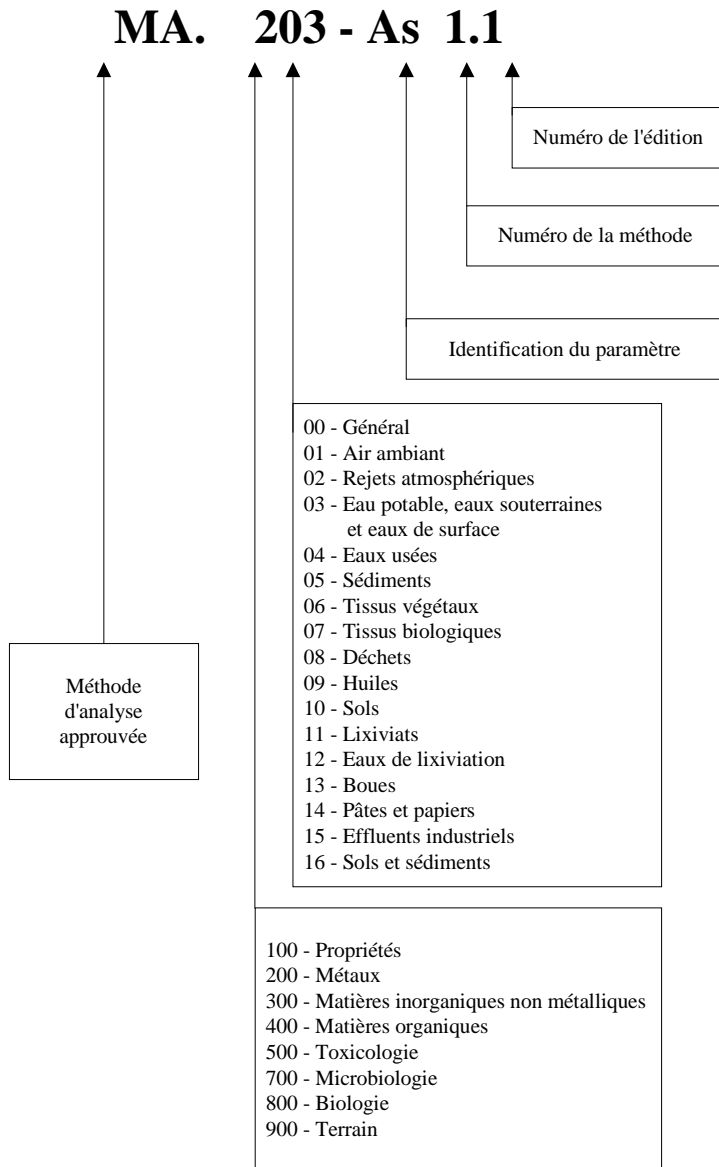


**MA. 403 – BPC 2.0**  
Édition : 2000-12-12  
Révision : 2002-04-04 (1)

### **Méthode d'analyse**

Détermination des biphényles polychlorés par Aroclor®;  
Dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à  
un détecteur à capture d'électrons

# Comment fonctionne la codification?



### Historique de la méthode

Cette méthode remplace la méthode liquide-solide MENVIQ89.11/403-BPC 1.3 pour laquelle le délai d'extraction est de 7 jours. Les modifications sont principalement liées au nouveau format et à la nouvelle codification. Cette méthode décrit les procédures d'extraction et de dosage des biphényles polychlorés par Aroclor®. Le développement de cette méthode a été initié dans les laboratoires du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. Depuis, elle a été améliorée et validée selon les exigences du programme d'accréditation.

**Reproduction et traduction, même partielles, interdites sans l'autorisation du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, ministère de l'Environnement du Québec.**

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Détermination des biphényles polychlorés par Aroclor®; Dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur à capture d'électrons. MA. 403 – BPC 2.0, Ministère de l'Environnement du Québec, 2002, 27 p.



## TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	7
1. DOMAINE D'APPLICATION	7
2. PRINCIPE ET THÉORIE	8
3. FIABILITÉ	8
3.1 Interférences	8
3.2 Limite de détection	8
3.3 Limite de quantification	9
3.4 Sensibilité	9
3.5 Fidélité	9
3.6 Justesse	10
3.7 Récupération	11
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	11
5. APPAREILLAGE	11
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	12
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	15
7.1 Préparation de l'échantillon	15
7.2 Dosage	17
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	18
8.1 Présence d'un Aroclor <sup>®</sup>	18
8.2 Présence de plus d'un Aroclor <sup>®</sup>	19
8.3 Procédure générale de quantification	19
8.4 Expression d'un résultat par Aroclors <sup>®</sup> totaux	22
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	23
10. BIBLIOGRAPHIE	23
Annexe 1 - Chromatogramme d'Aroclor <sup>®</sup> 1242 et d'Aroclor <sup>®</sup> 1260	24
Annexe 2 - Chromatogramme d'Aroclor <sup>®</sup> 1248	25
Annexe 3 - Chromatogramme d'Aroclor <sup>®</sup> 1254	26
Annexe 4 - Identification des pics utilisés pour BPC totaux	27



## INTRODUCTION

Les biphényles polychlorés (BPC) sont des composés complètement synthétiques formés de 2 noyaux « phényles » joints par un de leurs sommets et dont les 10 atomes d'hydrogène peuvent être substitués par autant d'atomes de chlore. Les BPC sont peu solubles dans l'eau mais hautement solubles dans les graisses, les huiles et les liquides non polaires.

Les BPC sont physiquement et chimiquement très stables et possèdent des propriétés électriques isolantes remarquables. Ces propriétés ont conduit à leur utilisation à grande échelle dans l'industrie mais elles sont, en contrepartie, également responsables de la persistance environnementale car ces composés ne se dégradent pas facilement après avoir été mis hors d'usage et disséminés.

Les mélanges commerciaux de BPC ont été produits dès 1929. La plupart des producteurs ont réduit ou cessé leur production dans les années 1970, mais certains ont continué jusqu'en 1983. De faibles quantités sont toujours produites, principalement pour utilisation dans les laboratoires. Les BPC peuvent aussi être produits de façon non intentionnelle sous forme d'impuretés ou de sous-produits dans plusieurs procédés chimiques, tels la synthèse du chlorobenzène, des solvants chlorés (par exemple, le chloroforme), des alcanes chlorés, de certains pigments, etc. Ils peuvent également se former lors de la dégradation thermique de composés organiques chlorés, par exemple dans les incinérateurs municipaux.

Le principal producteur des mélanges commerciaux de BPC fut Monsanto Corporation, qui breveta ses produits sous le terme d'Aroclor<sup>®</sup>. Cette compagnie a mis en marché environ 93 % de la production mondiale, qui s'élève à environ  $1 \times 10^9$  kg. Les Aroclors<sup>®</sup> sont représentés par un nombre de quatre chiffres, dont les deux premiers indiquent le type de molécule, 12 signifiant biphényle chloré. Les deux derniers chiffres indiquent le pourcentage en poids de chlore dans le mélange. Par exemple, le mélange d'Aroclor<sup>®</sup> 1254 représente un mélange de biphényles chlorés avec 54 % (p/p) de chlore dans le mélange

### 1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination des BPC dans les eaux potables, les eaux de surface et les eaux souterraines.

