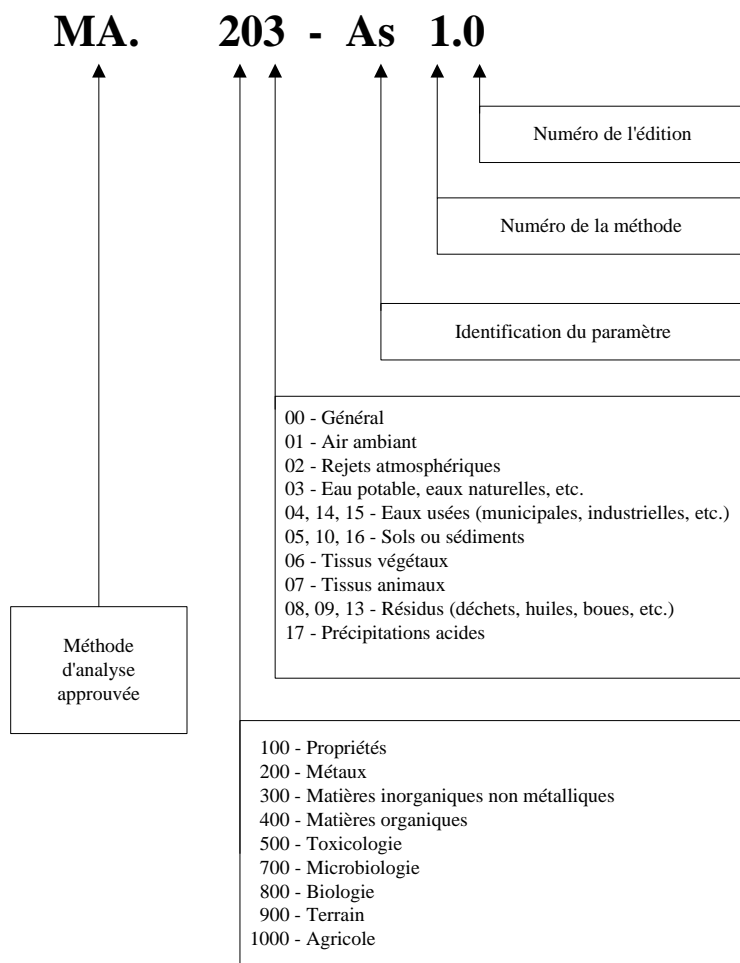


**MA. 400 – SPE – BPC/Cibz/HAP 1.0**  
Édition : 2006-11-22  
Révision : 2009-12-02 (1)

## **Méthode d'analyse**

Détermination des biphényles polychlorés, des chlorobenzènes et des hydrocarbures aromatiques polycycliques : extraction et purification sur phase solide (SPE) et dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse

## Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est marquée de l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. Il peut également être élevé si une révision entraîne des modifications en profondeur de la méthode. La date de révision est suivie d'un chiffre qui indique le numéro de la révision en cours.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.  
*Détermination des biphényles polychlorés, des chlorobenzènes et des hydrocarbures aromatiques polycycliques : extraction et purification sur phase solide (SPE) et dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse, MA. 400 – SPE – BPC/C1bz/HAP 1.0, Rév. 1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2009, 47 p.*

## Historique de la méthode

Cette méthode permet d'extraire et de purifier les matrices liquides aqueuses en ciblant simultanément trois grandes familles de contaminants organiques, soit les biphényles polychlorés (BPC), les chlorobenzènes (Clbz) et les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP).

En utilisant cette technique « multiparamètres » d'extraction-purification sur phase solide (SPE), il est possible de réaliser une économie de temps, puisque trois familles de composés sont extraites et purifiées simultanément. Également, les quantités réduites de solvants utilisées ainsi que la diminution de solvants usés générés par ce procédé entraînent une économie d'argent en plus de permettre une gestion environnementale plus responsable.

Cette méthode remplace en partie les révisions courantes des méthodes suivantes pour les matrices liquides aqueuses : MA. 400 – BPC 1.0, MA. 400 – Clbz 1.0 et MA. 400 – HAP 1.1. Elle est inspirée en grande partie de ces méthodes pour les conditions instrumentales et d'analyse.



## TABLE DES MATIÈRES

|   |    |
|---|----|
| INTRODUCTION  | 7  |
| 1. DOMAINE D'APPLICATION  | 7  |
| 2. PRINCIPE ET THÉORIE  | 7  |
| 3. FIABILITÉ  | 8  |
| 3.1. Interférence   | 8  |
| 3.2. Limites de détection méthodologique (LDM) et limites de quantification<br>méthodologique (LQM) | 9  |
| 4. CONSERVATION   | 9  |
| 5. APPAREILLAGE   | 9  |
| 6. RÉACTIFS ET ÉTALONS  | 10 |
| 7. PROTOCOLE D'ANALYSE  | 20 |
| 7.1. Préparation spéciale de la verrerie  | 20 |
| 7.2. Ajout des étalons de recouvrement dans les échantillons  | 21 |
| 7.3. Conditionnement des cartouches SPE   | 24 |
| 7.4. Extraction et purification des échantillons  | 25 |
| 7.5. Élution des échantillons   | 25 |
| 7.6. Traitement des extraits  | 26 |
| 7.7. Dosage   | 29 |
| 7.8. Acquisition et quantification au spectromètre de masse   | 31 |
| 8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS   | 40 |
| 8.1. Critères d'identification  | 40 |
| 8.2. Calculs  | 41 |
| 8.3. Expression des résultats   | 42 |
| 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ DES ÉLÉMENTS DE CONTRÔLE DE LA<br>QUALITÉ                               | 43 |
| 10. BIBLIOGRAPHIE   | 43 |
| ANNEXE I  | 45 |

## LISTE DES TABLEAUX

|   |    |
|---|----|
| Tableau 1 – Composition de la solution mère des étalons de recouvrement de BPC                                    | 11 |
| Tableau 2 – Composition de la solution mère des étalons volumétriques de BPC                                      | 11 |
| Tableau 3 – Composition de la solution mère des étalons de recouvrement de Clbz                                   | 12 |
| Tableau 4 – Composition de la solution mère des étalons de recouvrement de HAP                                    | 12 |
| Tableau 5 – Composition de la solution mère des étalons volumétriques de HAP                                      | 13 |
| Tableau 6 – Composition de la solution mère DSJ pour les BPC  | 14 |
| Tableau 7 – Solutions étalons servant au dosage des BPC   | 15 |
| Tableau 8 – Composition de la solution fenêtre pour les BPC   | 16 |
| Tableau 9 – Composition de la solution mère des étalons de dosage des Clbz  | 17 |
| Tableau 10 – Composition de la solution mère des étalons de dosage des HAP  | 17 |
| Tableau 11 – Solutions étalons servant au dosage des HAP  | 19 |
| Tableau 12 – Ajout des étalons de recouvrement  | 24 |
| Tableau 13 – Ajout des étalons volumétriques et des volumes finaux visés pour les extraits                        | 28 |
| Tableau 14 – Volume à inscrire dans la section « miscellaneous information » du gabarit de calculs                | 28 |
| Tableau 15 – Ions acquis pour les BPC   | 31 |
| Tableau 16 – Ions acquis pour les Clbz  | 32 |
| Tableau 17 – Ions acquis pour les HAP   | 33 |
| Tableau 18 – Étalons de dosage des BPC associés à leurs étalons de recouvrement et à leurs étalons volumétriques  | 34 |
| Tableau 19 – Étalons de dosage des Clbz associés à leurs étalons de recouvrement et à leurs étalons volumétriques | 36 |
| Tableau 20 – Étalons de dosage des HAP associés à leurs étalons de recouvrement et à leurs étalons volumétriques  | 36 |
| Tableau 21 – Limites de détection et quantification méthodologique des BPC  | 45 |
| Tableau 22 – Limites de détection et quantification méthodologique des Clbz                                       | 46 |
| Tableau 23 – Limites de détection et de quantification méthodologique des HAP                                     | 46 |

## INTRODUCTION

**Les biphényles polychlorés (BPC)** sont des composés synthétiques formés de deux noyaux benzéniques joints par un de leurs sommets dont les 10 atomes d'hydrogène peuvent être substitués par autant d'atomes de chlore. Ils sont caractérisés par une grande stabilité thermique, chimique et biologique. Les biphényles polychlorés sont peu solubles dans l'eau mais hautement solubles dans les graisses, les huiles et les liquides non polaires.

Les BPC étaient utilisés, entre autres, comme plastifiants dans les fluides hydrauliques, les lubrifiants et les composés de scellement et aussi comme isolants dans les transformateurs et les condensateurs électriques.

**Les chlorobenzènes (Clbz)** sont des composés constitués d'un atome de benzène avec des atomes de chlore dont le nombre peut aller de un à six.

Les Clbz sont principalement utilisés dans la synthèse de pesticides et d'autres produits chimiques. Les trichlorobenzènes, et plus particulièrement les tétrachlorobenzènes, étaient autrefois utilisés surtout dans la confection de fluides diélectriques. L'hexachlorobenzène, quant à lui, est généré dans l'environnement à partir de différentes sources dont certains pesticides chlorés, des procédés de combustion incomplète et de vieux sites ayant servi à l'enfouissement de déchets domestiques.

Enfin, **les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)** sont des composés organiques constitués de deux ou de plusieurs noyaux benzéniques dont les deux noyaux benzéniques adjacents se partagent au moins deux atomes de carbone. Des hétérocycles et des portions alicycliques peuvent également être présents dans la structure. En général, les HAP se divisent en deux groupes : ceux à faible poids moléculaire (de 2 à 3 noyaux benzéniques) et ceux à poids moléculaire élevé (plus de 3 noyaux benzéniques). Ils se présentent sous forme de cristaux colorés avec des points de fusion et d'ébullition élevés, une faible pression de vapeur et une faible solubilité dans l'eau.

Les principales sources de rejet de HAP dans l'environnement sont les centrales thermiques, les alumineries, l'utilisation du bois comme combustible, les feux de forêt, l'incinération des déchets, les moteurs à combustion interne et l'industrie pétrochimique.

### 1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode permet d'extraire et de purifier les BPC, les Clbz (tri, tétra, penta et hexachlorés) et une quarantaine de HAP dans les matières liquides aqueuses. Le dosage de ces composés est effectué par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse (CG-SM).

### 2. PRINCIPE ET THÉORIE

Les BPC, les Clbz et les HAP contenus dans l'échantillon aqueux sont adsorbés au moment de la filtration sur une cartouche remplie d'adsorbant C18-E. La désorption s'effectue ensuite avec du dichlorométhane et l'extrait recueilli est concentré.

Les BPC sont dosés par CG-SM. Quarante et un BPC spécifiques sont rapportés individuellement. Les groupes homologues, soit les familles de BPC, des trichlorés au décachloré, sont aussi rapportés. Le paramètre « BPC totaux » est calculé grâce à la somme des groupes homologues.

Les Clbz sont dosés par CG-SM. La concentration des différents isomères de tri, tétra, penta et hexachlorobenzènes est rapportée individuellement.

Les HAP sont dosés par CG-SM et rapportés individuellement.

### 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*.

Les données statistiques, soit la limite de détection méthodologique (LDM), la limite de quantification (LQM), la sensibilité, la répétabilité, la réplicabilité, la justesse et le pourcentage de récupération, ne sont pas détaillés dans cette méthode mais cette information est disponible pour les clients qui en font la demande. Les LDM et LQM sont cependant mentionnées au point 3.2 à titre indicatif.

#### 3.1. INTERFÉRENCE

Les interférences peuvent être causées par des contaminants contenus dans les solvants, les réactifs, la verrerie ou les appareils de préparation. Tous les solvants, les réactifs et les appareils utilisés sont vérifiés par l'analyse d'un blanc de méthode qui subit les mêmes étapes qu'un échantillon réel.

Certains composés organiques peuvent interférer lors du dosage en CG-SM. La procédure d'extraction-purification décrite dans cette méthode suffit généralement à les éliminer.

Les interférences causées par une contamination peuvent survenir lorsqu'un échantillon qui contient une faible concentration de mesurande (*analyte*) est dosé immédiatement après un échantillon dont la concentration pour ces mêmes mesurandes est plus élevée.

Plus spécifiquement, la photoréaction de certains HAP peut entraîner une sous-estimation de leur concentration initiale. Cet effet peut cependant être réduit si les contenants d'échantillons et la verrerie utilisée sont ambrés ou recouverts de papier d'aluminium.

Seules les matières liquides aqueuses ne contenant pas de phase organique (solvants et huiles) peuvent être traitées sur les cartouches SPE, car la présence de ces composés dans la phase aqueuse peut briser l'équilibre lors des phénomènes d'adsorption-désorption.

### 3.2. LIMITES DE DÉTECTION MÉTHODOLOGIQUE (LDM) ET LIMITES DE QUANTIFICATION MÉTHODOLOGIQUE (LQM)

L'ordre de grandeur pour les LDM et LQM des différents mesurandes pour les paramètres BPC, chlorobenzènes et HAP, sont énumérées dans les tableaux 21, 22 et 23 en annexe. Dans le cas des BPC, elles sont rapportées pour chaque congénère, exception faite des coéluants, où une valeur combinée est disponible.

## 4. CONSERVATION

Prélever les volumes requis et préserver selon les guides d'échantillonnage pertinents qui s'appliquent en fonction du type d'eau.

À titre d'exemple, les eaux usées peuvent être conservées 28 jours à 4 °C, ou 40 jours à 4 °C si l'échantillon a été extrait à l'intérieur des 28 premiers jours.

## 5. APPAREILLAGE

- 5.1. Agitateur rotatif de type « Rollacell »
- 5.2. Appareil de filtration sous vide des échantillons aqueux pour cartouches SPE à au moins 5 positions (rampe de filtration sous vide)
- 5.3. Appareil de filtration sous vide des extraits pour cartouches SPE (« Tall Boy »)
- 5.4. Cartouches SPE, Strata C18-E (55 µm, 70A) 10 g/60 ml Giga Tubes

**NOTE – Tout nouveau lot de cartouches SPE doit faire l'objet d'une vérification du recouvrement des BPC, des chlorobenzènes et des HAP. Les solutions utilisées pour la vérification doivent contenir les différents mesurandes. Une cartouche peut être vérifiées simultanément pour les trois paramètres. Les résultats de ces recouvrements sont consignés dans le formulaire désigné.**

- 5.5. Tubes à digestion en polypropylène de 50 ml
- 5.6. Colonnets de verre
- 5.7. Évaporateur rotatif de type « Rotavap »
- 5.8. Système d'évaporation sous jet d'azote de type « N-evap »
- 5.9. Agitateur vortex
- 5.10. Chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse de type quadrupole (CG-SM)

5.11. Colonnes chromatographiques :

BPC : colonne de type HP5-MS ou l'équivalent dont les dimensions sont de 30 m × 0,25 mm Di × 0,25 µm phase stationnaire

Clbz : colonne de type HP5-MS ou l'équivalent dont les dimensions sont de 30 m × 0,25 mm Di × 0,25 µm phase stationnaire

HAP : colonne de type ZB-5 MS ou l'équivalent dont les dimensions sont de 30 m × 0,25 mm Di × 0,25 µm phase stationnaire

5.12. Logiciel d'acquisition et de traitement des données

**NOTE – Toute la verrerie est lavée selon le document de référence interne DR-09-04-COL-01, intitulé *Instructions de lavage*.**

## 6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les solvants utilisés sont de qualité « pesticide » ou l'équivalent. Les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS à moins d'indication contraire.

