l	100	10	10
Étalon 5 µg/l	100	50	10
Étalon 20 µg/l	100	200	10
CQ*	100	0	10
Échantillons	100	0	10
Ajout 5 µg/l	100	50	10

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

7.2. Conditionnement des cartouches WAX

- Installer le nombre de cartouches **WAX** requis sur le bain d'extraction.
- Remplir chaque cartouche de solution d'élution et laisser couler par gravité. S'assurer que le gel est bien mouillé à l'aide d'une pression positive au besoin.
- Ajouter ensuite 5 ml de méthanol et laisser couler par gravité. Ne pas amener à sec.
- Ajouter ensuite 5 ml d'eau ultrapure et laisser couler par gravité. **Ne pas amener à sec.**
- **Ajouter ensuite 5 ml de solution tampon acide et laisser couler par gravité. Ne pas amener à sec et conserver une quantité d'eau correspondante à environ 2 cm au-dessus du gel de la cartouche.**

7.3. Extraction des échantillons d'eau

- Installer des réservoirs préalablement décontaminés à l'eau chaude du robinet suivi d'un rinçage à l'eau déminéralisée et finalement d'un rinçage au méthanol sur les cartouches. Ne pas utiliser de savon ni de brosse pour cette procédure.
- Faire passer les échantillons, l'ajout, les échantillons de contrôle de la qualité, les solutions étalons et le blanc à travers les cartouches en maintenant un débit d'environ une goutte par seconde à l'aide de la pompe à vide au besoin. Ne pas amener à sec.
- Rincer les bouteilles d'échantillon avec environ 5 ml de méthanol lorsqu'elles sont vidées et ajouter immédiatement ce liquide de rinçage aux cartouches correspondantes.
- Rincer par gravité les cartouches à l'aide de 5 ml de **tampon acide** lorsque les échantillons sont complètement écoulés. Ne pas amener à sec.
- Rincer par gravité les cartouches avec 5 ml de méthanol. Ne pas amener à sec.

- Éluer par gravité les cartouches avec 5 ml de la solution d'élution dans des tubes en plastique de 15 ml.
- Filtrer au besoin l'extrait avec une seringue munie d'un filtre en fibre de verre de 0,2 µm (13 mm) dans un second tube.
- Évaporer à sec sous jet d'argon à environ 32 °C .
- Ajouter 500 µl de méthanol aux extraits et bien mélanger au vortex.
- Prélever 250 µl de chaque extrait et transférer dans des vials à HPLC. Ajouter 65 µl d'eau ultrapure ainsi que 10 µl de la solution d'étalons d'injection aux vials. Mettre un bouchon aux vials et bien mélanger au vortex. Ces aliquotes seront analysées pour le dosage des **composés à chaîne longue**. Le volume final est de 325 µl et la composition est MeOH : Eau, 80:20, v/v.
- Remettre les tubes en plastique contenant 250 µl méthanol sous l'évaporateur et évaporer de nouveau à sec.
- Ajouter 250 µl d'eau ultrapure, 55 µl de méthanol et 8 µl de la solution d'étalons d'injection et bien mélanger au vortex.
- Transférer les extraits reconstitués dans une deuxième série de vials à HPLC à l'aide de pipettes de transfert en plastique de 3 ml. Ces aliquotes seront analysées pour le dosage des **composés à chaîne courte**. Le volume final est de 313 µl et la composition est MeOH : Eau, 20:80, v/v.