Le domaine d'application pour chacun des Aroclors<sup>®</sup> est présenté dans le tableau qui suit.

Eau potable

BPC	Limite inférieure (µg/l)	Limite supérieure (µg/l)
Aroclor <sup>®</sup> 1242	0,006	0,6
Aroclor <sup>®</sup> 1248	0,006	0,6
Aroclor <sup>®</sup> 1254	0,004	0,4
Aroclor <sup>®</sup> 1260	0,004	0,4

Eau de surface et eau souterraine

BPC	Limite inférieure (µg/l)	Limite supérieure (µg/l)
Aroclor® 1242	0,01	3,0
Aroclor® 1248	0,01	3,0
Aroclor® 1254	0,008	2,0
Aroclor® 1260	0,008	2,0

## 2. PRINCIPE ET THÉORIE

Les BPC sont extraits avec de l'hexane. L'extrait hexanique est ensuite purifié sur colonne de silice surmontée de 5 mm de cuivre métallique activé. Le facteur de concentration est de 5 000 fois pour les eaux potables et de 2 500 fois pour les eaux de surface et les eaux souterraines.

Chaque extrait est dosé par chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur à capture d'électrons (ECD). Les concentrations de BPC contenus dans l'échantillon sont calculées en comparant les hauteurs des pics des produits de l'échantillon à celles obtenues avec des solutions étalons de concentrations connues.

## 3. FIABILITÉ

Les termes suivants sont définis dans le document DR-12-VMC, intitulé « Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie ».

### 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.

D'autres BPC, et notamment ceux qui sont combinés avec le chlore, le soufre et le phosphore, peuvent interférer avec les BPC lors du dosage. La procédure de purification décrite dans cette méthode suffit généralement à les éliminer. La présence des produits détectés par cette méthode peut être confirmée à l'aide d'une deuxième colonne chromatographique de polarité différente et par GC-MS lorsque la matrice est complexe.

### 3.2 LIMITE DE DÉTECTION

Les limites de détection sont présentées dans le tableau qui suit.

BPC	Limite de détection (µg/l)	
	Eau potable	Eau de surface et eau souterraine
Aroclor® 1242	0,006	0,01
Aroclor® 1248	0,006	0,01

BPC	Limite de détection (µg/l)	
	Eau potable	Eau de surface et eau souterraine
Aroclor® 1254	0,004	0,008
Aroclor® 1260	0,004	0,008

### 3.3 LIMITE DE QUANTIFICATION

Les limites de quantification sont présentées dans le tableau qui suit.

BPC	Limite de quantification (µg/l)	
	Eau potable	Eau de surface et eau souterraine
Aroclor® 1242	0,02	0,03
Aroclor® 1248	0,01	0,03
Aroclor® 1254	0,02	0,02
Aroclor® 1260	0,01	0,02

### 3.4 SENSIBILITÉ

Les sensibilités moyennes obtenues sont présentées dans le tableau qui suit.

BPC	Sensibilité moyenne (signal/conc.*)
Aroclor® 1242	50,2
Aroclor® 1248	37,0
Aroclor® 1254	56,2
Aroclor® 1260	58,3

\* : sensibilité calculée à partir de la moyenne des 3 pentes obtenues pour des concentrations de 100, 250 et 500 µg/l pour les composés d'intérêt.

### 3.5 FIDÉLITÉ

#### 3.5.1 Réplicabilité

La réplicabilité d'une série de mesures (n = 10) est présentée dans les tableaux qui suivent.

Eau potable

BPC	Valeur moyenne (µg/l)	Réplicabilité (µg/l)
Aroclor® 1242	0,025	± 0,001
Aroclor® 1248	0,025	± 0,001
Aroclor® 1254	0,021	± 0,001
Aroclor® 1260	0,0195	± 0,0008

Eau de surface et eau souterraine

BPC	Valeur moyenne (µg/l)	Répétabilité (µg/l)
Aroclor <sup>®</sup> 1242	0,167	± 0,007
Aroclor <sup>®</sup> 1248	0,136	± 0,004
Aroclor <sup>®</sup> 1254	0,108	± 0,004
Aroclor <sup>®</sup> 1260	0,101	± 0,004

3.5.2 Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures (n = 7) effectuée à des niveaux d'ajouts différents est présentée dans le tableau qui suit.

BPC	Valeur moyenne (µg/l)	Répétabilité (µg/l)
Aroclor <sup>®</sup> 1242	0,034	± 0,003
Aroclor <sup>®</sup> 1260	0,040	± 0,004

3.5.3 Reproductibilité

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.6 JUSTESSE

Lors d'essais, la justesse d'une série de mesures (n = 10) est présentée dans les tableaux qui suivent.

Eau potable

BPC	Valeur attendue (µg/l)	Valeur obtenue (µg/l)	Erreur relative (%)	Justesse (%)
Aroclor <sup>®</sup> 1242	0,030	0,025	16	84
Aroclor <sup>®</sup> 1248	0,030	0,025	17	83
Aroclor <sup>®</sup> 1254	0,020	0,021	- 7	93
Aroclor <sup>®</sup> 1260	0,020	0,019	3	97

Eau de surface et eau souterraine

BPC	Valeur attendue (µg/l)	Valeur obtenue (µg/l)	Erreur relative (%)	Justesse (%)
Aroclor <sup>®</sup> 1242	0,150	0,167	- 11	89
Aroclor <sup>®</sup> 1248	0,150	0,136	9	91
Aroclor <sup>®</sup> 1254	0,100	0,108	- 8	92
Aroclor <sup>®</sup> 1260	0,100	0,101	- 1	99

### 3.7 RÉCUPÉRATION

Le pourcentage de récupération est présenté dans les tableaux qui suivent.

Eau potable

BPC	n	Ajout (µg/l)	Récupération (%)
Aroclor <sup>®</sup> 1242	3	150	92
Aroclor <sup>®</sup> 1248	3	150	88
Aroclor <sup>®</sup> 1254	3	100	103
Aroclor <sup>®</sup> 1260	3	100	99

Eau de surface et eau souterraine

BPC	n	Ajout (µg/l)	Récupération (%)
Aroclor <sup>®</sup> 1242	3	150	105
Aroclor <sup>®</sup> 1248	3	150	94
Aroclor <sup>®</sup> 1254	3	100	101
Aroclor <sup>®</sup> 1260	3	100	99

## 4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de verre de 1 litre, exempt de contaminant. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'extraction ne doit pas excéder 21 jours. Conserver l'échantillon à environ 4 °C.