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs est de l'eau déminéralisée, traitée sur charbon activé et filtrée sur une membrane de 5 µm.

6.1. Acide sulfurique, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (CAS n° 7664-93-9)

6.2. Solution d'acide sulfurique 50 % (V/V), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Diluer avec précaution l'acide sulfurique (cf. 6.1) dans des proportions 1:1 (V/V) avec de l'eau et laisser refroidir.

6.3. Hexane, C<sub>6</sub>H<sub>14</sub> (CAS n° 110-54-3)

6.4. Dichlorométhane, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> (CAS n° 75-09-2)

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

6.6. Isooctane, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>CH<sub>3</sub> (CAS n° 540-84-1)

6.7. Acétone, CH<sub>3</sub>COCH<sub>3</sub> (CAS n° 67-64-1)

6.8. Benzène, C<sub>6</sub>H<sub>6</sub> (CAS n° 71-43-2)

6.9. Mélange de dichlorométhane et de benzène 1:1 (V/V)

Mélanger un volume de dichlorométhane (cf. 6.4) et de benzène (cf. 6.8) dans des proportions 1:1 (V/V) et bien homogénéiser.

6.10. Chlorure de sodium, NaCl (CAS n° 7647-14-5)

6.11. Solution saturée de chlorure de sodium

Dissoudre du chlorure de sodium (*cf.* 6.10) dans de l'eau jusqu'à sursaturation visuelle.

6.12. Sulfate de sodium anhydre, 12 - 60 Mesh, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Traiter le Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en le chauffant à 650 °C pendant au moins 8 heures afin d'éliminer l'eau résiduelle et les impuretés d'origine organique.

6.13. Solution mère d'étalons de recouvrement de **BPC** à précisément environ 2 µg/ml chacun

La solution mère est préparée à partir des solutions commerciales individuelles de BPC « nature ». Ces solutions commerciales sont disponibles à diverses concentrations allant d'environ 35 µg/ml à environ 100 µg/ml. Les solvants utilisés pour ces solutions commerciales sont l'hexane ou l'isooctane. Le solvant utilisé pour préparer la solution mère est l'hexane. Le tableau 1 décrit les BPC présents dans cette solution mère d'étalons de recouvrement.

Tableau 1 – Composition de la solution mère des étalons de recouvrement de BPC

| BPC « nature »    | Concentration typique (µg/ml) | Légende   |
|-------------------|-------------------------------|---|
| Cl-3 IUPAC n° 34  | 2                             | Cl - X = X nb d'atomes de chlore sur la molécule          |
| Cl-5 IUPAC n° 109 | 2                             | IUPAC = International Union of Pure and Applied Chemistry |
| Cl-9 IUPAC n° 207 | 2                             |   |

6.14. Solution mère des étalons volumétriques (étalons internes) de BPC à précisément environ 5 µg/ml

Cette solution mère est préparée à partir des solutions commerciales individuelles de BPC « nature ». Ces solutions commerciales sont disponibles à diverses concentrations allant d'environ 35 µg/ml à environ 100 µg/ml. Les solvants utilisés pour ces solutions commerciales sont l'hexane ou l'isooctane. Le solvant utilisé pour préparer la solution mère est l'hexane. Le tableau 2 décrit les BPC présents dans cette solution mère des étalons volumétriques.

Tableau 2 – Composition de la solution mère des étalons volumétriques de BPC

| BPC « nature »    | Concentration typique (µg/ml) |
|-------------------|-------------------------------|
| Cl-3 IUPAC n° 29  | 5                             |
| Cl-5 IUPAC n° 100 | 5                             |
| Cl-5 IUPAC n° 119 | 5                             |
| Cl-7 IUPAC n° 189 | 5                             |

6.15. Solution mère d'étalons de recouvrement de **Clbz** à précisément environ 2 µg/ml chacun

Cette solution est préparée à partir d'une solution de 100 µg/ml de chacun des chlorobenzènes-<sup>13</sup>C<sub>6</sub> dans l'hexane (cf. 6.3) (tableau 3).

Tableau 3 – Composition de la solution mère des étalons de recouvrement de Clbz

| Famille  | Concentration typique (µg/ml) |
|--|-------------------------------|
| Trichlorobenzène- <sup>13</sup> C <sub>6</sub>   | 100                           |
| Tétrachlorobenzène- <sup>13</sup> C <sub>6</sub> | 100                           |
| Pentachlorobenzène- <sup>13</sup> C <sub>6</sub> | 100                           |
| Hexachlorobenzène- <sup>13</sup> C <sub>6</sub>  | 100                           |

6.16. Solution mère de l'étalon volumétrique (étalon interne) de **Clbz** à précisément environ 4 µg/ml

Cette solution est soit obtenue à partir d'une solution de 3-Bromobiphényle à 100 µg/ml dans l'hexane (cf. 6.3) ou à partir du produit en poudre.

6.17. Solution mère d'étalons de recouvrement de **HAP** à 100 ng/µl

Une solution mère à environ 1 mg/ml de chacun des étalons de recouvrement est préparée dans un mélange de dichlorométhane et de benzène 1:1 (V/V) (cf. 6.9) selon le tableau 4. Par la suite, un mélange de ces solutions est préparé dans l'isooctane afin d'obtenir une concentration d'environ précisément 100 ng/µl de chacun des étalons de recouvrement.

Tableau 4 – Composition de la solution mère des étalons de recouvrement de HAP

| Étalon de recouvrement                 | N° CAS     | Pesée (mg) | CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> :benzène 1:1 (V/V) (ml) | Concentration initiale (mg/ml) | Concentration finale dans isooctane (ng/µl) |
|--|------------|------------|---|--------------------------------|---|
| Acénaphène-D <sub>10</sub>             | 15067-26-2 | 25         | 25  | 1                              | 100   |
| Anthracène-D <sub>10</sub>             | 1719-06-8  | 25         | 25  | 1                              | 100   |
| Pyrène-D <sub>10</sub>                 | 1718-52-1  | 25         | 25  | 1                              | 100   |
| Chrysène-D <sub>12</sub>               | 1719-03-5  | 25         | 25  | 1                              | 100   |
| Benzo(a)pyrène-D <sub>12</sub>         | 63466-71-7 | 25         | 25  | 1                              | 100   |
| Dibenzo(a,h)anthracène-D <sub>14</sub> | 53-70-3    | 25         | 25  | 1                              | 100   |

6.18. Solution mère d'étalons volumétriques (étalons internes) de **HAP** à 10 ng/µl

Une solution mère à environ 0,5 mg/ml de chacun des étalons volumétriques est préparée dans un mélange de dichlorométhane et de benzène 1:1 (V/V) (cf. 6.9) selon le tableau 5.

Par la suite, un mélange de ces solutions est préparé dans l'isooctane afin d'obtenir une concentration d'environ précisément 10 ng/µl de chacun des étalons volumétriques.

Tableau 5 – Composition de la solution mère des étalons volumétriques de HAP

| Étalon volumétrique                  | N° CAS      | Pesée (mg) | CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> :benzène 1:1 (V/V) (ml) | Concentration initiale (mg/ml) | Concentration finale dans isooctane (ng/µl) |
|--------------------------------------|-------------|------------|---|--------------------------------|---|
| Naphtalène-D <sub>8</sub>            | 1146-65-2   | 12,5       | 25  | 0,5                            | 10  |
| Acénaphthylène-D <sub>8</sub>        | 93951-97-4  | 12,5       | 25  | 0,5                            | 10  |
| Phénanthrène-D <sub>10</sub>         | 1517-22-2   | 12,5       | 25  | 0,5                            | 10  |
| Fluoranthène-D <sub>10</sub>         | 93951-69-0  | 12,5       | 25  | 0,5                            | 10  |
| Benzo(a)anthracène-D <sub>12</sub>   | 1718-53-2   | 12,5       | 25  | 0,5                            | 10  |
| Benzo(e)pyrène-D <sub>12</sub>       | 205440-82-0 | 12,5       | 25  | 0,5                            | 10  |
| Benzo(g,h,i)pérylène-D <sub>12</sub> | 93951-66-7  | 12,5       | 25  | 0,5                            | 10  |

6.19. Solution commerciale d'Aroclor<sup>®</sup> 1242 à précisément environ 100 µg/ml pour **BPC**

La concentration indiquée ci-dessus est à titre indicatif. Le solvant est préférablement l'hexane ou l'isooctane.

6.20. Solution commerciale d'Aroclor<sup>®</sup> 1254 à précisément environ 100 µg/ml pour **BPC**

6.21. Solution commerciale d'Aroclor<sup>®</sup> 1260 à précisément environ 100 µg/ml pour **BPC**

6.22. Solution d'Aroclor<sup>®</sup> 1242-1254-1260 à précisément environ 0,5 µg/ml chacun (1,5 µg/ml total) pour la validation de la macrocommande **BPC** et le gabarit utilisé pour les calculs finaux

Il est à noter que cette solution pourrait être remplacée par une solution de BPC reconstituant les Aroclor<sup>®</sup> 1242, 1254 et 1260.

Les solutions commerciales des Aroclor<sup>®</sup> 1242, 1254 et 1260 sont utilisées pour la préparation de cette solution. Le solvant utilisé pour la solution finale est l'hexane. La concentration individuelle visée pour les étalons volumétriques lors de l'injection est 500 pg/µl.

6.23. Solution mère DSJ des étalons de dosage à environ 2 000 pg/µl par congénère pour **BPC**

Cette solution est soit obtenue à l'aide d'un mélange commercial des congénères spécifiques, soit préparée à l'aide de solutions commerciales de chacun des congénères spécifiques. Le solvant utilisé pour le mélange commercial peut être l'isooctane ou l'hexane alors que le solvant utilisé pour la solution mère DSJ préparée à l'aide des solutions commerciales individuelles des congénères est l'hexane.

La composition de la solution mère DSJ est présentée dans le tableau 6.

Il est à noter que presque tous les congénères spécifiques servant d'étalons sont à une concentration précise d'environ 2 000 pg/µl. Cependant, certains congénères ont délibérément été préparés à des concentrations différentes de cette cible afin de tenir compte de certaines particularités d'un mélange typique des Aroclor<sup>®</sup> 1242, 1254 et 1260.

Tableau 6 – Composition de la solution mère DSJ pour les BPC

| Congénère spécifique                        | Concentration typique (pg/µl) |
|---|-------------------------------|
| Cl-3 IUPAC n <sup>os</sup> 18 + 17          | 2 000 + 500                   |
| Cl-3 IUPAC n <sup>os</sup> 28 + 31          | 2 000 + 1 500                 |
| Cl-3 IUPAC n <sup>o</sup> 33                | 2 000                         |
| Cl-4 IUPAC n <sup>o</sup> 52                | 2 000                         |
| Cl-4 IUPAC n <sup>o</sup> 49                | 2 000                         |
| Cl-4 IUPAC n <sup>o</sup> 44                | 2 000                         |
| Cl-4 IUPAC n <sup>o</sup> 74                | 2 000                         |
| Cl-4 et Cl-5 IUPAC n <sup>os</sup> 70 + 95  | 2 000 + 1 000                 |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 101               | 2 000                         |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 99                | 2 000                         |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 87                | 2 000                         |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 110               | 2 000                         |
| Cl-6 et Cl-5 IUPAC n <sup>os</sup> 151 + 82 | 2 000 + 500                   |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 149               | 2 000                         |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 118               | 2 000                         |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 153               | 2 000                         |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 132               | 1 000                         |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 105               | 500                           |
| Cl-6 IUPAC n <sup>os</sup> 158 + 138        | 500 + 2 000                   |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 187               | 2 000                         |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 183               | 2 000                         |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 128               | 2 000                         |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 177               | 2 000                         |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 171               | 2 000                         |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 156               | 2 000                         |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 180               | 2 000                         |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 191               | 2 000                         |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 169               | 2 000                         |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 170               | 2 000                         |
| Cl-8 IUPAC n <sup>o</sup> 199               | 1 500                         |
| Cl-9 IUPAC n <sup>o</sup> 208               | 2 000                         |
| Cl-8 IUPAC n <sup>o</sup> 195               | 2 000                         |
| Cl-8 IUPAC n <sup>o</sup> 194               | 2 000                         |
| Cl-8 IUPAC n <sup>o</sup> 205               | 2 000                         |
| Cl-9 IUPAC n <sup>o</sup> 206               | 2 000                         |
| Cl-10 IUPAC n <sup>o</sup> 209              | 2 000                         |

6.24. Solutions servant à la préparation de la table d'étalonnage et au dosage des **BPC** par congénère (tableau 7)

Préparer ces solutions à partir des solutions mères suivantes : étalons de recouvrement (cf. 6.13), étalons volumétriques (cf. 6.14) et DSJ (cf. 6.23).