7.4. Purification des échantillons solides

- Diluer les extraits en complétant les tubes jusqu'à environ 12 ml avec la solution de tampon acide.
- Faire passer les échantillons, l'ajout, les échantillons de contrôle de la qualité, les solutions étalons et le blanc à travers les cartouches en maintenant un débit d'environ une goutte par seconde à l'aide de la pompe à vide au besoin. Ne pas amener à sec.
- Rincer les tubes avec environ 0,5 ml de méthanol lorsqu'ils sont vidés et ajouter immédiatement ce liquide de rinçage aux cartouches correspondantes en complétant au besoin le volume des cartouches avec de la solution tampon acide.
- Rincer les cartouches WAX avec environ 5 ml de solution tampon acide. Ne pas amener à sec.
- Rincer les cartouches WAX avec 5 ml de méthanol. Ne pas amener à sec.
- Déconnecter de la cuve SPE les cartouches WAX et les remplacer par les cartouches ENVI-Carb.
- Remplir chaque cartouche ENVI-Carb avec 5 ml de méthanol et laisser couler par gravité. S'assurer que le gel est bien mouillé à l'aide d'une pression positive au besoin. Ne pas amener à sec.
- Fixer les cartouches WAX au-dessus des cartouches ENVI-Carb à l'aide de connecteurs (préalablement décontaminés au méthanol et séchés sous la hotte).

- Éluer les cartouches avec 5 ml de solution d'élution dans des tubes en plastique de 15 ml (préalablement pesés avec leur bouchon). La pompe à vide est utilisée afin d'obtenir une vitesse d'environ 1 goutte par seconde. À la fin de l'élution, récupérer les dernières gouttes en tirant avec la pompe à vide.

7.5. Préparation des échantillons de **sols et sédiments**

- Si l'échantillon est sec, peser environ 1 g d'échantillon (broyé et tamisé à 2 mm) dans un tube en polypropylène de 15 ml.
- Si l'échantillon est humide, il devra être lyophilisé au préalable (Division des matériaux de référence). Puis peser environ 1 g d'échantillon sec (broyé et tamisé à 2 mm) dans un tube en polypropylène de 15 ml.
- Ajouter les solutions de travail et d'extraction selon le tableau suivant, puis laisser reposer environ 1 heure. À l'exception du blanc, une matrice composite de sols/sédiments est utilisée pour les contrôles qualité (étalons, ajout, CQ).

	Poids de sols ou sédiments secs (g)	Solution d'étalon de travail ou intermédiaire	Volume de solution d'étalon de travail ou d'intermédiaire (µl)	Volume de solution d'étalon d'extraction à 100 µg/l (µl)
Blanc		-	0	100
Étalon 2 µg/kg	1	Solution d'étalon de travail à 50 µg/l	40	100
Étalon 10 µg/kg	1	Solution intermédiaire d'étalons de travail à 200 µg/l	50	100
Étalon 20 µg/kg	1	Solution intermédiaire d'étalons de travail à 200 µg/l	100	100
Échantillons	1	-	0	100
Ajout (10 µg/kg)	1	Solution intermédiaire d'étalons de travail à 200 µg/l	50	100
CQ *	1	-	0	100

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

7.6. Extraction des échantillons de sols et sédiments

- Ajouter 5 ml de solution d'extraction #1 et mélanger au vortex environ 30 secondes.
- Placer les tubes dans le bain à ultrasons environ 20 minutes et centrifuger à 5000 rpm pendant 10 minutes.
- Transférer le surnageant à la pipette pasteur dans un deuxième tube de 15 ml.
- Extraire une seconde fois avec 5 ml de solution d'extraction #2.
- Combiner les extraits (~10 ml de méthanol) et les évaporer à environ 0,5 ml sous jet d'argon à environ 32 °C
- Conditionner un nombre suffisant de cartouches WAX selon la procédure décrite à la section **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**
- Purifier les extraits selon la procédure décrite à la section 7.4.
- Évaporer jusqu'à environ 0,8 ml sous jet d'argon à environ 32 °C.
- Ajouter 100 µl de la solution d'étalons d'injection.
- Peser les tubes et déterminer le volume de méthanol à ajouter pour ajuster le volume final à 1 ml.
- Mélanger brièvement les tubes au vortex et centrifuger à 5000 rpm pendant 10 minutes.
- Prélever 700 µl de chaque extrait et transférer dans des vials à HPLC. Mettre un bouchon aux vials et bien mélanger au vortex. Cette aliquote sera analysée pour le dosage des **composés à chaîne longue et à chaîne courte**. La composition de l'extrait est ~100 % MeOH.