## 5. APPAREILLAGE

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

5.1 Chromatographe en phase gazeuse de marque Hewlett Packard, modèle 5890, série II, muni d'un détecteur à capture d'électrons et comprenant :

5.1.1 Colonne chromatographique capillaire de type DB-5 d'une longueur de 30 m x 0,25 mm Di dont la phase est d'une épaisseur de 0,25 µm

5.1.2 Station de travail permettant de contrôler les appareils et de traiter les données

5.1.3 Échantillonneur automatique et contrôleur de marque Hewlett Packard, modèle 7673

5.2 Évaporateur rotatif de marque Büchi

Colonne de type silice (Si), 0,5 g

5.3 Four de marque Thermolyne, modèle Furnatrol I

- 5.4 Système d'évaporation sous jet d'argon
- 5.5 Microbalance dont la sensibilité est de 0,01 mg
- 5.6 Support à extraction sous vide de marque Visiprep (Supelco) ou l'équivalent

## 6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité A.C.S. ou de qualité équivalente ou supérieure, à moins d'indication contraire. Tous les solvants utilisés sont de qualité pesticide.

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des étalons est de l'eau déminéralisée, traitée sur charbon activé.

- 6.1 Acétone, CH<sub>3</sub>COCH<sub>3</sub> (CAS n° 67-64-1)
- 6.2 Hexane, C<sub>6</sub>H<sub>14</sub> (CAS n° 110-54-3)
- 6.3 Méthanol, CH<sub>3</sub>OH (CAS n° 76-56-1)
- 6.4 Sulfate de sodium anhydre, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, granulaire (CAS n° 7757-82-6)
- 6.5 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle (Ultra Scientific, RPC-080, IUPAC 207), (CAS n° 52663-79-3)
- 6.6 Décachlorobiphényle (Ultra Scientific, SPC-060, IUPAC 209), (CAS n° 2051-24-3)
- 6.7 Cuivre métallique en poudre (CAS n° 7440-50-8)
- 6.8 Solutions étalons de BPC (Supelco, Kit PCB-A-21)

BPC	Concentration (µg/ml)
Aroclor <sup>®</sup> 1242 (CAS n° 53469-21-9)	1 000
Aroclor <sup>®</sup> 1248 (CAS n° 12672-29-6)	1 000
Aroclor <sup>®</sup> 1254 (CAS n° 11097-69-1)	1 000
Aroclor <sup>®</sup> 1260 (CAS n° 11096-82-5)	1 000

- 6.9 Sulfate de sodium traité

Traiter le Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en le chauffant à environ 700 °C pendant une nuit. Laisser refroidir à la température de la pièce et conserver dans un contenant de verre.

- 6.10 Solution saturée de sulfate de sodium

Dissoudre en chauffant 150 g de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> traité dans 500 ml d'eau Nanopure<sup>®</sup>

- 6.11 Solution d'acide sulfurique 10 N (commerciale)

6.12 Solution d'acide sulfurique 1,0 N

Diluer 100 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10 N dans environ 600 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau

6.13 Cuivre métallique activé

Couvrir le fond d'un becher de 100 ml avec une mince couche de cuivre en poudre. Rincer le cuivre avec de l'eau déminéralisée, laisser déposer et rejeter l'eau. Recouvrir le cuivre avec une solution de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1,0 N. Agiter avec une tige de verre jusqu'à ce que le cuivre prenne une teinte rosée. Décantier la solution de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1,0 N et laver le cuivre avec de l'eau déminéralisée jusqu'à pH neutre (3 ou 4 lavages). Vérifier le dernier lavage avec un papier indicateur de pH. Rincer le cuivre à deux reprises avec de l'acétone; le cuivre demeure actif pendant 6 heures lorsqu'il est conservé dans l'acétone.

6.14 Solution étalon d'Aroclor<sup>®</sup> 1242 de 10 mg/l (hexane)

Diluer 1 ml de la solution étalon Aroclor<sup>®</sup> 1242 de 1 000 µg/ml dans environ 80 ml d'hexane et compléter à 100 ml avec de l'hexane.

6.15 Solution étalon d'Aroclor<sup>®</sup> 1248 de 10 mg/l (hexane)

Diluer 1 ml de la solution étalon Aroclor<sup>®</sup> 1248 de 1 000 µg/ml dans environ 80 ml d'hexane et compléter à 100 ml avec de l'hexane.

6.16 Solution étalon d'Aroclor<sup>®</sup> 1254 de 10 mg/l (hexane)

Diluer 1 ml de la solution étalon Aroclor<sup>®</sup> 1254 de 1 000 µg/ml dans environ 80 ml d'hexane et compléter à 100 ml avec de l'hexane.

6.17 Solution étalon d'Aroclor<sup>®</sup> 1260 de 10 mg/l (hexane)

Diluer 1 ml de la solution étalon Aroclor<sup>®</sup> 1260 de 1 000 µg/ml dans environ 80 ml d'hexane et compléter à 100 ml avec de l'hexane.

6.18 Solution étalon de 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle de 100 mg/l

Dissoudre 10 mg de 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle avec environ 80 ml d'hexane dans une fiole jaugée de 100 ml. Passer au bain ultrasons pendant 2 minutes. Compléter au trait de jauge avec de l'hexane.

6.19 Solution étalon de 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle de 1 mg/l

Diluer 1 000 µl de la solution étalon de 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle de 100 mg/l avec environ 80 ml d'hexane dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait de jauge avec de l'hexane.

6.20 Solution étalon pour ajouts de 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle de 100 µg/l (étalon d'injection)

Diluer 10 ml de la solution étalon de 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle de 1 mg/l dans environ 80 ml d'hexane dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait de jauge avec de l'hexane.

6.21 Solution étalon de décachlorobiphényle de 100 mg/l

Dissoudre 10 mg de décachlorobiphényle avec environ 80 ml d'hexane dans une fiole jaugée de 100 ml. Passer au bain ultrasons pendant 2 minutes. Compléter au trait de jauge avec de l'hexane.

6.22 Solution étalon de décachlorobiphényle de 10 mg/l

Diluer 10 ml de la solution étalon de décachlorobiphényle de 100 mg/l avec environ 80 ml d'hexane dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait de jauge avec de l'hexane.

6.23 Solution étalon de décachlorobiphényle de 40 µg/l (étalon d'extraction)

Diluer 400 µl de la solution étalon de décachlorobiphényle de 10 mg/l avec environ 80 ml d'acétone dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait de jauge avec de l'acétone.

6.24 Solution étalon d'Aroclor® 1242 et d'Aroclor® 1260 de 100 µg/l, décachlorobiphényle de 40 µg/l et 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle de 10 µg/l (hexane)

Diluer 1 000 µl des solutions étalons d'Aroclor® 1242 et d'Aroclor® 1260 de 10 mg/l, 1 000 µl de la solution étalon de 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle de 1 mg/l et 400 µl de la solution étalon de décachlorobiphényle de 10 mg/l dans 80 ml d'hexane dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait de jauge avec de l'hexane.

