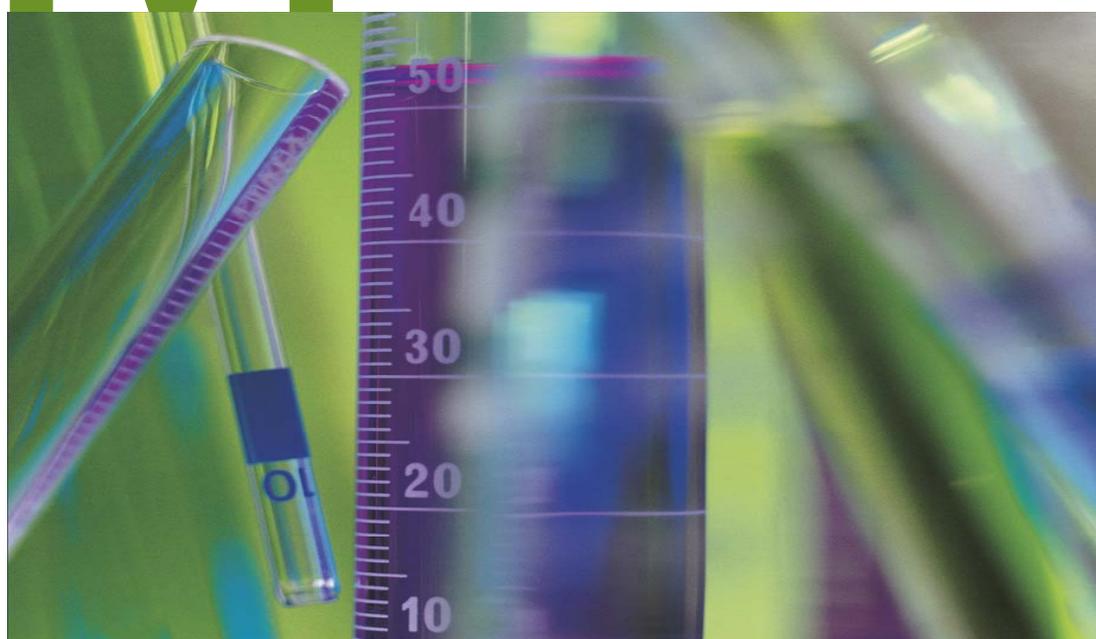


# M

## Méthodes de laboratoire

Dosage de composés organiques volatils  
dans l'air par spectrométrie de masse

MÉTHODE ANALYTIQUE 369



### **Applicabilité**

Cette méthode est utilisée pour le dosage de plusieurs composés organiques volatils dans l'air.

### **Norme(s)<sup>1</sup>**

VEMP (valeur d'exposition moyenne pondérée) : Voir en annexe I.

VECD (Valeur d'exposition de courte durée) : Voir en annexe I.

### **Système d'échantillonnage**

Tube de verre, 7 cm x 6 mm D.E, contenant deux sections (100 mg/50 mg de charbon activé).

### **Volume et débit d'échantillonnage recommandés**

VEMP<sup>1</sup> : Voir en annexe II.

VECD<sup>1</sup> : Voir en annexe II.

### **Analyse**

Chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse (GC-MS).

### **Valeur minimale rapportée (VMR)**

Voir en annexe III.

### **Domaine d'application**

Voir en annexe III.

### **Fidélité**

Voir en annexe IV.

### **Incertitude analytique (CV<sub>A</sub>)**

Voir en annexe VI.



Solidement implanté au Québec depuis 1980, l'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail (IRSST) est un organisme de recherche scientifique reconnu internationalement pour la qualité de ses travaux.

## NOS RECHERCHES

### *travaillent pour vous !*

#### Mission

Contribuer, par la recherche, à la prévention des accidents du travail et des maladies professionnelles ainsi qu'à la réadaptation des travailleurs qui en sont victimes.

Offrir les services de laboratoires et l'expertise nécessaires à l'action du réseau public de prévention en santé et en sécurité du travail.

Assurer la diffusion des connaissances, jouer un rôle de référence scientifique et d'expert.

Doté d'un conseil d'administration paritaire où siègent en nombre égal des représentants des employeurs et des travailleurs, l'IRSST est financé par la Commission de la santé et de la sécurité du travail.