a supprimé: 7.2

7.7. Préparation des échantillons de biosolides

- Lors de la manipulation des échantillons de biosolides, l'opérateur travaille sous hotte muni de gants et d'un masque N95. Une aliquote de ~10-15 grammes d'échantillons est lyophilisée (Division des matériaux de référence) puis broyée au mortier. Un tamisage (2 mm) peut être nécessaire pour enlever les débris grossiers.
- Lorsque l'échantillon est sec et homogénéisé, peser environ 0,2 g d'échantillon (broyé et tamisé à 2 mm) dans un tube en polypropylène de 15 ml.
- Ajouter les solutions de travail et d'extraction selon le tableau suivant, puis laisser reposer environ 1 heure. À l'exception du blanc, une matrice composite de sols/biosolides est utilisée pour les contrôles qualité (étalons, ajout, CQ).

	Poids de biosolides secs (g)	Solution d'étalon de travail ou intermédiaire	Volume de solution d'étalon de travail ou d'intermédiaire (µl)	Solution d'étalons d'extraction à 100 µg/l (µl)
Blanc		-	0	100
Étalon 25 µg/kg	0,2	Solution d'étalon de travail à 50 µg/l	100	100
Étalon 100 µg/kg	0,2	Solution intermédiaire d'étalons de travail à 200 µg/l	100	100
Étalon 200 µg/kg	0,2	Solution intermédiaire d'étalons de travail à 200 µg/l	200	100
Échantillons	0,2	-	0	100
Ajout (100 µg/kg)	0,2	Solution intermédiaire d'étalons de travail à 200 µg/l	100	100
CQ *	0,2	-	0	100

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

7.8. Extraction des échantillons de biosolides

- Ajouter 4 ml de solution d'extraction #1 et mélanger au vortex environ 30 secondes.
- Placer les tubes dans le bain à ultrasons environ 20 minutes et centrifuger à 5000 rpm pendant 10 minutes.
- Transférer le surnageant à la pipette pasteur dans un deuxième tube de 15 ml contenant 500 mg de phase PSA.
- Extraire une seconde fois avec 4 ml de solution d'extraction #2 et transférer le surnageant à la pipette pasteur dans le tube correspondant de phase PSA.
- Mélanger brièvement les tubes au vortex et centrifuger à 5000 rpm pendant 10 minutes.
- Prélever 5 ml d'extrait et l'évaporer à environ 0,5 ml sous jet d'argon à environ 32 °C.
- Conditionner un nombre suffisant de cartouches WAX selon la procédure décrite à la section **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**
- Purifier les extraits selon la procédure décrite à la section 7.4.
- Évaporer jusqu'à environ 1,8 ml sous jet d'argon à environ 32 °C.

a supprimé: 7.2

- Peser les tubes et déterminer le volume de méthanol à ajouter pour ajuster le volume final à 2 ml.
- Mélanger brièvement les tubes au vortex et centrifuger à 5000 rpm pendant 10 minutes.
- Prélever 900 µl de chaque extrait et transférer dans des vials à HPLC. Ajouter 100 µl de la solution d'étalons d'injection. Mettre un bouchon aux vials et bien mélanger au vortex. Cette aliquote sera analysée pour le dosage des **composés à chaîne longue et à chaîne courtes**. La composition de l'extrait est ~100 % MeOH.

7.9. Préparation des échantillons de tissus animaux

- Les échantillons de tissus animaux sont souvent fournis au laboratoire comme matrice fraîche congelée. Les échantillons sont d'abord lyophilisés (Division des matériaux de référence) et les masses sont notées avant/après lyophilisation afin de documenter le taux d'humidité de la matrice (nécessaire pour recalculer les concentrations en base humide). Après lyophilisation et pulvérisation des échantillons secs (broyeur à billes ou équivalent), les échantillons sont homogénéisés à la spatule.
- Lorsque l'échantillon est sec et bien homogénéisé, peser environ 0,2 g d'échantillon dans un tube en polypropylène de 15 ml.
- Ajouter les solutions de travail et d'extraction selon le tableau suivant, puis laisser reposer environ 1 heure. À l'exception du blanc, une matrice de tissu animal exempt de niveaux significatifs de PFAS (exemple : poisson d'épicerie préalablement caractérisé) est utilisée pour les contrôles qualité (étalons, ajout, CQ).