6.25 Solution étalon d'Aroclor® 1242 de 100 µg/l (hexane)

Diluer 1 000 µl de la solution étalon d'Aroclor® 1242 de 10 mg/l dans environ 80 ml d'hexane dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait de jauge avec de l'hexane.

6.26 Solution étalon d'Aroclor® 1248 de 100 µg/l (hexane)

Diluer 1 000 µl de la solution étalon d'Aroclor® 1248 de 10 mg/l dans environ 80 ml d'hexane dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait de jauge avec de l'hexane.

6.27 Solution étalon d'Aroclor® 1254 de 100 µg/l (hexane)

Diluer 1 000 µl de la solution étalon d'Aroclor® 1254 de 10 mg/l dans environ 80 ml d'hexane dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait de jauge avec de l'hexane.

6.28 Solution étalon d'Aroclor® 1260 de 100 µg/l (hexane)

Diluer 1 000 µl de la solution étalon d'Aroclor® 1260 de 10 mg/l dans environ 80 ml d'hexane dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait de jauge avec de l'hexane.

6.29 Solution étalon pour ajouts d'Aroclor® 1242 et d'Aroclor® 1260 de 100 µg/l (acétone)

Diluer 1 000 µl de la solution étalon d'Aroclor® 1242 et d'Aroclor® 1260 de 10 mg/l dans environ 80 ml d'acétone dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait de jauge avec de l'acétone.

6.30 Solution étalon pour ajout d'Aroclor® 1248 de 100 µg/l (acétone)

Diluer 1 000 µl de la solution étalon d'Aroclor® 1248 de 10 mg/l dans environ 80 ml d'acétone dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait de jauge avec de l'acétone.

6.31 Solution étalon pour ajout d'Aroclor® 1254 de 100 µg/l (acétone)

Diluer 1 000 µl de la solution étalon d'Aroclor® 1254 de 10 mg/l dans environ 80 ml d'acétone dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au trait de jauge avec de l'acétone.

## 7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des «Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en physico-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 DE L'ÉCHANTILLON

#### 7.1.1 Extraction

- À l'aide d'un crayon marqueur, noter le niveau de l'échantillon sur la bouteille. À la fin de l'analyse, mesurer et noter le volume d'échantillon.
- Transférer l'échantillon au complet dans une ampoule à décantation en verre de 2 litres.
- Ajouter environ 30 ml de la solution saturée de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.
- Ajouter l'étalon d'extraction de décachlorobiphényle 40 µg/l : 200 µl pour les eaux potables, ou 400 µl pour les eaux de surface ou les eaux souterraines (cf. 6.23).

**NOTE - Pour l'ajout dosé : ajouter 200 µl de la solution étalon d'ajout de 100 µg/l dans l'acétone de l'Aroclor® choisi (soit 6,29; 6,30 ou 6,31) pour les eaux potables ou 400 µl pour les eaux de surface ou les eaux souterraines.**

- Rincer le contenant avec 100 ml d'hexane et verser le produit de rinçage dans l'ampoule à décantation.
- Agiter pendant deux minutes, laisser reposer jusqu'à la séparation distincte des deux phases.
- Recueillir la phase aqueuse (phase inférieure) dans le contenant d'origine ou un autre contenant en verre et la phase organique dans un ballon à évaporation de 500 ml, surmonté d'un Buchner contenant environ 100 g de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> traité (cf. 6.9).
- Répéter l'extraction deux autres fois avec des portions de 100 ml d'hexane tout en recueillant l'extrait dans le ballon à évaporation de 500 ml.
- Rincer le Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> avec de l'hexane.
- Fixer le ballon sur un évaporateur rotatif dont la température du bain est ajustée à environ 35 °C.
- Évaporer jusqu'à l'obtention d'un volume d'environ 1 ml.
- Transférer l'extrait dans un tube à centrifugation en verre de 15 ml et rincer le ballon avec de l'hexane.
- Concentrer à environ 0,5 ml sous un jet d'argon dans un bain-marie à environ 35 °C.

#### 7.1.2 Purification

- Conditionner chaque colonne Si (0,5 g) à l'aide de deux portions successives de 3 ml de méthanol suivies de 2 portions de 3 ml d'acétone.
- Placer de 5 à 10 mm de cuivre activé (cf. 6.13) en tête de colonne, laver avec deux portions de 2 ml d'acétone et deux portions de 2 ml d'hexane.
- Transférer l'extrait sur la colonne. Éluer les BPC avec trois portions successives de 2 ml d'hexane à l'aide d'une légère pression positive obtenue au moyen d'une seringue. Recueillir l'éluat dans un tube à centrifugation en verre de 15 ml étalonné à 0,2 ou 0,4 ml selon le cas.
- Concentrer l'éluat recueilli, sous un jet d'argon, dans un bain-marie à environ 35 °C jusqu'à l'obtention d'un volume d'environ 0,5 ml.
- Ajouter l'étalon d'injection 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonachlorobiphényle de 100 µg/l (cf. 6.20).
  - Pour les eaux potables : 20 µl
  - Pour les eaux de surface et les eaux souterraines : 40 µl

- Compléter ou évaporer jusqu'au volume final.
  - Pour les eaux potables : 0,2 ml
  - Pour les eaux de sur/face ou les eaux souterraines : 0,4 ml
- Transférer dans un vial en verre avec ou sans « insert ».

## 7.2 DOSAGE

- Analyser les solutions étalons et les échantillons par chromatographie en phase gazeuse.
- Les conditions chromatographiques sont les suivantes :

Injecteur : Split/Splitless

Température : 280 °C

Split à : 0,7 minute

Volume d'injection : 1 µl

### Colonne

Température initiale : 100 °C pendant 1 minute

Rampe n° 1 : 20 °C/minute

Température n° 1 : 200 °C pendant 1 minute

Rampe n° 2 : 10 °C/minute

Température n° 2 : 220 °C pendant 10 minutes

Rampe n° 3 : 25 °C/ minute

Température n° 3 : 270 °C pendant 10 minutes

Gaz vecteur : Hélium

Pression : 15 lb/po<sup>2</sup>

Débit : 1 ml/minute, débit constant

Gaz d'appoint : Argon-méthane 5 %

Débit : 60 ml/minute

Détecteur : ECD

Température : 350 °C

- Pour chacun des Aroclors<sup>®</sup> 1242, 1248, 1254 et 1260, six ou sept pics majeurs sont choisis pour l'identification (voir chromatogrammes en annexe). Pour les conditions chromatographiques citées, les temps de rétention sont approximativement les suivants.