Tableau 7 – Solutions étalons servant au dosage des BPC

| Congénère spécifique                 | MS-1                                 | MS-2 | MS-3 | MS-4  | MS-5  |
|--------------------------------------|--------------------------------------|------|------|-------|-------|
| <b>Étalon de dosage</b>              | <b>Concentration typique (pg/µl)</b> |      |      |       |       |
| Cl-3 IUPAC n <sup>os</sup> 18 + 17   | 25                                   | 125  | 625  | 1 250 | 2 500 |
| Cl-3 IUPAC n <sup>os</sup> 28 + 31   | 35                                   | 175  | 875  | 1 750 | 3 500 |
| Cl-3 IUPAC n <sup>o</sup> 33         | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-4 IUPAC n <sup>o</sup> 52         | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-4 IUPAC n <sup>o</sup> 49         | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-4 IUPAC n <sup>o</sup> 44         | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-4 IUPAC n <sup>o</sup> 74         | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-4 IUPAC n <sup>o</sup> 70         | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 95         | 10                                   | 50   | 250  | 500   | 1 000 |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 101        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 99         | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| +Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 87        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 110        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 151        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 82         | 5                                    | 25   | 125  | 250   | 500   |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 149        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 118        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 153        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 132        | 10                                   | 50   | 250  | 500   | 1 000 |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 105        | 5                                    | 25   | 125  | 250   | 500   |
| Cl-6 IUPAC n <sup>os</sup> 158 + 138 | 25                                   | 125  | 625  | 1 250 | 2 500 |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 187        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 183        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 128        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 177        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 171        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 156        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 180        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 191        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 169        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 170        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-8 IUPAC n <sup>o</sup> 199        | 15                                   | 75   | 375  | 750   | 1 500 |
| Cl-9 IUPAC n <sup>o</sup> 208        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-8 IUPAC n <sup>o</sup> 195        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-8 IUPAC n <sup>o</sup> 194        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-8 IUPAC n <sup>o</sup> 205        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-9 IUPAC n <sup>o</sup> 206        | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| Cl-10 IUPAC n <sup>o</sup> 209       | 20                                   | 100  | 500  | 1 000 | 2 000 |
| <b>Étalon de recouvrement</b>        | <b>Concentration typique (pg/µl)</b> |      |      |       |       |
| Cl-3 IUPAC n <sup>o</sup> 34         | 20                                   | 100  | 200  | 500   | 1 000 |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 109        | 20                                   | 100  | 200  | 500   | 1 000 |
| Cl-9 IUPAC n <sup>o</sup> 207        | 20                                   | 100  | 200  | 500   | 1 000 |

| Congénère spécifique | MS-1                          | MS-2 | MS-3 | MS-4 | MS-5 |
|----------------------|-------------------------------|------|------|------|------|
| Étalon volumétrique  | Concentration typique (pg/μl) |      |      |      |      |
| CI-3 IUPAC n° 29     | 500                           | 500  | 500  | 500  | 500  |
| CI-5 IUPAC n° 100    | 500                           | 500  | 500  | 500  | 500  |
| CI-5 IUPAC n° 119    | 500                           | 500  | 500  | 500  | 500  |
| CI-7 IUPAC n° 189    | 500                           | 500  | 500  | 500  | 500  |

6.25. Solution fenêtre permettant l’ajustement des temps d’acquisition pour les différents ions en spectrométrie de masse pour les **BPC**

Cette solution est préparée à partir d’une solution commerciale regroupant les différents BPC pertinents solubilisés dans l’hexane ou l’isooctane, mais le produit final est dans l’hexane. Les BPC et leur concentration typique sont présentés dans le tableau 8. Le premier et le dernier BPC de chaque groupe d’homologues sont énumérés dans l’ordre croissant d’élution sur une colonne de type HP5-MS.

Tableau 8 – Composition de la solution fenêtre pour les BPC

| Congénère spécifique             | Concentration typique (pg/μl) |
|----------------------------------|-------------------------------|
| CI-1 IUPAC n° 1 (premier éluant) | 250                           |
| CI-1 IUPAC n° 3 (dernier éluant) | 250                           |
| CI-2 IUPAC n° 10                 | 250                           |
| CI-2 IUPAC n° 15                 | 250                           |
| CI-3 IUPAC n° 19                 | 250                           |
| CI-3 IUPAC n° 37                 | 250                           |
| CI-4 IUPAC n° 54                 | 250                           |
| CI-4 IUPAC n° 77                 | 250                           |
| CI-5 IUPAC n° 104                | 250                           |
| CI-5 IUPAC n° 126                | 250                           |
| CI-6 IUPAC n° 155                | 250                           |
| CI-6 IUPAC n° 169                | 250                           |
| CI-7 IUPAC n° 188                | 250                           |
| CI-7 IUPAC n° 189                | 250                           |
| CI-8 IUPAC n° 202                | 250                           |
| CI-8 IUPAC n° 205                | 250                           |
| CI-9 IUPAC n° 208                | 250                           |
| CI-9 IUPAC n° 206                | 250                           |
| CI-10 IUPAC n° 209               | 250                           |

6.26. Solution mère des étalons de dosage des **Clbz** à 250 μg/ml

Cette solution est obtenue à partir de chacun des étalons de dosage en poudre dissous dans l’hexane (cf. 6.3) (tableau 9).

Tableau 9 – Composition de la solution mère des étalons de dosage des Clbz

| Composé                    | N° CAS     |
|----------------------------|------------|
| 1,3,5-trichlorobenzène     | 108-70-3   |
| 1,2,4-trichlorobenzène     | 120-82-1   |
| 1,2,3-trichlorobenzène     | 87-61-6    |
| 1,2,3,5-tétrachlorobenzène | 634-90-2   |
| 1,2,4,5-tétrachlorobenzène | 95-94-3    |
| 1,2,3,4-tétrachlorobenzène | 634-66-2   |
| Pentachlorobenzène         | 608-93-5   |
| Hexachlorobenzène          | 118-74-1   |
| Pentachloropyridine*       | 2176-62-7  |
| Octachlorostyrène*         | 29082-74-4 |

\* Ces composés sont dosés uniquement à titre semi-quantitatif et ne sont pas visés par une portée d'accréditation du laboratoire.

6.27. Solution intermédiaire des étalons de dosage des **Clbz** à 5 µg/ml

Cette solution est obtenue à partir de la solution mère des étalons de dosage à 250 µg/ml (cf. 6.26) dans l'hexane (cf. 6.3).

6.28. Solution servant à la préparation de la table d'étalonnage et au dosage des **Clbz**

À titre indicatif, des solutions de 5, 50, 200, 500 et 1 000 pg/µl sont préparées dans l'hexane (cf. 6.3) à partir de la solution à 5 µg/ml (cf. 6.27).

6.29. Solution mère des étalons de dosage de **HAP** à 500 (ou 250) ng/µl

Cette solution est soit obtenue à l'aide d'un mélange de HAP disponible commercialement ou à partir des produits en poudre (tableau 10). Les HAP obtenus par des mélanges commerciaux sont à environ précisément 500 ng/µl chacun alors que les HAP obtenus à partir de poudre sont à environ précisément 250 ng/µl chacun dans la solution finale. Le solvant de la solution mère est un mélange de dichlorométhane-benzène 1:1 (V/V) (cf. 6.9).

Tableau 10 – Composition de la solution mère des étalons de dosage des HAP

| Étalon de dosage          | N° CAS    | Concentration (ng/µl) |
|---------------------------|-----------|-----------------------|
| Naphtalène                | 91-20-3   | 500                   |
| 2-méthylnaphtalène        | 91-57-6   | 500                   |
| 1-méthylnaphtalène        | 90-12-0   | 500                   |
| 2-chloronaphtalène        | 91-58-7   | 250                   |
| 1-chloronaphtalène        | 90-13-1   | 250                   |
| 1,3-diméthylnaphtalène    | 575-41-7  | 500                   |
| Acénaphtylène             | 208-96-8  | 500                   |
| Acénaphène                | 83-32-9   | 500                   |
| 2,3,5-triméthylnaphtalène | 2245-38-7 | 500                   |

| Étalon de dosage                | N° CAS     | Concentration (ng/µl) |
|---------------------------------|------------|-----------------------|
| Fluorène                        | 86-73-7    | 500                   |
| Phénanthrène                    | 85-01-8    | 500                   |
| Anthracène                      | 120-12-7   | 500                   |
| Carbazole                       | 86-74-8    | 500                   |
| Fluoranthène                    | 206-44-0   | 500                   |
| Pyrène                          | 129-00-0   | 500                   |
| 2-méthylfluoranthène            | 33543-31-6 | 500                   |
| Benzo(c)phénanthrène            | 195-19-7   | 500                   |
| Benzo(c)acridine                | 225-51-4   | 250                   |
| Benzo(a)anthracène              | 56-55-3    | 500                   |
| Chrysène                        | 218-01-9   | 500                   |
| 3-méthylchrysène                | 3351-31-3  | 250                   |
| 2-méthylchrysène                | 3351-32-4  | 250                   |
| 5-méthylchrysène                | 3697-24-3  | 500                   |
| 6-méthylchrysène                | 1705-85-57 | 500                   |
| 4-méthylchrysène                | 3351-30-2  | 250                   |
| 1-nitropyrene                   | 5522-43-0  | 250                   |
| Benzo(b)fluoranthène            | 205-99-2   | 500                   |
| Benzo(j)fluoranthène            | 205-82-3   | 500                   |
| 7,12-diméthylbenzo(a)anthracène | 57-97-6    | 500                   |
| Benzo(k)fluoranthène            | 207-08-9   | 500                   |
| Benzo(e)pyrène                  | 192-97-2   | 500                   |
| Benzo(a)pyrène                  | 50-32-8    | 500                   |
| Pérylène                        | 198-55-0   | 500                   |
| 3-méthylcholanthrène            | 56-49-5    | 500                   |
| Dibenzo(a,h)acridine            | 226-36-8   | 500                   |
| Dibenzo(a,j)anthracène          | 224-41-9   | 250                   |
| Indéno(1,2,3-c,d)pyrène         | 193-39-5   | 500                   |
| Dibenzo(a,h)anthracène          | 53-70-3    | 500                   |
| Dibenzo(a,c)anthracène          | 215-58-7   | 250                   |
| 7H-dibenzo(c,g)carbazole        | 194-59-2   | 250                   |
| Benzo(g,h,i)peryène             | 191-24-2   | 500                   |
| Anthanthrène                    | 191-26-4   | 250                   |
| Dibenzo(a,l)pyrène              | 191-30-0   | 500                   |
| Dibenzo(a,e)fluoranthène        | 5385-75-1  | 250                   |
| Coronène                        | 191-07-1   | 500                   |
| Dibenzo(a,e)pyrène              | 192-65-4   | 500                   |
| Dibenzo(a,i)pyrène              | 189-55-9   | 500                   |
| Dibenzo(a,h)pyrène              | 189-64-0   | 500                   |

6.30. Solutions servant à la préparation de la table d'étalonnage et au dosage des **HAP**

Préparer cinq solutions à partir des solutions mères suivantes : solution étalon de recouvrement à 100 ng/μl (cf. 6.17), solution d'étalons volumétriques à 10 ng/μl (cf. 6.18) et solution mère des étalons de dosage à 500 ng/μl (cf. 6.29). Le solvant utilisé est l'isooctane (cf. 6.6). La concentration indiquée dans le tableau 11 pour les différents niveaux d'étalonnage est approximative et à titre indicatif. Chaque solution contient les étalons de dosage et les étalons de recouvrement aux concentrations indiquées. De plus, chaque solution contient 2,0 ng/μl de chacun des étalons volumétriques.

Tableau 11 – Solutions étalons servant au dosage des HAP

| Étalon de dosage                | Concentration (ng/μl) |     |     |     |     |
|---------------------------------|-----------------------|-----|-----|-----|-----|
|                                 | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Naphtalène                      | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| 2-méthylnaphtalène              | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| 1-méthylnaphtalène              | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| 2-chloronaphtalène              | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| 1-chloronaphtalène              | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| 1,3-diméthylnaphtalène          | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Acénaphtylène                   | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Acénaphène                      | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| 2,3,5-triméthylnaphtalène       | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Fluorène                        | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Phénanthrène                    | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Anthracène                      | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Carbazole                       | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Fluoranthène                    | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Pyrène                          | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| 2-méthylfluoranthène            | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Benzo(c)phénanthrène            | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Benzo(c)acridine                | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Benzo(a)anthracène              | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Chrysène                        | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| 3-méthylchrysène                | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| 2-méthylchrysène                | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| 5-méthylchrysène                | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| 6-méthylchrysène                | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| 4-méthylchrysène                | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| 1-nitropyrène                   | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Benzo(b)fluoranthène            | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Benzo(j)fluoranthène            | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| 7,12-diméthylbenzo(a)anthracène | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Benzo(k)fluoranthène            | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Benzo(e)pyrène                  | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Benzo(a)pyrène                  | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Pérylène                        | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |

| Étalon de dosage                       | Concentration (ng/µl) |     |     |     |     |
|--|-----------------------|-----|-----|-----|-----|
| 3-méthylcholanthrène                   | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Dibenzo(a,h)acridine                   | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Dibenzo(a,j)anthracène                 | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Indéno(1,2,3-c,d)pyrène                | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Dibenzo(a,h)anthracène                 | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Dibenzo(a,c)anthracène                 | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| 7H-dibenzo(c,g)carbazole               | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Benzo(g,h,i)pérylène                   | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Anthanthrène                           | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Dibenzo(a,l)pyrène                     | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Dibenzo(a,e)fluoranthène               | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Coronène                               | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Dibenzo(a,e)pyrène                     | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Dibenzo(a,i)pyrène                     | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Dibenzo(a,h)pyrène                     | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Étalon de recouvrement                 | Concentration (ng/µl) |     |     |     |     |
| Acénaphène-D <sub>10</sub>             | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Anthracène-D <sub>10</sub>             | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Pyrène-D <sub>10</sub>                 | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Chrysène-D <sub>12</sub>               | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Benzo(a)pyrène-D <sub>12</sub>         | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Dibenzo(a,h)anthracène-D <sub>14</sub> | 0,1                   | 0,2 | 0,5 | 2,0 | 5,0 |
| Étalon volumétrique                    | Concentration (ng/µl) |     |     |     |     |
| Naphtalène-D <sub>8</sub>              | 2,0                   | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 |
| Acénaphylène-D <sub>8</sub>            | 2,0                   | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 |
| Phénanthrène-D <sub>10</sub>           | 2,0                   | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 |
| Fluoranthène-D <sub>10</sub>           | 2,0                   | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 |
| Benzo(a)anthracène-D <sub>12</sub>     | 2,0                   | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 |
| Benzo(e)pyrène-D <sub>12</sub>         | 2,0                   | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 |
| Benzo(g,h,i)pérylène-D <sub>12</sub>   | 2,0                   | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 |

## 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 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 SPÉCIALE DE LA VERRERIE

Tout le matériel utilisé (verreries, pinces, laine de verre, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, etc.) doit préalablement être décontaminé avec les solvants appropriés.

Tout nouveau lot de cartouches SPE doit faire l'objet d'une vérification du recouvrement des BPC, des chlorobenzènes et des HAP. Les solutions utilisées pour la vérification doivent contenir les différents mesurandes. Une cartouche peut être vérifiées simultanément pour les trois paramètres. Les résultats de ces recouvrements sont consignés dans le formulaire désigné.