	Poids de tissu animal sec (g)	Solution d'étalon de travail ou intermédiaire	Volume de solution d'étalon de travail ou d'intermédiaire (µl)**	Solution d'étalons d'extraction à 80 µg/l (µl)
Blanc		-	0	100
Étalon 2 µg/kg	0,2	Solution d'étalon de travail à 50 µg/l	32	100
Étalon 5 µg/kg	0,2	Solution d'étalon de travail à 50 µg/l	80	100
Étalon 15 µg/kg	0,2	Solution intermédiaire d'étalons de travail à 200 µg/l	60	100
Étalon 30 µg/kg	0,2	Solution intermédiaire d'étalons de travail à 200 µg/l	120	100
Échantillons	0,2	-	0	100
Ajout (15 µg/kg)	0,2	Solution intermédiaire d'étalons de travail à 200 µg/l	60	100
CQ *	0,2	-	0	100

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

**Considérant un taux d'humidité de 75 %.

7.10. Extraction des échantillons de tissus animaux

- Ajouter 4 ml de méthanol et mélanger au vortex environ 30 secondes.
- Placer les tubes dans le bain à ultrasons environ 10 minutes et centrifuger à 5000 rpm pendant 10 minutes.
- Transférer le surnageant à la pipette pasteur dans un deuxième tube de 15 ml.
- Extraire une seconde fois avec 4 ml de méthanol.
- Combiner les extraits (~8 ml de méthanol) et les évaporer à environ 0,5 ml sous jet d'argon à environ 32 °C.
- Conditionner un nombre suffisant de cartouches WAX selon la procédure décrite à la section **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**
- Purifier les extraits selon la procédure décrite à la section 7.4.
- Évaporer jusqu'à environ 0,8 mL sous jet d'argon à environ 32 °C.

a supprimé: 7.2

- Ajouter 100 µl de la solution d'étalons d'injection.
- Peser les tubes et déterminer le volume de méthanol à ajouter pour ajuster le volume final à 1 ml.
- Mélanger brièvement les tubes au vortex et centrifuger à 5000 rpm pendant 10 minutes.
- Prélever 700 µl de chaque extrait et transférer dans des vials à HPLC. Mettre un bouchon aux vials et bien mélanger au vortex. Cette aliquote sera analysée pour le dosage des **composés à chaîne longue et à chaîne courte**. La composition de l'extrait est ~100 % MeOH.

7.11. Dosage des extraits

- Bien homogénéiser (vortex) le contenu des vials avant de commencer le dosage.
- Analyser les solutions étalons et les échantillons par chromatographie en phase liquide avec détection par spectrométrie de masse en tandem, dans le mode des ions sélectifs en réaction multiple.
- L'étalonnage de l'appareil doit être effectué au minimum une fois par année. Si un étalonnage n'est pas effectué lors d'une séquence d'analyse, un étalonnage précédent peut être utilisé pour la quantification si les contrôles de la qualité satisfont les critères d'acceptabilité.

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.

8. Calcul et expression des résultats

Les échantillons sont dosés à partir de la courbe d'étalonnage, calculée à partir de solutions étalons.