Pic	Temps de rétention approximatif (minute)
Aroclor <sup>®</sup> 1254 n° 1	11,70
Aroclor <sup>®</sup> 1254 n° 2	12,90
Aroclor <sup>®</sup> 1254 n° 3	13,81
Aroclor <sup>®</sup> 1254 n° 4	14,89
Aroclor <sup>®</sup> 1254 n° 5	16,32
Aroclor <sup>®</sup> 1254 n° 6	17,97
Aroclor <sup>®</sup> 1242 n° 0	7,61
Aroclor <sup>®</sup> 1242 n° 1	8,28
Aroclor <sup>®</sup> 1242 n° 2	8,59
Aroclor <sup>®</sup> 1242 n° 3	9,05
Aroclor <sup>®</sup> 1242 n° 4	9,22
Aroclor <sup>®</sup> 1242 n° 5	10,34
Aroclor <sup>®</sup> 1242 n° 6	11,08
Aroclor <sup>®</sup> 1260 n° 1	15,52
Aroclor <sup>®</sup> 1260 n° 2	16,32
Aroclor <sup>®</sup> 1260 n° 3	17,32
Aroclor <sup>®</sup> 1260 n° 4	18,86
Aroclor <sup>®</sup> 1260 n° 5	20,29
Aroclor <sup>®</sup> 1260 n° 6	21,11
Aroclor <sup>®</sup> 1248 n° 1	8,27
Aroclor <sup>®</sup> 1248 n° 2	8,58
Aroclor <sup>®</sup> 1248 n° 3	9,05
Aroclor <sup>®</sup> 1248 n° 4	9,22
Aroclor <sup>®</sup> 1248 n° 5	10,34
Aroclor <sup>®</sup> 1248 n° 6	11,55
2,2',3,3',4,4',5,6,6'-Nonachlorobiphényle*	22,41
Décachlorobiphényle**	24,99

\* : étalon d'injection

\*\* : étalon d'extraction

## 8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 8.1 PRÉSENCE D'UN AROCLOR<sup>®</sup>

Les résultats d'analyse sont obtenus à l'aide d'un système informatisé de traitement des données.

Les résultats sont exprimés en µg/l pour l'Aroclor<sup>®</sup> présent d'après l'équation suivante :

$$D = \frac{A \times V_f}{N \times V_i} \times F$$

où

- D : concentration des BPC contenus dans l'échantillon ( $\mu\text{g/l}$ );
- A : la sommation des concentrations des pics retenus pour l'Aroclor<sup>®</sup> visé dans la solution dosée ( $\mu\text{g/l}$ );
- $V_i$  : volume initial de l'échantillon analysé (ml);
- $V_f$  : volume final de l'échantillon analysé (ml);
- F : facteur de dilution, si nécessaire;
- N : nombre de pics retenus pour l'Aroclor<sup>®</sup> visé.

## 8.2 PRÉSENCE DE PLUS D'UN AROCLOR<sup>®</sup>

La présence de plus d'un Aroclor<sup>®</sup> dans un échantillon peut produire des superpositions de pics qui nuisent à l'interprétation. Un choix judicieux de chacun des 6 pics des 4 Aroclors<sup>®</sup> ne permet pas d'éliminer complètement ce problème.

Selon les interférences présentes dans la matrice, certains pics retenus peuvent ne pas être fiables et doivent être éliminés. Les autres pics peuvent aussi servir à identifier les Aroclors<sup>®</sup> à condition d'effectuer toutes les corrections requises.

Dans ces cas, la procédure générale de quantification suivante doit être appliquée.

## 8.3 PROCÉDURE GÉNÉRALE DE QUANTIFICATION

- Injecter les échantillons ainsi que la solution étalon d'Aroclor<sup>®</sup> 1242 et d'Aroclor<sup>®</sup> 1260 (cf. 6.24), la solution étalon d'Aroclor<sup>®</sup> 1242 (cf. 6.25), la solution étalon d'Aroclor<sup>®</sup> 1254 (cf. 6.27) et la solution étalon d'Aroclor<sup>®</sup> 1260 (cf. 6.89). Calculer les concentrations dans tous les échantillons avec l'étalonnage d'Aroclors<sup>®</sup> 1242-1260.
- Analyser les étalons d'Aroclor<sup>®</sup> 1242, d'Aroclor<sup>®</sup> 1248, d'Aroclor<sup>®</sup> 1254 et d'Aroclor<sup>®</sup> 1260 séparément afin de connaître le comportement des pics avec cet étalonnage d'Aroclors<sup>®</sup> 1242-1260. Il est important de se familiariser avec ces résultats individuels car cela nous aidera à reconnaître les tendances dans les échantillons, à vérifier les hypothèses de départ et à effectuer les corrections requises à l'aide de ces données de base.
- À l'aide du système de traitement de données, étalonner avec l'étalon d'Aroclor<sup>®</sup> 1254 et traiter les échantillons ainsi que les étalons individuels autres que l'Aroclor<sup>®</sup> 1254.
- Répéter cette opération avec la solution étalon d'Aroclor<sup>®</sup> 1248 (cf. 6.26) et les échantillons.
- Comparer les résultats obtenus à la suite des trois étalonnages et effectuer les corrections requises.

Le tableau suivant nous montre comment quantifier les Aroclors<sup>®</sup> selon l'hypothèse retenue.

Hypothèse	Aroclor®	Présence	Absence	Pics retenus*	Corrections et remarques
A	1242	x		0 à 4	pic 0 : valeur de base du 1242, corr. ** pour la contribution du 1248 sur les pics 0 à 4 du 1242
	1248	x		1, 2, 3, 4, 5, 6	corr. sur les pics 1 à 6 pour la contribution du 1242, corr. sur le pic 6 pour la contribution du 1260
	1254		x		
	1260	x		1, 2, 3, 4, 5, 6	corr. pour la contribution du 1248 sur les pics 2, 5 et 6 (influence du 1248 de ~ 6 %)
B	1242	x		0 à 4	
	1248		x		résultats résiduels faibles une fois les corr. apportées pour la contribution du 1242 et du 1254
	1254	x		1 à 6	corr. sur les pics 1 à 3 pour la contribution du 1242 et corr. sur les pics 1 à 6 pour la contribution du 1260
	1260	x		3, 4, 5, 6	corr. pour la contribution du 1254 d'environ 12 % (influence du 1254 sur les pics du 1260)
C	1242		x		
	1248	x		1, 2, 3	
	1254	x		1, 2, 3	corr. sur les pics 1 à 3 pour la contribution du 1260, corr. sur les pics 1 à 3 pour la contribution du 1248, résultats résiduels sur les pics 4, 5 et 6 après la corr. pour la contribution du 1248 et du 1260
	1260	x		3, 4, 5, 6	corr. pour la contribution du 1254 ~ 12 %, corr. sur les pics 2, 5 et 6 pour la contribution du 1248 si valeur élevée du 1248 car l'influence est d'environ 6 %
D	1242	x		0 à 4	0 valeur de base du 1242, corr. pour la contribution du 1248 sur les pics 0 à 4 du 1242
	1248	x		1, 2, 3	corr. pour la contribution du 1242 sur les pics 1, 2 et 3, corr. pour la contribution du 1254 sur les pics 4, 5 et 6
	1254	x		6	corr. sur les pics 1, 2 et 3 pour la contribution du 1242, corr. sur les pics 1 à 5 pour la contribution du 1248
	1260		x		
E	1242		x		
	1248		x		
	1254	x		1 à 6	corr. sur les pics 1 à 6 pour la contribution du 1260
	1260	x		3 à 6	corr. pour la contribution du 1254 ~ 12 % (influence du 1254 sur ces pics)
F	1242	x		0 à 4	0 valeur de base du 1242, corr. pour la contribution du 1248 sur les pics 0 à 4 du 1242
	1248	x		1 à 6	corr. pour la contribution du 1242 sur les pics 1 à 6
	1254		x		
	1260		x		