#### 7.1.1. BPC

La verrerie des échantillons dont la teneur en BPC est rapportée au-dessus de l'étalon de niveau 1, quel que soit le nombre de congénères spécifiques présents au-dessus de ce niveau, doit être rincée individuellement à l'hexane (cf. 6.3) et un composite de rinçage est injecté en chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur à capture d'électrons (CG-DCE). Le lecteur se référera à la méthode MA. 400 – BPC 1.0 pour les conditions analytiques au dosage par CG-DCE.

Si la concentration en BPC de ce composite de rinçage est inférieure à 10 pg/µl pour chacun des congénères spécifiques, la verrerie doit être mise au lavage. Dans le cas contraire, il faut recommencer une autre fois le rinçage et reprendre le dosage du composite de rinçage.

#### 7.1.2. HAP

La verrerie utilisée doit être ambrée ou recouverte de papier d'aluminium afin de minimiser l'exposition de certains mesurandes à la lumière.

### 7.2. AJOUT DES ÉTALONS DE RECOUVREMENT DANS LES ÉCHANTILLONS

Se référer au tableau 12 pour les volumes ajoutés d'étalons de recouvrement.

- Sortir les échantillons du réfrigérateur et les laisser reposer à la température ambiante pendant environ 30 minutes.
- Homogénéiser et prélever environ 800 ml d'échantillon dans une bouteille en verre ambrée à goulot étroit.

**NOTE INTERNE – Les échantillons qui contiennent une phase organique apparente doivent être analysés à l'aide d'autres méthodes disponibles dans la division. Ceux qui contiennent des matières particulaires ou colloïdales peuvent être analysés à l'aide de la présente méthode. Par contre, le volume d'échantillon à filtrer doit être réduit afin de ne pas bloquer la cartouche.**

**Si l'analyse des HAP est requise, utiliser l'échantillon contenu dans le pot d'échantillonnage en verre ambré ou recouvert de papier d'aluminium.**

- Marquer le niveau de liquide sur la bouteille d'extraction afin de pouvoir ensuite mesurer par comparaison le volume d'échantillon utilisé. Ce marquage est d'autant plus important dans le cas où il n'est pas possible de filtrer la totalité de l'échantillon.
- Acidifier l'échantillon à  $\text{pH} \leq 2$  à l'aide de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  50 % (cf. 6.2).

- Ajouter 25 ml de la solution saturée de NaCl (cf. 6.11).
- Selon les paramètres demandés, ajouter les étalons de recouvrement appropriés.

**NOTE – S’il y a plus d’un paramètre demandé, les différents étalons de recouvrement doivent être mélangés dans le même volume d’acétone.**

**Lors de l’ajout des étalons de recouvrement, prêter attention à ne pas utiliser plus d’environ 1 ml d’acétone total pour les échantillons et 500 µl pour les échantillons de contrôles de qualité (MR) afin de ne pas compromettre l’équilibre recherché sur les cartouches.**

#### 7.2.1. Cas où seulement les paramètres BPC et/ou Clbz sont demandés

- Dans une fiole conique jetable contenant environ 0,5 ml d’acétone (cf. 6.7), ajouter selon les paramètres demandés :
  - 50 µl de la solution mère des étalons de recouvrement de **BPC** à 2 µg/ml (cf. 6.13);
  - 125 µl de la solution mère des étalons de recouvrement de **Clbz** à 2 µg/ml (cf. 6.15).
- Transférer dans l’échantillon la totalité de la fiole et rincer celle-ci à deux reprises avec environ 250 µl d’acétone (cf. 6.7). Les concentrations finales visées sont de précisément environ :
  - 100 pg/µl pour chaque étalon de recouvrement de **BPC** dans l’extrait (équivalent 1 ml final) ;
  - 250 pg/µl pour chaque étalon de recouvrement de **Clbz** dans l’extrait (équivalent 1 ml final).
- Agiter manuellement les bouteilles d’extraction des échantillons pendant environ 10 secondes, puis enlever la surpression. S’assurer que le goulot des bouteilles est propre et sec.
- Déposer les bouteilles sur l’agitateur rotatif, ajuster la vitesse de rotation à environ 12 tr/min et laisser tourner pendant un minimum de 30 minutes.

#### 7.2.2. Cas où seulement le paramètre HAP est demandé

- Dans une fiole conique jetable contenant environ 0,5 ml d’acétone (cf. 6.7), ajouter :
  - 12,5 µl de la solution combinée d’étalons de recouvrement de **HAP** de 100 ng/µl (cf. 6.7).

- Transférer dans l'échantillon la totalité de la fiole et rincer celle-ci à deux reprises avec environ 250 µl d'acétone (cf. 6.7). La concentration finale visée est précisément environ :
  - 5 ng/µl pour chaque étalon de recouvrement de **HAP** dans l'extrait (250 µl final).
- Agiter manuellement les bouteilles d'extraction des échantillons pendant environ 10 secondes, puis enlever la surpression. S'assurer que le goulot des bouteilles est propre et sec.
- Déposer les bouteilles sur l'agitateur rotatif, ajuster la vitesse de rotation à environ 12 tr/min et laisser tourner pendant un minimum de 30 minutes.

### 7.2.3. Cas où les paramètres BPC et/ou Clbz sont combinés avec le paramètre HAP

- Dans une fiole conique jetable contenant environ 0,5 ml d'acétone (cf. 6.7), ajouter selon les paramètres demandés :
  - 50 µl de la solution mère des étalons de recouvrement de **BPC** à 2 µg/ml (cf. 6.13);
  - 125 µl de la solution mère des étalons de recouvrement de **Clbz** à 2 µg/ml (cf. 6.15);
  - 25 µl de la solution combinée d'étalons de recouvrement de **HAP** de 100 ng/µl (cf. 6.17).
- Transférer dans l'échantillon la totalité de la fiole et rincer celle-ci à deux reprises avec environ 250 µl d'acétone (cf. 6.7). Les concentrations finales visées sont de précisément environ :
  - 100 pg/µl pour chaque étalon de recouvrement de **BPC** dans l'extrait (équivalent 1 ml final);
  - 250 pg/µl pour chaque étalon de recouvrement de **Clbz** dans l'extrait (équivalent 1 ml final);
  - 5 ng/µl pour chaque étalon de recouvrement de **HAP** dans l'extrait (équivalent 500 µl final).
- Agiter manuellement les bouteilles d'extraction des échantillons pendant environ 10 secondes, puis enlever la surpression. S'assurer que le goulot des bouteilles est propre et sec.
- Déposer les bouteilles sur l'agitateur rotatif, ajuster la vitesse de rotation à environ 12 tr/min et laisser tourner pendant un minimum de 30 minutes.

Tableau 12 – Ajout des étalons de recouvrement

| Paramètre(s)   | Volume des étalons de recouvrement (µl) | Concentration des étalons de recouvrement | Volume final (µl)   | Facteur de dilution | Concentration visée des étalons de recouvrement |
|--|---|---|---------------------|---------------------|---|
| <b>BPC</b><br>et/ou<br><b>Clbz</b>                       | 50<br>125                               | 2 µg/ml<br>2 µg/ml                        | 1000                | 1                   | 100 pg/µl<br>250 pg/µl                          |
| <b>HAP</b>   | 12,5                                    | 100 ng/µl                                 | 250                 | 1                   | 5 ng/µl   |
| <b>BPC</b><br>et/ou<br><b>Clbz</b><br>avec<br><b>HAP</b> | 50<br>125<br>25                         | 2 µg/ml<br>2 µg/ml<br>100 ng/µl           | 1000<br>1000<br>500 | 1<br>1<br>1         | 100 pg/µl<br>250 pg/µl<br>5 ng/µl               |

### 7.3. CONDITIONNEMENT DES CARTOUCHES SPE

Tout nouveau lot de cartouches SPE doit faire l'objet d'une vérification du recouvrement des BPC, chlorobenzènes et HAP. Les solutions utilisées pour la vérification doivent contenir les différents mesurandes. Une cartouche peut être vérifiées simultanément pour les trois paramètres. Les résultats de ces recouvrements sont consignés dans le formulaire désigné.

**NOTE – Lors du conditionnement, les cartouches ne doivent pas venir à sec à aucune des étapes décrites ci-dessous. S'il advenait qu'une cartouche vienne à sec, il faudra recommencer l'étape en question, puis refaire les précédentes dans l'ordre inverse. Le conditionnement peut alors être recommencé.**

- Placer la valve de façon que le vide soit actif du côté de la filtration.
- Fermer les robinets de la rampe du système de filtration et y installer les cartouches bien identifiées.
- Positionner la valve du côté des « déchets solvants ».
- Démarrer la pompe (débit d'environ 5 ml/min à titre indicatif).
- Ajouter **50 ml de dichlorométhane** (cf. 6.4) à chacune des cartouches.
- Ouvrir les robinets et laisser passer le solvant. Lorsque le niveau du fritté est presque atteint, fermer les robinets.
- Laisser le vide actif, mais positionner maintenant la valve du côté des « déchets aqueux ».
- Ajouter **50 ml de méthanol** (cf. 6.5) aux cartouches et ouvrir les robinets. Lorsque le niveau du fritté est presque atteint, fermer les robinets.
- Ajouter **50 ml d'eau déminéralisée** aux cartouches et ouvrir les robinets. Lorsque le niveau du fritté est presque atteint, fermer les robinets.

#### 7.4. EXTRACTION ET PURIFICATION DES ÉCHANTILLONS

- Filtrer la totalité des échantillons sur leur cartouche respective. Ne pas laisser les cartouches venir à sec.

**NOTE – Si la totalité de l'échantillon, qui a été dopé en étalons de recouvrement, ne peut être filtrée, il faut en tenir compte dans le calcul de récupération de ces étalons. De même, il faut tenir compte du volume de solution saturée en NaCl ajouté lors de la mesure du volume final d'échantillon filtré.**

- Rincer les pots avec **une première fraction de 30 ml d'eau déminéralisée** et l'ajouter aux cartouches sans laisser venir à sec.
- Répéter le rinçage avec **une nouvelle portion de 30 ml d'eau déminéralisée**, puis laisser la totalité du liquide s'évacuer jusqu'à ce que les cartouches viennent à sec.
- Fermer les robinets sous les cartouches, briser le vide en ouvrant une des valves du système de filtration et fermer ensuite la pompe.
- Mesurer par comparaison et noter le volume réel d'échantillon filtré.

#### 7.5. ÉLUTION DES ÉCHANTILLONS

- Placer la valve de façon que le vide soit actif du côté du « Tall Boy ».
- Identifier les tubes à digestion (cf. 5.5) et les placer dans le « Tall Boy ». Il est recommandé d'utiliser un crayon à mine parce que les vapeurs de dichlorométhane pourraient effacer les inscriptions au crayon feutre.
- S'assurer que les robinets du « Tall Boy » sont fermés.
- Transférer les cartouches sur le « Tall Boy » à la position correspondant à celle sur le système de filtration. Ainsi, si un problème de contamination survient, il sera plus facile d'en déterminer la source.
- Prendre environ **25 ml de dichlorométhane** (cf. 6.4) pour rincer les bouteilles d'extraction et transférer ces volumes dans les cartouches correspondantes.
- Laisser le solvant en contact 5 minutes avec les cartouches afin de favoriser l'extraction des matières particulaires.
- Ouvrir la pompe et activer le vide en bloquant le trou à l'aide de la boule blanche (environ 6,5 mm Hg).
- Ouvrir les robinets et laisser éluer presque jusqu'au fritté **en respectant un débit < 5 ml/min (débit goutte-à-goutte visuel)**.

**NOTE – Si la cartouche est bloquée et que l'élution ne se fait pas ou se fait très lentement, utiliser un piston jetable (attention aux contaminations possibles) qui**

**permettra de pousser le solvant au travers de la cartouche. Le piston ne doit pas être poussé trop violemment, car le solvant pourrait utiliser un chemin préférentiel sur les parois de la cartouche.**

**Un dernier recours consiste à couvrir la cartouche avec du papier d'aluminium et de laisser le dichlorométhane en contact avec la cartouche, sans vide, jusqu'à quelques heures. Il faut dans ce cas s'assurer qu'une bonne quantité de dichlorométhane ait passé au travers de la cartouche plutôt que de s'être évaporée (en ajouter au besoin). Ne pas laisser le solvant qui est dans le tube de digestion s'évaporer à sec.**

- Rincer de nouveau les bouteilles d'extraction avec des portions de **25 ml de dichlorométhane** (cf. 6.4) et les ajouter aux cartouches.
- Lorsque le solvant est presque arrivé au fritté, rincer les parois de la cartouche avec une faible portion de dichlorométhane (cf. 6.4).
- Laisser s'égoutter complètement le dichlorométhane.
- Fermer les robinets, briser le vide et fermer la pompe.
- Retirer les cartouches du « Tall Boy ».
- Ouvrir de nouveau les robinets du « Tall Boy » et rincer ceux-ci avec une faible quantité de dichlorométhane (cf. 6.4).
- Soulever le couvercle du « Tall Boy » et rincer aussi les tiges d'écoulement.

## 7.6. TRAITEMENT DES EXTRAITS

- Assécher les extraits en les faisant passer à travers une colonnette de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (cf. 6.12) et les récupérer dans des ballons à évaporation de 250 ml.
- Rincer la colonnette avec une faible quantité de dichlorométhane (cf. 6.4).
- À l'aide d'un évaporateur rotatif dont la température du bain ne dépasse pas environ 26 °C, évaporer les extraits jusqu'à l'obtention d'un volume d'environ 1 ml.
- Traiter les extraits selon les paramètres demandés.
- Les volumes d'étalons volumétriques ajoutés aux extraits sont décrits dans le tableau 13.
- Les renseignements qui doivent être inscrits dans la section « miscellaneous information » des gabarits servant aux calculs sont présentés dans le tableau 14.

### 7.6.1. Cas où seulement les paramètres BPC et/ou Clbz sont demandés

- Transférer quantitativement les extraits avec de l'hexane (cf. 6.3) dans des tubes jetables en verre préalablement jaugés à 1 ml.

- Réduire le volume sous jet d'azote à environ 750 µl.
- Selon les paramètres demandés, ajouter :
  - 100 µl de la solution mère d'étalons volumétriques de BPC à précisément environ 5 µg/ml (cf. 6.14) ;
  - 100 µl de la solution mère d'étalons volumétriques de Clbz à précisément environ 4 µg/ml (cf. 6.16).
- Compléter à 1 ml avec de l'hexane (cf. 6.3) et agiter au vortex.