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

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

où

- C_e : concentration des composés perfluorés contenus dans l'échantillon (ng/l);
- A_x : aire du composé d'intérêt dans la solution dosée (échantillon);
- C_{is} : concentration de l'étalon d'extraction (surrogate) dans l'échantillon (ng/l);
- A_{is} : aire de l'étalon d'extraction (surrogate) dans l'échantillon;
- R_f : facteur de réponse de la solution étalon;
- V_i : volume initial (l);
- V_f : volume final (l);
- F : facteur de dilution, lorsque cela est applicable;
- A_s : aire du composé d'intérêt dans la solution étalon;
- C_{ise} : concentration de l'étalon d'extraction (surrogate) dans la solution étalon (ng/l);
- A_{ise} : aire de l'étalon d'extraction (surrogate) dans la solution étalon;
- C_s : concentration du composé d'intérêt dans la solution étalon (ng/l).

Le résultat pour le PFHxS tient compte de la somme des isomères linéaires et ramifiés.

Le résultat pour le PFOS tient compte de la somme des isomères linéaires et ramifiés.

Pour les composés présents sous forme de sel, un facteur est appliqué afin de refléter la concentration réelle du composé présent dans le mélange utilisé pour l'étalonnage.

Dans le cas des matrices sols, sédiments et biosolides, les concentrations sont exprimées en $\mu\text{g/kg}$ sur une base sèche. Les concentrations dans les échantillons sont ajustées en fonction de la prise d'essai initiale exacte.

Dans le cas des matrices de tissus animaux, les concentrations sont exprimées en $\mu\text{g/kg}$ sur une base humide. Les concentrations dans les échantillons sont donc ajustées en fonction de la prise d'essai initiale exacte, mais également du taux d'humidité.

La récupération des étalons d'extraction (surrogate) est calculée à partir du rapport des aires entre le surrogate et son étalon d'injection dans l'échantillon, comparativement au rapport des aires (surrogate/injection) observé dans la gamme d'étalonnage.

Les deux tableaux suivants fournissent à titre indicatif les associations entre les composés natifs, étalons d'extraction et étalons internes. Cette association peut être amenée à évoluer en fonction de la disponibilité des étalons marqués.

Composé natif à chaîne courte	Étalon d'extraction (surrogate)	Étalon d'injection (interne)
PFBA	$^{13}\text{C}_4\text{-PFBA}$	$^{13}\text{C}_3\text{-PFBA}$
PFPeA	$^{13}\text{C}_5\text{-PFPeA}$	$^{13}\text{C}_2\text{-PFHxA}$
PFHxA	$^{13}\text{C}_5\text{-PFHxA}$	$^{13}\text{C}_2\text{-PFHxA}$
PFHpA	$^{13}\text{C}_4\text{-PFHpA}$	$^{13}\text{C}_2\text{-PFHxA}$
PFPrS	$^{13}\text{C}_3\text{-PFBS}$	$^{18}\text{O}_2\text{-PFHxS}$
PFBS	$^{13}\text{C}_3\text{-PFBS}$	$^{18}\text{O}_2\text{-PFHxS}$

Composé natif à chaîne courte	Étalon d'extraction (surrogate)	Étalon d'injection (interne)
PFPeS	¹³ C ₃ -PFHxS	¹⁸ O ₂ -PFHxS
PFHxS	¹³ C ₃ -PFHxS	¹⁸ O ₂ -PFHxS
PFMPA (PF4OPeA)	¹³ C ₅ -PFPeA	¹³ C ₂ -PFHxA
PFMBA (PF5OHxA)	¹³ C ₅ -PFPeA	¹³ C ₂ -PFHxA
PFEESA	¹³ C ₃ -PFBS	¹⁸ O ₂ -PFHxS
NFDHA (3,6-OPFHpA)	¹³ C ₃ -HFPO-DA	¹³ C ₂ -PFHxA
HFPO-DA (GenX)	¹³ C ₃ -HFPO-DA	¹³ C ₂ -PFHxA
ADONA (NaDONA)	¹³ C ₄ -PFHpA	¹³ C ₂ -PFHxA
4:2 FTS	¹³ C ₂ -4:2 FTS	¹⁸ O ₂ -PFHxS
PFECHS*	¹³ C ₃ -PFHxS	¹⁸ O ₂ -PFHxS

*Composé analysé dans la méthode des composés à chaînes longues dans le cas des matrices solides.