\* : effectuer le choix final des pics retenus selon son expérience

\*\* : correction

Hypothèse	Aroclor®	Présence	Absence	Pics retenus*	Corrections et remarques
G	1242	x		0 + 1, 2, 3, 4	
	1248		x		résultats résiduels sur les pics 2 à 6, après corr.
	1254	x		1, 2, 3, 4, 5, 6	corr. pour la contribution du 1242 sur les pics 1, 2 et 3
	1260		x		
H	1242		x		
	1248	x		1 à 6	corr. sur le pic 6 pour la contribution du 1260
	1254		x		résultats résiduels pour les pics 4, 5 et 6 après corr.
	1260	x		1 à 6	corr. pour la contribution du 1248 sur les pics 2, 5 et 6 si valeur élevée du 1248, car l'influence est d'environ 6 %
I	1242	x		0 + 1, 2, 3, 4, 5	
	1248		x		
	1254		x		
	1260	x		1, 2, 3, 4, 5, 6	
J	1242		x		
	1248	x		1, 2, 3	corr. pour la contribution du 1254 sur les pics 4, 5 et 6
	1254	x		1, 2, 3, 4, 5, 6	corr. pour la contribution du 1248 sur les pics 1 à 5
	1260		x		
K	1242	x		0 à 4	0 valeur de base du 1242, corr. pour la contribution du 1248 sur les pics 0 à 4
	1248	x		1,2,3	corr. sur les pics 1 à 6 pour la contribution du 1242, corr. sur les pics 4, 5 et 6 pour la contribution du 1254, corr. sur le pic 6 pour la contribution du 1260
	1254	x		1, 2, 3	corr. sur les pics 1 à 6 pour la contribution du 1260, corr. des pics 1, 2 et 3 pour la contribution du 1248, résultats résiduels sur 4, 5 et 6 après corr., corr. sur les pics 1, 2 et 3 pour la contribution du 1242
	1260	x		3, 4, 5, 6	corr. pour la contribution du 1254 car il a une influence d'environ 12 % sur ces pics, corr. pour la contribution du 1248 sur les pics 2, 5 et 6 si forte valeur du 1248 car l'influence est d'environ 6 %

Exemple : hypothèse E, l'échantillon contient de l'Aroclor® 1254 et de l'Aroclor® 1260

- 1) Déterminer la moyenne de l'Aroclor® 1260 dans l'échantillon avec les pics 3 à 6 (résultat obtenu avec l'étalonnage de l'Aroclor® 1242-1260) ex. ~ 300 µg/l.
- 2) Sur le rapport de l'étalonnage de l'Aroclor® 1260, 100 µg/l, obtenu avec l'étalonnage de l'Aroclor® 1254, remarquer l'influence sur chacun des pics. Effectuer une règle de trois et

soustraire le résultat sur le rapport de l'échantillon en étalonnage de l'Aroclor<sup>®</sup> 1254. Effectuer ce calcul pour chacun des pics.

Exemple : si le pic n° 3 de l'étalon de l'Aroclor<sup>®</sup> 1260, 100 µg/l sur le rapport de l'étalonnage de l'Aroclor<sup>®</sup> 1254 donne X, combien donnera-t-il si l'échantillon en contient 300? Soustraire ce résultat du rapport de l'échantillon au pic n° 3 du rapport obtenu lors de l'étalonnage avec l'Aroclor<sup>®</sup> 1254.

- 3) Répéter pour les autres pics.
- 4) Faire la moyenne des 6 pics pour obtenir le résultat de l'Aroclor<sup>®</sup> 1254.
- 5) L'influence de l'Aroclor<sup>®</sup> 1254 est d'environ 12 % sur les pics 3 à 6 de l'Aroclor<sup>®</sup> 1260. Calculer la proportion du résultat de l'Aroclor<sup>®</sup> 1254 et soustraire de la moyenne des pics 3 à 6 de l'Aroclor<sup>®</sup> 1260 pour la valeur finale.

**NOTE - Pour vérifier les hypothèses de travail, il est recommandé de préparer des étalons représentant différents mélanges d'Aroclors<sup>®</sup>.**

Les résultats sont exprimés en µg/l pour chacun des Aroclors<sup>®</sup> d'après l'équation présentée au point 8.1.

#### 8.4 EXPRESSION D'UN RÉSULTAT PAR AROCLORS<sup>®</sup> TOTAUX

Certains clients demandent un résultat de BPC exprimé en BPC totaux, sans identification des Aroclors<sup>®</sup>. Dans ce cas, 15 pics ont été retenus, couvrant la totalité des Aroclors<sup>®</sup> 1242, 1248, 1254 et 1260. Chacun des Aroclors<sup>®</sup> a une concentration de 100 µg/l pour un total de 400 µg/l.

BPC total	Temps de rétention approximatif (minute)
1	8,34
2	9,11
3	9,28
4	9,72
5	10,43
6	11,18
7	11,81
8	13,03
9	13,48
10	13,96
11	15,07
12	16,52
13	19,11
14	20,41
15	21,21
Cl <sub>9</sub>	22,52
Cl <sub>10</sub>	25,14

Dans ce cas particulier, la limite de détection est de 0,08 µg/l. Facteur de concentration 500 fois (volume initial 1 000 ml, volume final 2 ml).

## 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

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

Élément de contrôle	Critère d'acceptabilité
Matériaux de référence	La valeur obtenue doit être à l'intérieur de l'intervalle de $\pm 2$ écarts types calculé à partir de la moyenne de tous les résultats obtenus pour ces échantillons de contrôle ou être à l'intérieur de l'intervalle, valeur moyenne $\pm 40$ %.
Étalon contrôle	Le résultat doit être $\geq 70$ % et $\leq 130$ % de la valeur attendue.
Blanc	<u>Lorsque le blanc présente une concentration mesurable et inférieure ou égale à 10 fois la limite de détection (LDM), ce résultat est soustrait de la concentration des échantillons de la série.</u>
Étalon d'extraction	Le pourcentage de récupération doit être de 50 % et plus.