#### 7.6.2. Cas où seulement le paramètre HAP est demandé

- Transférer quantitativement les extraits avec de l'isooctane (cf. 6.6) dans des vials ambrés préalablement jaugés à 250 µl.
- Réduire le volume sous jet d'azote à environ 175 µl.
- Ajouter 50 µl de la solution d'étalons volumétriques de HAP à précisément environ 10 ng/µl (cf. 6.18).
- Compléter à 250 µl avec de l'isooctane (cf. 6.6) et agiter au vortex.

#### 7.6.3. Cas où les paramètres BPC et/ou Clbz sont combinés avec le paramètre HAP

- Transférer quantitativement les extraits avec du dichlorométhane (cf. 6.4) dans des tubes jetables en verre de 10 ml préalablement jaugés à 500 µl et à 1 ml.
- Réduire le volume sous jet d'azote et compléter à 1 ml avec du dichlorométhane (cf. 6.4).
- Prélever précisément 500 µl des tubes de 10 ml et transférer dans des vials ambrés préalablement jaugés à 250 µl.
- Réduire le volume des vials sous jet d'azote à environ 175 µl.
- Ajouter 50 µl de la solution d'étalons volumétriques de HAP à précisément environ 10 ng/µl (cf. 6.18).
- Compléter les vials à 250 µl avec de l'isooctane (cf. 6.6) et agiter au vortex.
- Réduire le volume de la portion restante de 500 µl dans les tubes de 10 ml sous jet d'azote à environ 350 µl.
- Selon les paramètres demandés, ajouter :
  - 50 µl de la solution mère d'étalons volumétriques de BPC à précisément environ 5 µg/ml (cf. 6.14) ;

- 50 µl de la solution mère d'étalons volumétriques de Clbz à précisément environ 4 µg/ml (cf. 6.16).
- Compléter à 500 µl avec de l'hexane (cf. 6.3) et agiter au vortex.

Tableau 13 – Ajout des étalons volumétriques et des volumes finaux visés pour les extraits

| Paramètre(s)   | Volume des étalons volumétriques (µl) | Concentration des étalons volumétriques | Volume final de l'extrait (µl) |
|--|---------------------------------------|---|--------------------------------|
| <b>BPC</b><br>et/ou<br><b>Clbz</b>                       | 100                                   | 5 µg/ml                                 | 1 000                          |
|  | 100                                   | 4 µg/ml                                 |                                |
| <b>HAP</b>   | 50                                    | 10 ng/µl                                | 250                            |
| <b>BPC</b><br>et/ou<br><b>Clbz</b><br>avec<br><b>HAP</b> | 50                                    | 5 µg/ml                                 | 500                            |
|  | 50                                    | 4 µg/ml                                 |                                |
|  | 50                                    | 10 ng/µl                                |                                |

Tableau 14 – Volume à inscrire dans la section « miscellaneous information » du gabarit de calculs

| Paramètre(s)                                | Volume échantillon (ml) | Volume final (µl) | Facteur de dilution |
|---|-------------------------|-------------------|---------------------|
| <b>BPC et/ou Clbz</b>                       | 800                     | 1 000             | 1                   |
| <b>HAP</b>                                  | 800                     | 250               | 1                   |
| <b>BPC et/ou Clbz</b><br>avec<br><b>HAP</b> | 800                     | 500               | 1                   |

## 7.7. DOSAGE

### 7.7.1. Conditions instrumentales

---

#### **BPC**

---

|                                |   |
|--------------------------------|---|
| <b>Injecteur :</b>             | Mode splitless, Isotherme 280 °C  |
| <b>Colonne :</b>               | HP5-MS (ou l'équivalent) d'une longueur de 30 m × 0,25 mm Di<br>avec une phase stationnaire de 0,25 µm<br>Gaz vecteur : Hélium<br>Débit visé : 1,0 ml/min (38 cm/s)   |
| <b>Programmation du four :</b> | Température initiale : 60 °C durant 1 minute<br>1 <sup>er</sup> palier de programmation<br>Taux : 40 °C/min<br>Final : 200 °C durant 1 minute<br>2 <sup>e</sup> palier de programmation<br>Taux : 5 °C/min<br>Final : 290 °C durant 0 minute<br>3 <sup>e</sup> palier de programmation<br>Taux : 50 °C/min<br>Final : 310 °C pendant 10 minutes |
| <b>Détecteur SM :</b>          | Quadrupole en mode ions sélectifs (SIM)<br>Température de l'interface : 280 °C<br>Température de la source : 230 °C<br>Température du quadrupole : 150 °C<br>Mode d'ionisation : impact électronique à 70 eV  |
| <b>Volume d'injection :</b>    | 1 µl  |

---

#### **Cibz**

---

|                                |   |
|--------------------------------|---|
| <b>Injecteur :</b>             | Mode splitless, Isotherme 280 °C  |
| <b>Colonne :</b>               | HP5-MS (ou l'équivalent) d'une longueur de 30 m × 0,25 mm Di<br>avec une phase stationnaire de 0,25 µm<br>Gaz vecteur : Hélium<br>Débit visé : 1,0 ml/min (38 cm/s)   |
| <b>Programmation du four :</b> | Température initiale : 60 °C durant 1 minute<br>1 <sup>er</sup> palier de programmation<br>Taux : 6 °C/min<br>Final : 220 °C durant 0 minute<br>2 <sup>e</sup> palier de programmation<br>Taux : 40 °C/min<br>Final : 310 °C durant 2 minutes |

**Détecteur SM :** Quadrupole en mode ions sélectifs (SIM)  
Température de l'interface : 280 °C  
Température de la source : 230 °C  
Température du quadrupole : 150 °C  
Mode d'ionisation : impact électronique à 70 eV

**Volume d'injection :** 1 µl

---

## HAP

---

**Injecteur :** On column, Isotherme 280 °C

**Colonne :** ZB-5 MS (ou l'équivalent) d'une longueur de 30 m × 0,25 mm Di  
avec une phase stationnaire de 0,25 µm  
Gaz vecteur : Hélium  
Débit visé : 1,0 ml/min (38 cm/s)

**Programmation :** Température initiale : 90 °C durant 1 minute  
1<sup>er</sup> palier de programmation  
Taux : 10 °C/min  
Final : 180 °C durant 0 minute  
2<sup>e</sup> palier de programmation  
Taux : 5 °C/min  
Final : 310 °C durant 10 minutes

**Détecteurs MS :** Quadrupole en mode ions sélectifs (SIM)  
Température de l'interface : 280 °C  
Température de la source : 300 °C  
Température du quadrupole : 175 °C  
Mode d'ionisation : impact électronique à 70 eV

**Volume d'injection :** 1 µl

---

### 7.7.1.1 Vérification de la performance de la colonne chromatographique

Normalement, les mélanges d'étalons injectés ainsi que les éléments de contrôle de la qualité suffisent à déterminer si la colonne chromatographique réagit adéquatement. Cependant, lorsqu'un doute subsiste, l'analyste compare des paires de pics chromatographiques pour un mélange étalon typique afin d'évaluer si la résolution est adéquate. Les paires de pics sont choisies parmi des pics normalement résolus et d'autres résolus partiellement. Cet exercice est à faire au besoin.

## 7.8. ACQUISITION ET QUANTIFICATION AU SPECTROMÈTRE DE MASSE

### 7.8.1. Calibration du spectromètre de masse

La calibration de l'appareil est vérifiée ou ajustée avec le PFTBA (Perfluoro ter-Butyle amine) : l'intensité relative et la résolution des ions de masse (m/z) 69, 219 et 502 sont vérifiées et ajustées au besoin. À noter que la résolution est ajustée à l'unité près. Cette vérification est faite avant chaque séquence et est répétée si celle-ci excède 24 heures.

#### 7.8.1.1 Acquisition des ions

Les tableaux 15 à 17 présentent les ions de quantification et de confirmation acquis et utilisés pour la quantification.

##### 7.8.1.1.1 BPC

Avant toute séquence d'analyse, la solution fenêtre (cf. 6.25) est injectée en mode SIM afin de vérifier les fenêtres d'acquisition des différents ions. Dans le cas où certains ions ne seraient plus acquis, la solution fenêtre est injectée en mode balayage complet (SCAN) afin d'ajuster les fenêtres d'acquisition visées par les groupes homologues présentés dans le tableau 15.

Tableau 15 – Ions acquis pour les BPC

| Famille de BPC<br>(groupe homologue) | Ion de quantification<br>(« target »)<br>(m/z) | Ion de confirmation<br>(« qualifier »)<br>(m/z) | Rapport isotopique<br>théorique*<br>(« qualifier/target ») |
|--------------------------------------|--|---|--|
| Cl-3 ou Trichlorobiphényle           | 255,96 (M)                                     | 257,96 (M + 2)                                  | 97,1   |
| Cl-4 ou Tétrachlorobiphényle         | 289,92 (M)                                     | 291,92 (M + 2)                                  | 128,2  |
| Cl-5 ou Pentachlorobiphényle         | 325,88 (M + 2)                                 | 327,88 (M + 4)                                  | 64,5   |
| Cl-6 ou Hexachlorobiphényle          | 359,84 (M + 2)                                 | 361,84 (M + 4)                                  | 80,6   |
| Cl-7 ou Heptachlorobiphényle         | 393,80 (M + 2)                                 | 395,80 (M + 4)                                  | 96,2   |
| Cl-8 ou Octochlorobiphényle          | 427,76 (M + 2)                                 | 429,76 (M + 4)                                  | 112,4  |
| Cl-9 ou Nonachlorobiphényle          | 461,72 (M + 2)                                 | 463,72 (M + 4)                                  | 128,2  |
| Cl-10 ou Décachlorobiphényle         | 497,68 (M + 4)                                 | 499,68 (M + 6)                                  | 84,7   |

\* L'écart acceptable pour le rapport isotopique théorique est de  $\pm 20\%$ .

Comme les étalons volumétriques et les étalons de recouvrement utilisés pour ce paramètre sont naturels, ceux-ci sont acquis en même temps que les BPC de leur groupe homologue respectif. Le lecteur se référera au tableau 18 à la fin de cette section pour les temps de rétention typique des composés présents dans la table d'étalonnage ainsi que leurs relations avec les étalons volumétriques et les étalons de recouvrement.

### 7.8.1.1.2 Clbz

Les composés ciblés pour le paramètre Clbz sont acquis selon le tableau 16 ci-dessous.

Tableau 16 – Ions acquis pour les Clbz

| Composé  | Ion de quantification<br>(« target »)<br>(m/z) | Ion de confirmation<br>(« qualifier »)<br>(m/z) | Rapport isotopique*<br>(« qualifier/target ») |
|--|--|---|---|
| 3-bromobiphényle                                 | 234,0  | 232,0   | 102   |
| 1,3,5-trichlorobenzène                           | 180,0  | 182,0   | 96,2  |
| Trichlorobenzène- <sup>13</sup> C <sub>6</sub>   | 190,0  | 188,0   | 314   |
| 1,2,4-trichlorobenzène                           | 180,0  | 182,0   | 96,1  |
| 1,2,3-trichlorobenzène                           | 180,0  | 182,0   | 96,1  |
| 1,2,3,5-tétrachlorobenzène                       | 216,0  | 214,0   | 81,8  |
| Tétrachlorobenzène- <sup>13</sup> C <sub>6</sub> | 224,0  | 222,0   | 218   |
| 1,2,4,5-tétrachlorobenzène                       | 216,0  | 214,0   | 76,0  |
| 1,2,3,4-tétrachlorobenzène                       | 216,0  | 214,0   | 78,4  |
| Pentachloropyridine**                            | 248,8  | 250,8<br>252,8                                  | 160,6<br>102,6                                |
| Pentachlorobenzène- <sup>13</sup> C <sub>6</sub> | 258,0  | 256,0   | 166   |
| Pentachlorobenzène                               | 250,0  | 248,0   | 62,6  |
| Hexachlorobenzène- <sup>13</sup> C <sub>6</sub>  | 294,0  | 292,0<br>290,0                                  | 238<br>330                                    |
| Hexachlorobenzène                                | 284,0  | 286,0   | 79,3  |
| Octachlorostyrène**                              | 379,7  | 377,7<br>307,8                                  | 91,0<br>131,0                                 |

\* L'écart acceptable pour le rapport isotopique est de  $\pm 20$  %.

\*\* Ces composés sont dosés uniquement à titre semi-quantitatif et ne sont pas visés par une portée d'accréditation du laboratoire.

Le lecteur se référera au tableau 19 pour les temps de rétention typique des composés présents dans la table d'étalonnage ainsi que leurs relations avec les étalons volumétriques et les étalons de recouvrement.

### 7.8.1.1.3 HAP

Les composés ciblés pour le paramètre HAP sont acquis selon le tableau 17 ci-dessous.