Composé natif à chaîne longue	Étalon d'extraction (surrogate)	Étalon d'injection (interne)
PFOA	¹³ C ₈ -PFOA	¹³ C ₂ -PFOA
PFNA	¹³ C ₉ -PFNA	¹³ C ₅ -PFNA
PFDA	¹³ C ₆ -PFDA	¹³ C ₂ -PFDA
PFUdA	¹³ C ₇ -PFUdA	¹³ C ₂ -PFUdA
PFDoA	¹³ C ₂ -PFDoA	¹³ C ₂ -PFUdA
PFTeDA	¹³ C ₂ -PFTeDA	¹³ C ₂ -PFUdA
PFTeDA	¹³ C ₂ -PFTeDA	¹³ C ₂ -PFUdA*
PFHpS	¹³ C ₈ -PFOS	¹³ C ₄ -PFOS
PFOS	¹³ C ₈ -PFOS	¹³ C ₄ -PFOS
PFNS	¹³ C ₈ -PFOS	¹³ C ₄ -PFOS
PFDS	¹³ C ₈ -PFOS	¹³ C ₄ -PFOS
6:2 FTS	¹³ C ₂ -6:2 FTS	¹³ C ₄ -PFOS
8:2 FTS	¹³ C ₂ -8:2 FTS	¹³ C ₄ -PFOS
5:3 FTCA (FPePA)	¹³ C ₈ -PFOA	¹³ C ₂ -PFOA
7:3 FTCA (FHpPA)	¹³ C ₈ -PFOA	¹³ C ₂ -PFOA
FHUEA (6:2 FTUCA)	¹³ C ₂ -FHUEA	¹³ C ₂ -PFOA
FOUEA (8:2 FTUCA)	¹³ C ₂ -FOUEA	¹³ C ₂ -PFOA
9CIPF3ONS	¹³ C ₈ -PFOS	¹³ C ₄ -PFOS
11CIPF3OUdS	¹³ C ₇ -PFUdA	¹³ C ₂ -PFUdA

Composé natif à chaîne longue	Étalon d'extraction (surrogate)	Étalon d'injection (interne)
MeFOSAA	d3-MeFOSAA	¹³ C ₂ -PFUdA
EtFOSAA	d5-EtFOSAA	¹³ C ₂ -PFUdA

*Dans le cas des matrices solides, le ¹³C₂-PFHxDA est l'étalon d'injection associé au ¹³C₂-PFTeDA.

9. Critères d'acceptabilité

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.
Ajout dosé	La récupération doit être supérieure à 50 % et inférieure à 150 % pour 80 % des composés.
Duplicata	Les résultats sont acceptés à un écart de 30 % entre les deux valeurs.
Étalon de recouvrement	La récupération doit être supérieure à 50 % et inférieure à 150 %.
Blanc	Lorsqu'il y a un résultat positif, et jusqu'à concurrence de 10 fois la limite de détection, il sera soustrait du résultat des échantillons.
Solution étalon	Un écart de 40 % est accepté entre les valeurs de la nouvelle et de l'ancienne solution étalon pour 80 % des composés.
Courbe d'étalonnage	$r^2 \geq 0,9$.

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], [\[http://www.ceaeg.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf\]](http://www.ceaeg.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], [\[http://www.ceaeg.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf\]](http://www.ceaeg.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf).

GOVERNEMENT DU QUÉBEC. *Règlement sur la qualité de l'eau potable*, [En ligne], [\[http://www.mddelcc.gouv.qc.ca/eau/potable/brochure/\]](http://www.mddelcc.gouv.qc.ca/eau/potable/brochure/).

TIKKA, S. T., M. SILLANPAA et J. RAMO. *J. Environ. Anal. Chem.*, 77(3), (2000) 221-232.

WILLIAMS, D. T., F. BENOÎT, K. MUZIKA et R. O'GRADY. *J. of Chromatography*, 136 (1977) 423-427.

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

Québec 