## 10. BIBLIOGRAPHIE

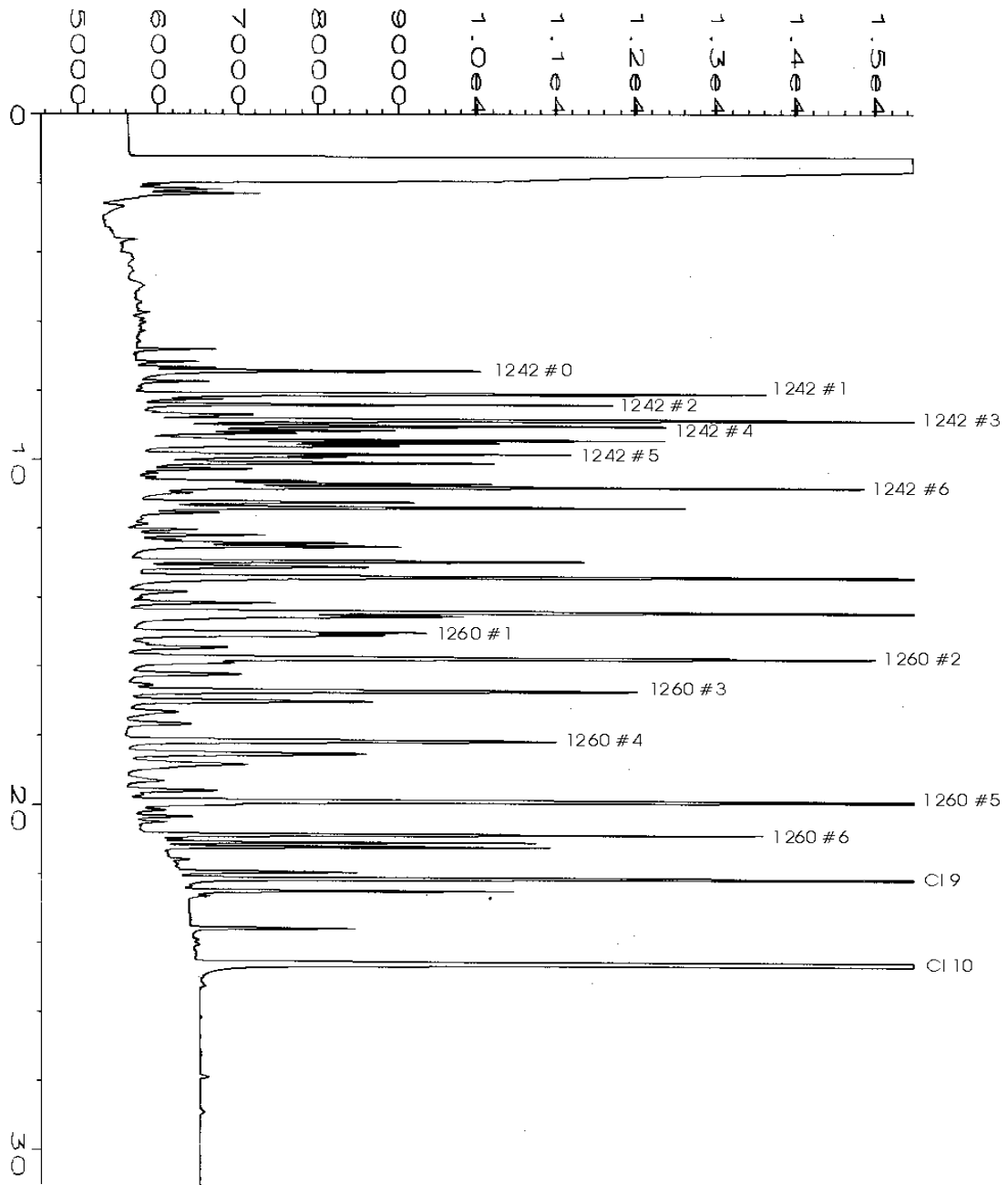
CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en physico-chimie, DR-12-SCA-01, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie, DR-12-VMC, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

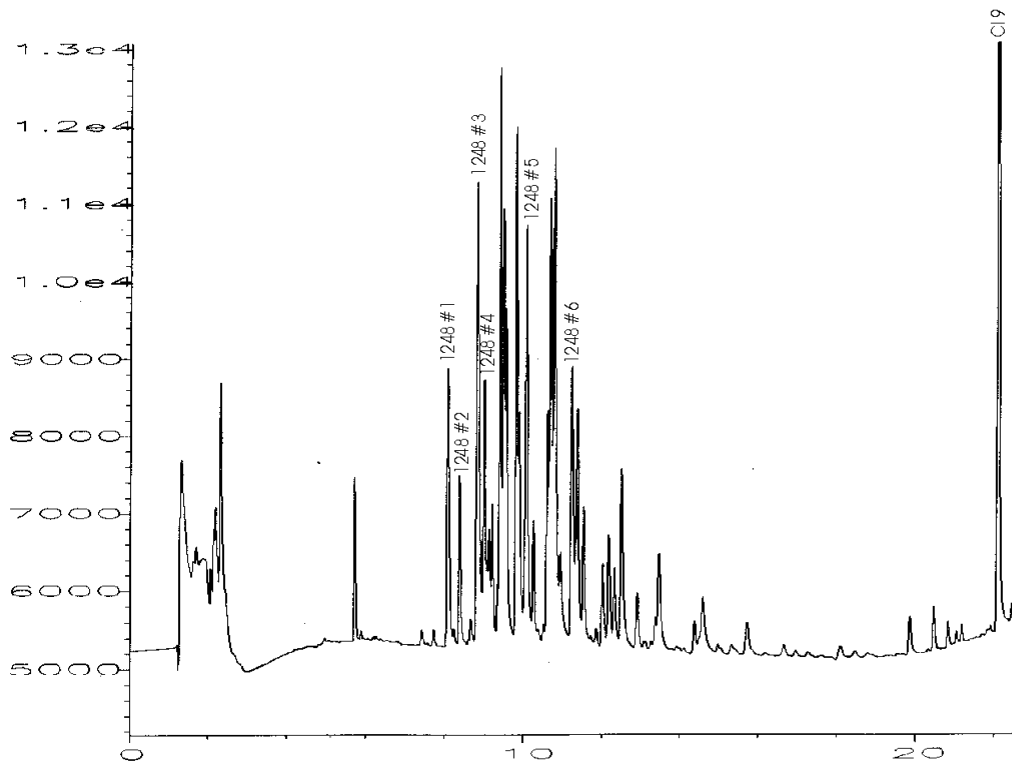
McNEELY, R.N., V.P. NEIMANIS et L. DWYER, Références sur la qualité des eaux, Guide des paramètres de la qualité des eaux, Direction générale des eaux intérieures, Direction de la qualité des eaux, Ottawa, Canada..1980, 100 p.