Tableau 17 – Ions acquis pour les HAP

| Composé                                  | Ion de quantification<br>(« target »)<br>(m/z) | Ion de confirmation<br>(« qualifier »)<br>(m/z) | Rapport ionique*<br>(« qualifier/target ») |
|--|--|---|--|
| <b>Naphtalène-D<sub>8</sub></b>          | 136,20   | 134,20  | 9,00                                       |
| Naphtalène                               | 128,10   | 127,10  | 12,6                                       |
| 2-méthylnaphtalène                       | 142,10   | 141,10  | 89,10                                      |
| 1-méthylnaphtalène                       | 142,10   | 141,10  | 92,30                                      |
| 2-chloronaphtalène                       | 162,10   | 164,10  | 32,50                                      |
| 1-chloronaphtalène                       | 162,10   | 164,10  | 32,60                                      |
| <b>Acénaphthylène-D<sub>8</sub></b>      | 160,20   | 158,20  | 15,10                                      |
| 1,3-diméthylnaphtalène                   | 156,00   | 155,00<br>141,00                                | 25,30<br>95,30                             |
| Acénaphthylène                           | 152,10   | 150,10  | 13,90                                      |
| <b>Acénaphthène-D<sub>10</sub></b>       | 164,20   | 162,20  | 102,30                                     |
| Acénaphthène                             | 153,10   | 154,10  | 87,70                                      |
| 2,3,5-triméthylnaphtalène                | 170,10   | 155,10  | 89,30                                      |
| Fluorène                                 | 166,10   | 165,10  | 98,00                                      |
| <b>Phénanthrène-D<sub>10</sub></b>       | 188,20   | 184,20  | 13,70                                      |
| Phénanthrène                             | 178,10   | 176,10  | 18,70                                      |
| <b>Anthracène-D<sub>10</sub></b>         | 188,20   | 184,20  | 12,70                                      |
| Anthracène                               | 178,10   | 176,10  | 18,20                                      |
| Carbazole                                | 167,10   | 166,10  | 21,20                                      |
| <b>Fluoranthène-D<sub>10</sub></b>       | 212,20   | 208,20  | 16,60                                      |
| Fluoranthène                             | 202,10   | 200,10  | 20,10                                      |
| <b>Pyrène-D<sub>10</sub></b>             | 212,20   | 208,10  | 16,90                                      |
| Pyrène                                   | 202,10   | 200,10  | 20,40                                      |
| 2-méthylfluoranthène                     | 216,10   | 215,10  | 86,40                                      |
| <b>Benzo(a)anthracène-D<sub>12</sub></b> | 240,20   | 236,20  | 23,70                                      |
| Benzo(c)phénanthrène                     | 228,10   | 226,10  | 54,80                                      |
| Benzo(c)acridine                         | 229,10   | 228,10  | 28,80                                      |
| Benzo(a)anthracène                       | 228,10   | 226,10  | 26,50                                      |
| <b>Chrysène-D<sub>12</sub></b>           | 240,20   | 236,20  | 25,00                                      |
| Chrysène                                 | 228,10   | 226,10  | 29,30                                      |
| 3-méthylchrysène                         | 242,10   | 241,20  | 29,30                                      |
| 2-méthylchrysène                         | 242,10   | 241,20  | 28,90                                      |
| 4+5+6-méthylchrysène                     | 242,10   | 241,10  | 50,60                                      |
| 1-nitropyrène                            | 247,10   | 201,10<br>217,10                                | 181,70<br>110,00                           |
| <b>Benzo(e)pyrène-D<sub>12</sub></b>     | 264,20   | 260,20  | 24,20                                      |
| Benzo(b)+(j)fluoranthène**               | 252,10   | 250,10  | 25,50                                      |
| 7,12-diméthylbenzo(a)anthracène          | 256,20   | 241,10  | 53,20                                      |
| Benzo(k)fluoranthène**                   | 252,10   | 250,10  | 22,50                                      |
| Benzo(e)pyrène                           | 252,10   | 250,10  | 29,10                                      |
| <b>Benzo(a)pyrène-D<sub>12</sub></b>     | 264,20   | 260,20  | 19,20                                      |
| Benzo(a)pyrène                           | 252,10   | 250,10  | 23,50                                      |
| Pérylène                                 | 252,10   | 250,10  | 27,80                                      |
| 3-méthylcholanthrène                     | 268,20   | 252,10  | 42,40                                      |

| Composé                                      | Ion de quantification<br>(« target »)<br>(m/z) | Ion de confirmation<br>(« qualifier »)<br>(m/z) | Rapport ionique*<br>(« qualifier/target ») |
|--|--|---|--|
| <b>Benzo(g,h,i)pérylène-D<sub>12</sub></b>   | 288,20   | 284,20  | 18,10                                      |
| Dibenzo(a,h)acridine                         | 279,10   | 278,10  | 20,30                                      |
| Dibenzo(a,j)anthracène                       | 278,10   | 276,10  | 23,70                                      |
| Indéno(1,2,3-c,d)pyrène,                     | 276,10   | 274,10  | 21,60                                      |
| <b>Dibenzo(a,h)anthracène-D<sub>14</sub></b> | 292,20   | 288,20  | 19,40                                      |
| Dibenzo(a,c)+(a,h)anthracène                 | 278,10   | 276,10  | 25,10                                      |
| 7H-dibenzo(c,g)carbazole                     | 267,10   | 265,10  | 39,70                                      |
| Benzo(g,h,i)pérylène                         | 276,10   | 274,10  | 21,90                                      |
| Anthanthrène                                 | 276,10   | 274,10  | 21,00                                      |
| Dibenzo(a,l)pyrène                           | 302,10   | 300,10  | 47,60                                      |
| Dibenzo(a,e)fluoranthène                     | 302,10   | 300,10  | 27,00                                      |
| Coronène                                     | 298,10   | 300,10***                                       | 469,00                                     |
| Dibenzo(a,e)pyrène                           | 302,10   | 300,10***                                       | 130,00                                     |
| Dibenzo(a,i)pyrène                           | 302,10   | 300,10  | 18,80                                      |
| Dibenzo(a,h)pyrène                           | 302,10   | 300,10  | 19,50                                      |

\* L'écart acceptable pour le rapport ionique est de  $\pm 25\%$  à l'exception du 1-nitropyrene.

\*\* Ces mesurandes sont rapportés ensemble sur le certificat d'analyse.

\*\*\* Cet ion ne sert qu'à la confirmation et ne peut servir à la quantification, puisqu'il est commun au coronène et au dibenzo(a,e)pyrène, composés dont les temps de rétention sont quasi identiques. Le rapport ionique de l'ion de quantification par rapport à cet ion ne sera pas nécessairement acceptable si le coronène et le dibenzo(a,e)pyrène sont présents dans l'extrait. Dans ce cas, l'analyste ne doit pas appliquer un critère d'acceptabilité sur les rapports ioniques des ions ciblés pour ces deux composés.

Le lecteur se référera au tableau 20 à la fin de cette section pour les temps de rétention typique des composés présents dans la table d'étalonnage ainsi que leurs relations avec les étalons volumétriques et les étalons de recouvrement.

Tableau 18 – Étalons de dosage des BPC associés à leurs étalons de recouvrement et à leurs étalons volumétriques

| Congénère spécifique   | Étalon de recouvrement utilisé | Étalon volumétrique utilisé | Ion de quantification<br>(« target »)<br>(m/z) | Temps rétention approximatif<br>(min) |
|------------------------|--------------------------------|-----------------------------|--|---------------------------------------|
|                        | -                              | CI-3 IUPAC n° 29            | 256,0 (M)                                      | 8,16                                  |
| CI-3 IUPAC n° 18 + 17  | CI-3 IUPAC n° 34               | Idem                        | Idem   | 7,61 + 7,65                           |
| CI-3 IUPAC n° 34 surr. | -                              | Idem                        | Idem   | 8,07                                  |
| CI-3 IUPAC n° 28 + 31  | CI-3 IUPAC n° 34               | Idem                        | Idem   | 8,38 + 8,42                           |
| CI-3 IUPAC n° 33       | Idem                           | Idem                        | Idem   | 8,60                                  |
|                        | Idem                           | CI-5 IUPAC n° 100           | 325,9 (M + 2)                                  | 10,12                                 |
| CI-4 IUPAC n° 52       | Idem                           | Idem                        | 289,9 (M)                                      | 9,09                                  |
| CI-4 IUPAC n° 49       | Idem                           | Idem                        | Idem   | 9,19                                  |
| CI-4 IUPAC n° 44       | Idem                           | Idem                        | Idem   | 9,54                                  |
| CI-4 IUPAC n° 74       | Idem                           | Idem                        | Idem   | 10,35                                 |
| CI-4 IUPAC n° 70       | CI-3 IUPAC n° 34               | Idem                        | Idem   | 10,43                                 |
| CI-5 IUPAC n° 95       | CI-5 IUPAC n° 109              | Idem                        | 325,9 (M + 2)                                  | 10,55                                 |

| Congénère spécifique                  | Étalon de recouvrement utilisé | Étalon volumétrique utilisé | Ion de quantification (« target ») (m/z) | Temps rétention approximatif (min) |
|---------------------------------------|--------------------------------|-----------------------------|--|------------------------------------|
| CI-5 IUPAC n° 101                     | CI-5 IUPAC n°109               | Idem                        | Idem                                     | 11,09                              |
| CI-5 IUPAC n° 99                      | Idem                           | Idem                        | Idem                                     | 11,23                              |
|                                       | -                              | CI-5 IUPAC n° 119           | Idem                                     | 11,40                              |
| CI-5 IUPAC n° 109 surr.               | -                              | Idem                        | Idem                                     | 11,53                              |
| CI-5 IUPAC n° 87                      | CI-5 IUPAC n° 109              | Idem                        | Idem                                     | 11,80                              |
| CI-5 IUPAC n° 110                     | Idem                           | Idem                        | Idem                                     | 12,06                              |
| CI-5 IUPAC n° 82                      | Idem                           | Idem                        | Idem                                     | 12,38                              |
| CI-6 IUPAC n° 151                     | Idem                           | Idem                        | 359,9 (M + 2)                            | 12,39                              |
| CI-6 IUPAC n° 149                     | Idem                           | Idem                        | Idem                                     | 12,71                              |
| CI-5 IUPAC n° 118                     | Idem                           | Idem                        | 325,9 (M + 2)                            | 12,76                              |
| CI-6 IUPAC n° 153                     | Idem                           | Idem                        | 359,9 (M + 2)                            | 13,39                              |
| CI-6 IUPAC n° 132                     | Idem                           | Idem                        | Idem                                     | 13,48                              |
| CI-5 IUPAC n° 105                     | Idem                           | Idem                        | 325,9 (M + 2)                            | 13,52                              |
| CI-6 IUPAC n° <sup>os</sup> 158 + 138 | CI-5 IUPAC n° 109              | Idem                        | 359,9 (M + 2)                            | 14,21 + 14,29                      |
|                                       | -                              | CI-7 IUPAC n° 189           | 393,8 (M + 2)                            | 18,06                              |
| CI-7 IUPAC n° 187                     | CI-9 IUPAC n° 207              | Idem                        | Idem                                     | 14,70                              |
| CI-7 IUPAC n° 183                     | Idem                           | Idem                        | Idem                                     | 14,85                              |
| CI-6 IUPAC n° 128                     | CI-5 IUPAC n° 109              | Idem                        | 359,9 (M + 2)                            | 15,03                              |
| CI-7 IUPAC n° 177                     | CI-9 IUPAC n° 207              | Idem                        | 393,8 (M + 2)                            | 15,58                              |
| CI-7 IUPAC n° 171                     | Idem                           | Idem                        | Idem                                     | 15,71                              |
| CI-6 IUPAC n° 156                     | CI-5 IUPAC n° 109              | Idem                        | 359,9 (M + 2)                            | 15,74                              |
| CI-7 IUPAC n° 180                     | CI-9 IUPAC n° 207              | Idem                        | 393,8 (M + 2)                            | 16,24                              |
| CI-7 IUPAC n° 191                     | Idem                           | Idem                        | Idem                                     | 16,46                              |
| CI-6 IUPAC n° 169                     | CI-5 IUPAC n° 109              | Idem                        | 359,9 (M + 2)                            | 16,90                              |
| CI-7 IUPAC n° 170                     | CI-9 IUPAC n° 207              | Idem                        | 393,8 (M + 2)                            | 17,17                              |
| CI-8 IUPAC n° 199                     | Idem                           | Idem                        | 427,8 (M + 2)                            | 17,44                              |
| CI-9 IUPAC n° 208                     | Idem                           | Idem                        | 461,7 (M + 2)                            | 18,49                              |
| CI-8 IUPAC n° 195                     | Idem                           | Idem                        | 427,8 (M + 2)                            | 18,54                              |
| CI-9 IUPAC n° 207 surr.               | -                              | Idem                        | 461,7 (M + 2)                            | 18,75                              |
| CI-8 IUPAC n° 194                     | CI-9 IUPAC n° 207              | Idem                        | 427,8 (M + 2)                            | 19,17                              |
| CI-8 IUPAC n° 205                     | Idem                           | Idem                        | Idem                                     | 19,35                              |
| CI-9 IUPAC n° 206                     | Idem                           | Idem                        | 461,7 (M + 2)                            | 20,35                              |
| CI-10 IUPAC n° 209                    | Idem                           | Idem                        | 497,7 (M + 4)                            | 21,31                              |

Tableau 19 – Étalons de dosage des Clbz associés à leurs étalons de recouvrement et à leurs étalons volumétriques

| Famille                    | Étalon de recouvrement utilisé                   | Étalon volumétrique utilisé | Ion de quantification (« target ») (m/z) | Temps de rétention approximatif (min) |
|----------------------------|--|-----------------------------|--|---------------------------------------|
|                            |  | 3-Bromobiphényle            | 234,0                                    | 20,40                                 |
|                            | Trichlorobenzène- <sup>13</sup> C <sub>6</sub>   | Idem                        | 190,0                                    | 10,12                                 |
| 1,3,5-trichlorobenzène     | Idem   | Idem                        | 180,0                                    | 9,08                                  |
| 1,2,4-trichlorobenzène     | Idem   | Idem                        | 180,0                                    | 10,11                                 |
| 1,2,3-trichlorobenzène     | Idem   | Idem                        | 180,0                                    | 10,94                                 |
|                            | Tétrachlorobenzène- <sup>13</sup> C <sub>6</sub> | Idem                        | 224,0                                    | 13,56                                 |
| 1,2,3,5-tétrachlorobenzène | Idem   | Idem                        | 216,0                                    | 13,52                                 |
| 1,2,4,5-tétrachlorobenzène | Idem   | Idem                        | 216,0                                    | 13,56                                 |
| 1,2,3,4-tétrachlorobenzène | Idem   | Idem                        | 216,0                                    | 14,62                                 |
|                            | Pentachlorobenzène- <sup>13</sup> C <sub>6</sub> | Idem                        | 258,0                                    | 17,57                                 |
| Pentachlorobenzène         | Idem   | Idem                        | 250,0                                    | 17,57                                 |
|                            | Hexachlorobenzène- <sup>13</sup> C <sub>6</sub>  | Idem                        | 294,0                                    | 21,21                                 |
| Hexachlorobenzène          | Idem   | Idem                        | 284,0                                    | 21,22                                 |
| Pentachloropyridine        | Non corrigé                                      | Semi-quantitatif            | 248,8                                    | 17,32                                 |
| Octachlorostyrène          | Non corrigé                                      | Semi-quantitatif            | 379,7                                    | 26,83                                 |

Tableau 20 – Étalons de dosage des HAP associés à leurs étalons de recouvrement et à leurs étalons volumétriques

| Composé                   | Étalon de recouvrement utilisé | Étalon volumétrique utilisé  | Ion de quantification (« target ») (m/z) |        | Temps de rétention approximatif (min) |
|---------------------------|--------------------------------|------------------------------|--|--------|---------------------------------------|
|                           |                                |                              |  |        |                                       |
|                           |                                | Naphtalène-D <sub>8</sub>    | 136,20                                   | 134,20 | 5,32                                  |
|                           | Acénaphène-D <sub>10</sub>     | Idem                         | 164,20                                   | 162,20 | 9,06                                  |
| Naphtalène                | Idem                           | Idem                         | 128,10                                   | 127,10 | 5,36                                  |
| 2-méthylnaphtalène        | Idem                           | Idem                         | 142,10                                   | 141,10 | 6,76                                  |
| 1-néthylnaphtalène        | Idem                           | Idem                         | 142,10                                   | 141,10 | 6,96                                  |
| 2-chloronaphtalène        | Idem                           | Idem                         | 162,10                                   | 164,10 | 7,81                                  |
| 1-chloronaphtalène        | Idem                           | Idem                         | 162,10                                   | 164,10 | 7,85                                  |
|                           |                                | Acénaphylène-D <sub>8</sub>  | 160,20                                   | 158,20 | 8,69                                  |
| Acénaphylène              | Idem                           | Idem                         | 152,10                                   | 150,10 | 8,72                                  |
| 1,3-diméthylnaphtalène    | Idem                           | Idem                         | 156,00                                   | 155,00 | 8,32                                  |
| Acénaphène                | Idem                           | Idem                         | 153,10                                   | 154,10 | 9,13                                  |
| 2,3,5-triméthylnaphtalène | Idem                           | Idem                         | 170,10                                   | 155,10 | 10,07                                 |
| Fluorène                  | Idem                           | Idem                         | 166,10                                   | 165,10 | 10,35                                 |
|                           |                                | Phénanthrène-D <sub>10</sub> | 188,20                                   | 184,20 | 12,91                                 |
|                           | Anthracène-D <sub>10</sub>     | Idem                         | 188,20                                   | 184,20 | 13,09                                 |
| Phénanthrène              | Idem                           | Idem                         | 178,10                                   | 176,10 | 12,98                                 |
| Anthracène                | Idem                           | Idem                         | 178,10                                   | 176,10 | 13,14                                 |

| Composé                          | Étalon de recouvrement utilisé         | Étalon volumétrique utilisé          | Ion de quantification (« target ») (m/z) |          | Temps de rétention approximatif (min) |
|----------------------------------|--|--------------------------------------|--|----------|---------------------------------------|
|                                  |  |                                      |  |          |                                       |
| Carbazole                        | Idem                                   | Idem                                 | 167,10                                   | 166,10   | 13,75                                 |
|                                  |  | Fluoranthène-D <sub>10</sub>         | 212,20                                   | 208,20   | 17,10                                 |
|                                  | Pyrène-D <sub>10</sub>                 | Idem                                 | 212,20                                   | 208,10   | 17,94                                 |
| Fluoranthène                     | Idem                                   | Idem                                 | 202,10                                   | 200,10   | 17,17                                 |
| Pyrène                           | Idem                                   | Idem                                 | 202,10                                   | 200,10   | 18,01                                 |
| 2-méthylfluoranthène             | Idem                                   | Idem                                 | 216,10                                   | 215,10   | 19,05                                 |
|                                  |  | Benzo(a)anthracène-D <sub>12</sub>   | 240,20                                   | 236,20   | 23,09                                 |
|                                  | Chrysène-D <sub>12</sub>               | Idem                                 | 240,20                                   | 236,20   | 23,21                                 |
| Benzo(c)phénanthrène             | Idem                                   | Idem                                 | 228,10                                   | 226,10   | 22,26                                 |
| Benzo(c)acridine                 | Idem                                   | Idem                                 | 229,10                                   | 228,10   | 22,44                                 |
| Benzo(a)anthracène               | Idem                                   | Idem                                 | 228,10                                   | 226,10   | 23,18                                 |
| Chrysène                         | Idem                                   | Idem                                 | 228,10                                   | 226,10   | 23,32                                 |
| 3-méthylchrysène                 | Idem                                   | Idem                                 | 242,10                                   | 241,20   | 25,07                                 |
| 2-méthylchrysène                 | Idem                                   | Idem                                 | 242,10                                   | 241,20   | 25,20                                 |
| 4+5+6-méthylchrysène             | Idem                                   | Idem                                 | 242,10                                   | 241,10   | 25,37                                 |
| 1-nitropyrene                    | Idem                                   | Idem                                 | 247,10                                   | 201,10   | 25,39                                 |
|                                  |  | Benzo(e)pyrène-D <sub>12</sub>       | 264,20                                   | 260,20   | 28,63                                 |
|                                  | Benzo(a)pyrène-D <sub>12</sub>         | Idem                                 | 264,20                                   | 260,20   | 28,84                                 |
| Benzo(b+j)fluoranthène*          | Idem                                   | Idem                                 | 252,10                                   | 250,10   | 27,72                                 |
| Benzo(k)fluoranthène*            | Idem                                   | Idem                                 | 252,10                                   | 250,10   | 27,82                                 |
| 7,12-diméthyl benzo(a)anthracène | Idem                                   | Idem                                 | 256,20                                   | 241,10   | 27,78                                 |
| Benzo(e)p/yrène                  | Idem                                   | Idem                                 | 252,10                                   | 250,10   | 28,73                                 |
| Benzo(a)pyrène                   | Idem                                   | Idem                                 | 252,10                                   | 250,10   | 28,92                                 |
| Pérylène                         | Idem                                   | Idem                                 | 252,10                                   | 250,10   | 29,25                                 |
| 3-méthylcholanthrène             | Idem                                   | Idem                                 | 268,20                                   | 252,10   | 30,40                                 |
|                                  |  | Benzo(g,h,i)pérylène-D <sub>12</sub> | 288,20                                   | 284,20   | 33,69                                 |
|                                  | Dibenzo(a,h)anthracène-D <sub>14</sub> | Idem                                 | 292,20                                   | 288,20   | 33,03                                 |
| Dibenzo(a,h)acridine             | Idem                                   | Idem                                 | 279,10                                   | 278,10   | 32,31                                 |
| Dibenzo(a,j)anthracène           | Idem                                   | Idem                                 | 278,10                                   | 276,10   | 32,72                                 |
| Indéno(1,2,3-c,d)pyrène          | Idem                                   | Idem                                 | 276,10                                   | 274,10   | 32,95                                 |
| Dibenzo(a,c)+(ah)anthracène      | Idem                                   | Idem                                 | 278,10                                   | 276,10   | 33,12                                 |
| 7H-dibenzo(c,g)carbazole         | Idem                                   | Idem                                 | 267,10                                   | 265,10   | 33,69                                 |
| Benzo(g,h,i)pérylène             | Idem                                   | Idem                                 | 276,10                                   | 274,10   | 33,77                                 |
| Anthanthrène                     | Idem                                   | Idem                                 | 276,10                                   | 274,10   | 34,18                                 |
| Dibenzo(a,l)pyrène               | Idem                                   | Idem                                 | 302,10                                   | 300,10   | 37,47                                 |
| Dibenzo(a,e)fluoranthène         | Idem                                   | Idem                                 | 302,10                                   | 300,10   | 37,64                                 |
| Coronène                         | Idem                                   | Idem                                 | 298,10                                   | 300,10** | 38,65                                 |
| Dibenzo(a,e)pyrène               | Idem                                   | Idem                                 | 302,10                                   | 300,10** | 38,71                                 |
| Dibenzo(a,i)pyrène               | Idem                                   | Idem                                 | 302,10                                   | 300,10   | 39,20                                 |
| Dibenzo(a,h)pyrène               | Idem                                   | Idem                                 | 302,10                                   | 300,10   | 39,46                                 |

\* Ces mesurandes sont rapportés ensemble sur le certificat d'analyse.

\*\* Cet ion ne sert qu'à la confirmation et ne peut servir à la quantification, puisqu'il est commun au coronène et au dibenzo(a,e)pyrène, composés dont les temps de rétention sont quasi identiques. Le rapport ionique de l'ion de quantification par rapport à cet ion ne sera pas nécessairement acceptable si le coronène et le dibenzo(a,e)pyrène sont présents dans l'extrait. Dans ce cas, l'analyste ne doit pas appliquer un critère d'acceptabilité sur les rapports ioniques des ions ciblés pour ces deux composés.

### 7.8.1.2 Étalonnage de départ ou lors de changements majeurs

Les solutions étalons sont d'abord injectées afin d'obtenir les courbes d'étalonnage des mesurandes visés pour chacun des paramètres. Plus d'un CG-SM est utilisé pour la quantification des BPC, des Clbz et des HAP.

Les courbes de régression linéaire sont faites lors de l'implantation de la méthode d'analyse, lors de tout changement chromatographique de nature à changer ces courbes d'étalonnage ou lorsque les étalons de vérification ne répondent plus aux critères d'acceptabilité. Les courbes pour chaque mesurande sont considérées comme acceptables si le coefficient de corrélation est d'au moins 0,995 pour les BPC et les Clbz alors que ce critère est fixé à 0,99 pour au moins 90 % des composés pour les HAP. À noter que les points doivent être le plus près possible de la droite de régression et qu'un minimum de trois points est nécessaire pour l'étalonnage.

L'utilisation d'un facteur de réponse moyen au lieu de la régression linéaire est acceptable si l'écart type est de 20 % et moins pour chaque mesurande de type BPC ou Clbz. Dans le cas des HAP, au moins 90 % des composés doivent respecter le critère de 25 %, les autres composés devant se trouver entre 25 et 30 %. Il faut aussi un minimum de trois points pour l'utilisation d'un facteur de réponse moyen.

La régression quadratique peut être utilisée seulement sur des composés qui ne peuvent être évalués à l'aide de la régression linéaire ou le facteur de réponse moyen. De plus, il faut utiliser un minimum de quatre points pour la régression quadratique.

### 7.8.1.3 Vérification des étalons en inconnu et dosage

Les étalons, échantillons et éléments de contrôle de la qualité sont injectés selon la séquence décrite ci-dessous. Cette séquence est élaborée à titre indicatif. À noter que la sensibilité du détecteur à spectrométrie de masse (SM) est vérifiée à l'aide de l'étalon de niveau 1 (bas de courbe) pour chacun des mesurandes d'un paramètre donné. Les étalons sont injectés de façon à vérifier la courbe d'étalonnage actuelle pour un mesurande donné. Cette validation avec des étalons permet souvent d'éviter de refaire au complet les courbes d'étalonnage.

**NOTE – Lorsque les critères ne sont pas respectés, il n'est pas nécessaire de refaire toutes les courbes, mais il faut refaire celles des mesurandes qui n'ont pas été validés et qui sont présents dans les échantillons analysés.**

- 1- Solvant des étalons
- 2- Étalon de niveau 3 (injecter deux fois si nécessaire)
- 3- Étalon de niveau 1
- 4- Blanc de méthode
- 5- Élément de contrôle de la qualité (matériau de référence, duplicata, réplikat, etc.)

- 6- Extraits des échantillons (maximum 10 en incluant le blanc et les éléments de contrôle de la qualité)
- 7- Étalon (autre niveau que ceux précédemment utilisés)
- 8- Extraits des échantillons (maximum 10)
- 9- Fin de séquence : étalon ou MR si tous les étalons ont été injectés au moins une fois

De façon générale, lorsque les étalons sont validés sur l'ensemble de la séquence, la courbe d'étalonnage de la méthode en cours d'utilisation sert pour l'ensemble des échantillons (incluant les éléments d'assurance et de contrôle de la qualité).

Un étalon de niveau 1 est injecté à la suite des étalons de niveau 3 surtout afin de s'assurer que le détecteur spectromètre de masse a une sensibilité adéquate lors du dosage. L'étalon de niveau 1 dosé en inconnu doit générer une réponse suffisante (écart acceptable de 30 % par rapport à la valeur de préparation, sauf pour les HAP où cet écart peut être supérieur). L'analyste peut choisir d'intégrer ou non l'étalon de niveau 1 dans la courbe d'étalonnage.

Dans le cas où l'étalon de niveau « x » qui suit une série d'injections (10) n'est pas acceptable, la courbe d'étalonnage est à refaire à l'aide des étalons de différents niveaux répartis à travers la séquence et sert à doser la série de 10 injections qui précède le niveau « x » invalidé.

#### 7.8.1.3.1 BPC

Un minimum de 32 des 38 mesurandes du mélange étalon doit correspondre aux valeurs attendues à 20 % près pour une des deux premières injections de l'étalon de niveau 3. Dans le cas où ces critères ne sont pas respectés, il faut injecter de nouveau cet étalon ou ajuster le CG-SM pour atteindre ce critère. Lorsque cela n'est pas possible, il faut refaire les courbes d'étalonnage à l'aide des solutions étalons.

La solution des Aroclor<sup>®</sup> 1242, 1254 et 1260 (*cf.* 6.22) est injectée afin de s'assurer que le gabarit dans le chiffrier électronique fonctionne adéquatement et que la table d'étalonnage ne comporte pas d'erreurs. Le résultat obtenu en BPC total pour cette solution doit être à  $\pm 25$  % de la valeur attendue.

#### 7.8.1.3.2 Clbz

La valeur de la concentration de l'étalon injecté entre chaque série d'échantillons doit se situer à  $\pm 20$  % de la valeur attendue pour 90 % de l'ensemble des composés présents dans le mélange étalon. Ce critère ne s'applique pas à l'étalon de niveau 1.

#### 7.8.1.3.3 HAP

La valeur de la concentration de l'étalon injecté entre chaque série d'échantillons doit se situer à  $\pm 25$  % de la valeur attendue pour 85 % de l'ensemble des composés présents dans le mélange étalon à l'exception du 1-nitropyrene, du coronène et du dibenzo(a,e)pyrene. Ce critère ne s'applique pas non plus à l'étalon de niveau 1.

## 8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 8.1. CRITÈRES D'IDENTIFICATION

#### 8.1.1. BPC

Le temps de rétention de l'ion de quantification en CG-SM doit correspondre à 2,4 secondes (0,04 minute) près de l'ion de confirmation correspondant. De plus, le rapport isotopique d'un ion de quantification donné par rapport à son ion de confirmation majeur (normalement deuxième ion de quantification) ne doit pas différer de plus de 30 % par rapport à la valeur inscrite dans la table d'étalonnage de la méthode instrumentale (tableau 15). Le gabarit final de calculs ramène par la suite ce critère à 20 % et élimine ainsi les ions dont les rapports isotopiques demeurent entre 20 % et 30 % malgré leur réintégration.

La solution fenêtre décrite précédemment permet de déterminer les plages de temps d'acquisition à l'intérieur desquelles chaque BPC d'un groupe homologue donné se retrouve et est identifié. Ces plages de temps de rétention déterminent le début et la fin des temps d'acquisition des ions de quantification et de confirmation de chacun des groupes homologues. Cet exercice préalable est donc essentiel afin d'acquérir adéquatement les différents ions, mais aussi parce que certains groupes homologues ont en commun une partie de la même plage de temps d'acquisition. Enfin, certains BPC de groupes homologues génèrent, lors de leur fragmentation, des ions communs à d'autres groupes homologues et ont de surcroît des temps de rétention très semblables. Le gabarit de calculs permet d'identifier ces coélutions potentielles d'ions communs provenant de deux groupes homologues différents.