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT DU QUÉBEC, Les méthodes d'analyse des pesticides organochlorés et des biphényles polychlorés dans l'eau, les sédiments, les boues, les sols, les milieux biologiques, l'air et les hydrocarbures, Comité de normalisation des méthodes d'analyse, Mai 1980.

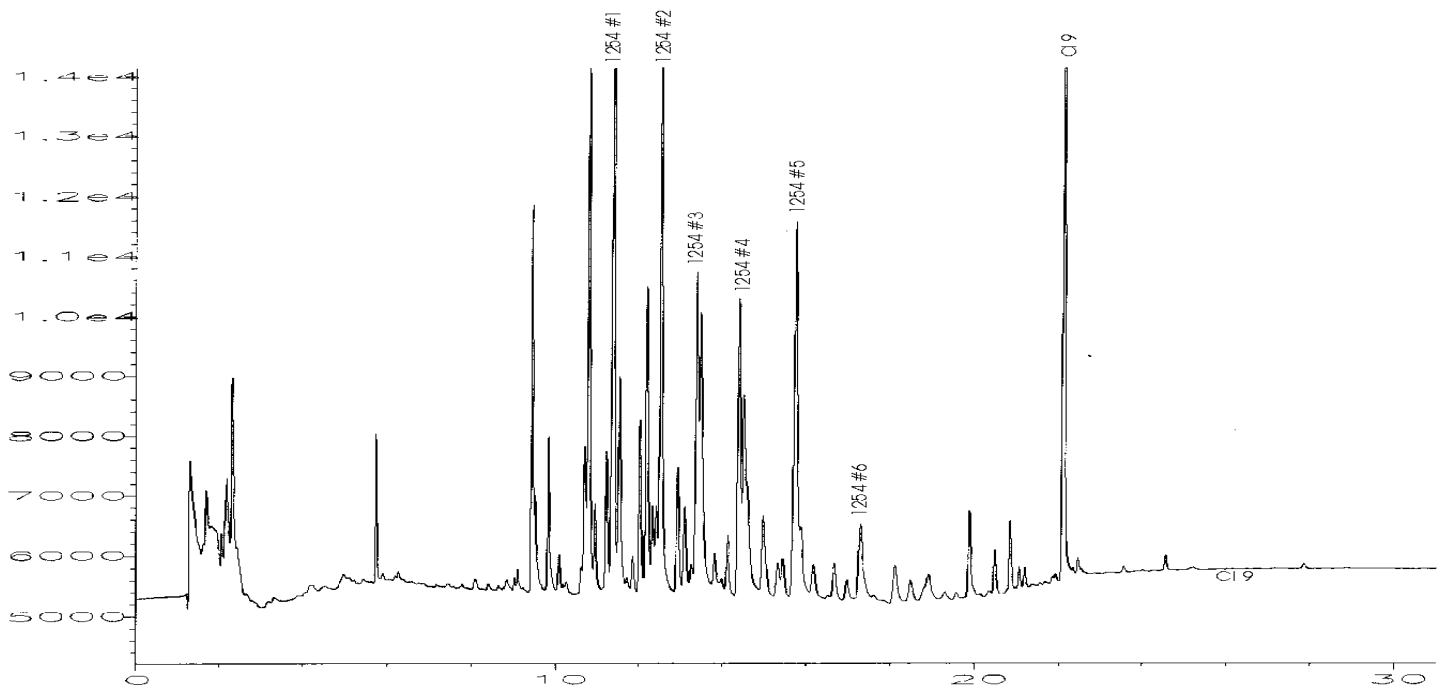
MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT DU QUÉBEC, Guide de caractérisation des échantillons contaminés par de biphényles polychlorés, 1995.



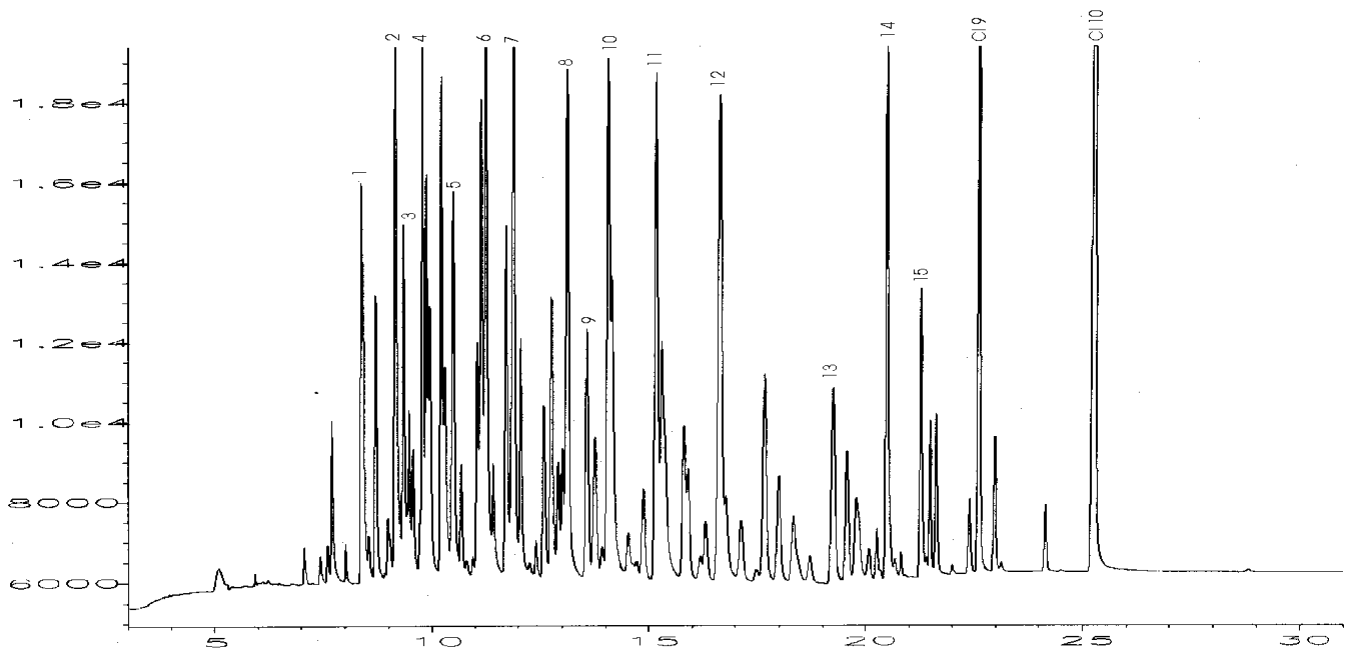
ANNEXE 1 - Chromatogramme d'Aroclor<sup>®</sup> 1242 et d'Aroclor<sup>®</sup> 1260



ANNEXE 2 - Chromatogramme d'Aroclor<sup>®</sup> 1248



ANNEXE 3 - Chromatogramme d'Aroclor® 1254



ANNEXE 4 - Identification des pics utilisés pour BPC totaux