#### 8.1.2. Clbz

Le temps de rétention de l'ion de quantification en CG-SM doit correspondre à 2,4 secondes (0,04 minute) près de l'ion de confirmation correspondant. De plus, le rapport isotopique d'un ion de quantification donné par rapport à son ion de confirmation majeur (normalement deuxième ion de quantification) ne doit pas différer de plus de 20 % par rapport à la valeur inscrite dans la table d'étalonnage de la méthode instrumentale (tableau 16).

#### 8.1.3. HAP

Le temps de rétention de l'ion de quantification en CG-SM doit correspondre à 2,4 secondes (0,04 minute) près de l'ion de confirmation correspondant. De plus, le rapport ionique d'un ion de quantification donné par rapport à son ion de confirmation majeur (normalement deuxième ion de quantification) ne doit pas différer de plus de 25 % par rapport à la valeur inscrite dans la table d'étalonnage de la méthode instrumentale à l'exception du 1-nitropyrene (tableau 17). Le critère d'acceptabilité ne peut non plus s'appliquer aux rapports ioniques de l'ion de confirmation commun au coronène et au dibenzo(a,e)pyrène lorsque les deux composés sont présents dans l'extrait.

## 8.2. CALCULS

Lorsque le logiciel de calcul utilise la régression linéaire, l'équation utilisée est la suivante :

$$Y = mX + b$$

où

- Y : réponse du détecteur pour le mesurande / réponse du détecteur pour l'étalon volumétrique\*;
- X : concentration du mesurande / concentration de l'étalon volumétrique;
- b : ordonnée à l'origine;
- m : pente de la droite de régression.

\* L'unité de la réponse est : « count » (réponse du détecteur)/unité de surface

Les mesurandes sont dosés à l'aide des courbes d'étalonnage obtenues par l'analyse des solutions étalons appropriées. La réponse des différents mesurandes parmi les solutions étalons est comparée à la réponse d'un étalon volumétrique spécifique et est corrigée en fonction du taux de récupération d'un étalon de recouvrement spécifique. La récupération des étalons de recouvrement est rapportée en sus des résultats corrigés. Les tableaux 18, 19 et 20 associent les mesurandes respectifs des paramètres BPC, Clbz et HAP avec leurs étalons volumétriques et leurs étalons de recouvrement respectifs.

Le certificat d'analyse pour ces trois paramètres doit spécifier si les résultats sont corrigés ou non. À l'occasion de dilutions élevées de l'extrait, il peut arriver que la détermination des étalons de recouvrement ne soit pas possible. Dans ce cas, les résultats des mesurandes sont rapportés non corrigés et une mention est inscrite sur le certificat d'analyse. Des interférences au dosage des étalons de recouvrement peuvent aussi faire en sorte que la correction ne puisse être faite.

### 8.2.1. Calculs particuliers concernant les BPC

#### 8.2.1.1 Calcul des 41 congénères spécifiques

**NOTE – Il est à noter que les 41 congénères spécifiques sont dosés à l'aide de la table d'étalonnage et représentent 38 « pics-mesurandes » en CG-SM. Afin d'alléger le texte, il ne sera fait mention que des « 41 congénères » dans cette section.**

La réponse des différents congénères parmi les solutions étalons est relativisée à la réponse d'un étalon volumétrique spécifique. Le tableau 18 décrit les congénères spécifiques et leurs étalons volumétriques correspondants. Quatre groupes sont distingués selon les quatre étalons volumétriques utilisés.

Les 41 congénères potentiellement présents dans un échantillon sont quantifiés par rapport à la courbe d'étalonnage disponible pour chacun des congénères.

### 8.2.1.2 Calcul des BPC pour chaque groupe homologue

Un facteur de réponse moyen pour un groupe homologue donné (FRRg) est calculé à l'aide de la moyenne de tous les facteurs de réponse (FRR) de chacun des BPC étalonnés d'un groupe homologue spécifique. Par exemple, le FRRg du groupe homologue Trichlorobiphényles (Cl-3) sera calculé en faisant la moyenne des FRR des BPC IUPAC n<sup>os</sup> 18, 17, 28, 31 et 33 (tableau 18).

Chaque BPC non étalonné est dosé à l'aide du facteur de réponse relatif moyen du groupe homologue qui lui correspond (FRRg). Par exemple, un BPC trichloré non étalonné sera dosé à l'aide du FRRg du groupe homologue Cl-3. Par la suite, la somme de tous les BPC, étalonnés et non étalonnés, est faite pour chaque groupe homologue.

La macrocommande BPC en conjonction avec la méthode instrumentale servent à la génération de ces FRR moyens et des FRRg ainsi qu'aux calculs qui en découlent.

### 8.2.1.3 Calcul des BPC totaux

Les BPC totaux consistent en la sommation des valeurs totales de chaque groupe homologue (entre 3 et 10 atomes de chlore).

## 8.3. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats pour chacun des mesurandes sont rapportés avec leur LDM. Lorsque le résultat si situe entre la LDM et la LQM, une mention vis-à-vis de ce mesurande indique « Détecté, non quantifié », puisque le résultat se situant dans cette plage est entaché d'une erreur plus élevée que pour les résultats quantitatifs égaux ou supérieurs à la LQM.

Tous les résultats sont corrigés en fonction des étalons de recouvrement (tableaux 18, 19 et 20) sauf indication contraire sur le certificat d'analyse.

Voici un exemple d'équation utilisée pour les échantillons liquides aqueux où les résultats sont exprimés en µg/l de mesurande :

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

où

- C : concentration des mesurandes contenus dans l'échantillon (µg/l);
- A : concentration des mesurandes contenus dans l'extrait injecté (ng/µl);
- V : volume final de l'extrait analysé (ml);
- Q : volume d'échantillon analysé (l);
- F : facteur de dilution.

### 8.3.1. BPC

Les BPC totaux sont rapportés corrigés puisqu'ils sont la somme des congénères spécifiques et de tous les autres BPC non étalonnés, eux-mêmes corrigés par les étalons de recouvrement.

## 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ DES ÉLÉMENTS DE CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

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

Le blanc de la méthode doit être inférieur à la limite de quantification.

Le pourcentage de récupération des étalons de recouvrement doit se situer entre 10 et 110 %. La correction des mesurandes à l'aide de la récupération des étalons de recouvrement est appliquée seulement si ce pourcentage de récupération est situé dans cet intervalle. Dans le cas contraire, une mention est inscrite sur le certificat, spécifiant que le résultat est rapporté non corrigé.

Les résultats obtenus pour l'analyse de duplicata ne doivent pas différer de plus de 30 % entre eux lorsqu'ils sont supérieurs à au moins dix fois la limite de détection.

En ce qui concerne les matériaux de référence et les matériaux de référence certifiés, les critères d'acceptabilité sont définis en fonction de l'historique des résultats obtenus pour l'analyse de ces composés dans une matrice donnée.

## 10. BIBLIOGRAPHIE

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.  
*Détermination des biphényles polychlorés : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse – méthode par congénère et groupe homologue*, MA. 400 – BPC 1.0, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante.  
[<http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/methodes/pdf/MA400BPC10.pdf>]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.  
*Détermination des chlorobenzènes : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse*, MA. 400 – Clbz 1.0, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante.  
[<http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/methodes/pdf/MA400Clbz10.pdf>]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Détermination des hydrocarbures aromatiques polycycliques; Dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse*. MA. 400 – HAP 1.1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante.  
[<http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/methodes/pdf/MA400HAP11.pdf>]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01\\_lignes\\_dir\\_chimie.pdf](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf)]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Modes de prélèvement et de conservation des échantillons relatifs à l'application du Règlement sur les matières dangereuses*, DR-09-01, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/dr09\\_01.pdf](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/dr09_01.pdf)]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC\\_protocole\\_val\\_chimie.pdf](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf)]

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT ET DE LA FAUNE DU QUÉBEC, *Guide de caractérisation des échantillons contaminés par des biphényles polychlorés*, Direction des laboratoires, 1996. [[http://www.mddep.gouv.qc.ca/sol/terrains/politique/Guide\\_caract\\_BPC.pdf](http://www.mddep.gouv.qc.ca/sol/terrains/politique/Guide_caract_BPC.pdf)]

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, *Test Methods for Evaluating Solid Waste - Physical/Chemical Methods*, Method 8270, SW-846, 1986.

## ANNEXE I

Tableau 21 – Limites de détection et quantification méthodologique des BPC

| Valeurs non corrigées                |            |            |
|--------------------------------------|------------|------------|
| Composé                              | LDM (µg/l) | LQM (µg/l) |
| Cl-3 IUPAC n <sup>os</sup> 18 + 17   | 0,004      | 0,011      |
| Cl-3 IUPAC n <sup>os</sup> 28 + 31   | 0,006      | 0,017      |
| Cl-3 IUPAC n <sup>o</sup> 33         | 0,004      | 0,011      |
| Cl-4 IUPAC n <sup>o</sup> 52         | 0,004      | 0,011      |
| Cl-4 IUPAC n <sup>o</sup> 49         | 0,005      | 0,015      |
| Cl-4 IUPAC n <sup>o</sup> 44         | 0,004      | 0,011      |
| Cl-4 IUPAC n <sup>o</sup> 74         | 0,004      | 0,011      |
| Cl-4 IUPAC n <sup>o</sup> 70         | 0,001      | 0,003      |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 95         | 0,008      | 0,023      |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 101        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 99         | 0,001      | 0,003      |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 87         | 0,001      | 0,003      |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 110        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 151        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 82         | 0,001      | 0,003      |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 149        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 118        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 153        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 132        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-5 IUPAC n <sup>o</sup> 105        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-6 IUPAC n <sup>os</sup> 158 + 138 | 0,004      | 0,011      |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 187        | 0,004      | 0,011      |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 183        | 0,006      | 0,017      |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 128        | 0,005      | 0,015      |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 177        | 0,004      | 0,011      |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 171        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 156        | 0,004      | 0,011      |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 180        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 191        | 0,004      | 0,011      |
| Cl-6 IUPAC n <sup>o</sup> 169        | 0,004      | 0,011      |
| Cl-7 IUPAC n <sup>o</sup> 170        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-8 IUPAC n <sup>o</sup> 199        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-9 IUPAC n <sup>o</sup> 208        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-8 IUPAC n <sup>o</sup> 195        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-8 IUPAC n <sup>o</sup> 194        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-8 IUPAC n <sup>o</sup> 205        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-9 IUPAC n <sup>o</sup> 206        | 0,001      | 0,003      |
| Cl-10 IUPAC n <sup>o</sup> 209       | 0,001      | 0,003      |

Tableau 22 – Limites de détection et quantification méthodologique des Clbz

| Valeurs non corrigées      |            |            |
|----------------------------|------------|------------|
| Composé                    | LDM (µg/l) | LQM (µg/l) |
| 1,3,5-trichlorobenzène     | 0,005      | 0,015      |
| 1,2,4-trichlorobenzène     | 0,006      | 0,019      |
| 1,2,3-trichlorobenzène     | 0,005      | 0,015      |
| 1,2,3,5-tétrachlorobenzène | 0,007      | 0,024      |
| 1,2,4,5-tétrachlorobenzène | 0,006      | 0,021      |
| 1,2,3,4-tétrachlorobenzène | 0,005      | 0,017      |
| Pentachlorobenzène         | 0,009      | 0,029      |
| Hexachlorobenzène          | 0,014      | 0,047      |

Tableau 23 – Limites de détection et de quantification méthodologique des HAP

| Valeur non corrigée             |            |            |
|---------------------------------|------------|------------|
| Composé                         | LDM (µg/l) | LQM (µg/l) |
| Naphthalène                     | 0,07       | 0,24       |
| 2-méthylnaphthalène             | 0,07       | 0,24       |
| 1-méthylnaphthalène             | 0,07       | 0,25       |
| 2-chloronaphthalène             | 0,06       | 0,19       |
| 1-chloronaphthalène             | 0,07       | 0,23       |
| 1,3-diméthylnaphthalène         | 0,07       | 0,23       |
| Acénaphthylène                  | 0,06       | 0,22       |
| Acénaphthène                    | 0,08       | 0,25       |
| 2,3,5-triméthylnaphthalène      | 0,06       | 0,21       |
| Fluorène                        | 0,06       | 0,22       |
| Phénanthrène                    | 0,06       | 0,21       |
| Anthracène                      | 0,06       | 0,19       |
| Carbazole                       | 0,06       | 0,22       |
| Fluoranthène                    | 0,05       | 0,18       |
| Pyrène                          | 0,05       | 0,18       |
| 2-méthylfluoranthène            | 0,04       | 0,14       |
| Benzo(c)phénanthrène            | 0,04       | 0,13       |
| Benzo(c)acridine                | 0,05       | 0,18       |
| Benzo(a)anthracène              | 0,05       | 0,15       |
| Chrysène                        | 0,05       | 0,16       |
| 3-méthylchrysène                | 0,04       | 0,15       |
| 2-méthylchrysène                | 0,07       | 0,22       |
| 4+5+6-méthylchrysène            | 0,1        | 0,36       |
| 1-nitropyrene                   | 0,2        | 0,62       |
| Benzo(b+j)fluoranthène          | 0,1        | 0,42       |
| 7,12-diméthylbenzo(a)anthracène | 0,1        | 0,38       |
| Benzo(k)fluoranthène            | 0,07       | 0,23       |

| Valeur non corrigée        |            |            |
|----------------------------|------------|------------|
| Composé                    | LDM (µg/l) | LQM (µg/l) |
| Benzo(e)pyrène             | 0,05       | 0,15       |
| Benzo(a)pyrène             | 0,05       | 0,18       |
| Pérylène                   | 0,04       | 0,14       |
| 3-méthylcholanthrene       | 0,08       | 0,26       |
| Dibenzo(a,h)acridine       | 0,07       | 0,23       |
| Dibenzo(a,j)anthracène     | 0,04       | 0,13       |
| Indeno[123cd]pyrène        | 0,05       | 0,17       |
| Dibenzo(a,c+a,h)anthracène | 0,1        | 0,38       |
| 7H-dibenzo(c,g)carbazole   | 0,06       | 0,20       |
| Benzo[ghi]pérylène         | 0,05       | 0,15       |
| Anthanthrène               | 0,06       | 0,19       |
| Dibenzo[al]pyrène          | 0,1        | 0,34       |
| Dibenzo(a,e)fluoranthène   | 0,05       | 0,17       |
| Coronène                   | 0,07       | 0,23       |
| Dibenzo(a,e)pyrène         | 0,05       | 0,18       |
| Dibenzo[ai]pyrène          | 0,06       | 0,19       |
| Dibenzo[ah]pyrène          | 0,08       | 0,27       |