#### Pour en savoir plus

Visitez notre site Web ! Vous y trouverez une information complète et à jour. De plus, toutes les publications éditées par l'IRSST peuvent être téléchargées gratuitement. [www.irsst.qc.ca](http://www.irsst.qc.ca)

Pour connaître l'actualité de la recherche menée ou financée par l'IRSST, abonnez-vous gratuitement au magazine Prévention au travail, publié conjointement par l'Institut et la CSST. Abonnement : 1-877-221-7046

#### Dépôt légal

Bibliothèque et Archives nationales  
2012  
ISBN : 978-2-89631-520-8 (PDF)  
ISSN : 0820-8395

IRSST - Direction des communications  
505, boul. De Maisonneuve Ouest  
Montréal (Québec)  
H3A 3C2  
Téléphone : 514 288-1551  
Télécopieur : 514 288-7636  
[publications@irsst.qc.ca](mailto:publications@irsst.qc.ca)  
[www.irsst.qc.ca](http://www.irsst.qc.ca)  
© Institut de recherche Robert-Sauvé  
en santé et en sécurité du travail,  
2012

# Méthodes de laboratoire

## Dosage de composés organiques volatils dans l'air par spectrométrie de masse

MÉTHODE ANALYTIQUE 369

### Avis de non-responsabilité

L'IRSST ne donne aucune garantie relative à l'exactitude, la fiabilité ou le caractère exhaustif de l'information contenue dans ce document.

En aucun cas l'IRSST ne saurait être tenu responsable pour tout dommage corporel, moral ou matériel résultant de l'utilisation de cette information.

Notez que les contenus des documents sont protégés par les législations canadiennes applicables en matière de propriété intellectuelle.

Les méthodes d'analyses ou d'étalonnage sont celles mises au point ou retenues par l'IRSST pour l'exécution de ses différents mandats. Elles peuvent requérir l'utilisation de matériels, d'opérations ou d'équipements dangereux. Ces méthodes n'ont pas pour but de mentionner tous les problèmes de sécurité associés avec leur utilisation. C'est la responsabilité de l'utilisateur d'établir les pratiques de santé et de sécurité appropriées. L'utilisation des données incluses dans ces méthodes se fera aux seuls risques de l'utilisateur : l'IRSST se dégage de toute responsabilité relative aux erreurs ou aux dommages qui découleraient de telle utilisation et de telle application. Les hyperliens qui apparaissent dans ce document ont été validés au moment de la publication. Ce document est également disponible sur le site Web de l'IRSST à l'adresse suivante : [http://www.irsst.qc.ca/fr/methodes\\_par\\_type.html](http://www.irsst.qc.ca/fr/methodes_par_type.html)

### Responsable technique de la méthode

*Mélanie Huard, M.Sc. chimiste,  
Services et expertises de laboratoire, IRSST*

### Approbation

*Mélanie Huard, M.Sc. chimiste,  
Marie-Claude Barrette, M.Sc. chimiste,  
responsable du programme d'assurance qualité,  
Jacques Lesage, M.Sc. chimiste,  
directeur,*

*Services et expertises de laboratoire, IRSST*

### Autorisation pour publication

*Marie Larue, M.Sc. chimiste,  
présidente-directrice générale,  
Présidence-direction générale, IRSST*



Cette publication est disponible  
en version PDF  
sur le site Web de l'IRSST.  
[www.irsst.qc.ca](http://www.irsst.qc.ca)

Ce document technique a été financé par l'IRSST. Les conclusions et recommandations sont celles des auteurs.

**CONFORMÉMENT AUX POLITIQUES DE L'IRSST**

Les résultats des travaux de recherche publiés dans ce document  
ont fait l'objet d'une évaluation par des pairs.

## TABLE DES MATIÈRES

<b>Préambule</b> .....	<b>1</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>2</b>
<b>2</b> <b>Principe de la méthode</b> .....	<b>2</b>
<b>3</b> <b>Interférences</b> .....	<b>3</b>
<b>4</b> <b>Matériel</b> .....	<b>3</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>4</b>
<b>6</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>4</b>
<b>7</b> <b>Protocole analytique</b> .....	<b>5</b>
7.1 Préparation des solutions	5
7.2 Préparation des étalons	5
7.3 Calibration du spectromètre de masse	6
7.4 Étalonnage	6
7.4.1 Conditions analytiques utilisées lors de l'implantation de cette méthode .....	7
7.5 Préparation des contrôles de la qualité	8
7.6 Préparation des échantillons	9
7.7 Analyse	9
<b>8</b> <b>Calculs</b> .....	<b>10</b>
8.1 Identification des composés organiques volatils	10
8.2 Calcul des résultats	10
<b>9</b> <b>Paramètres de performance</b> .....	<b>11</b>
9.1 Limite de détection, limite de quantification et valeur minimale rapportée (VMR)	11
9.2 L'efficacité d'extraction	11
9.3 Fidélité	12
9.4 Exactitude	12
9.5 Incertitude de mesure	12
<b>10</b> <b>Références</b> .....	<b>13</b>

## Préambule

La [Loi sur la santé et la sécurité du travail](#) au Québec a comme objet l'élimination à la source des dangers pour la santé, la sécurité et l'intégrité physique des travailleurs. Des valeurs d'exposition admissibles (VEA) aux substances chimiques ont été fixées à l'annexe 1 du [Règlement sur la santé et la sécurité de travail](#) (RSST). L'article 44 de ce règlement intitulé « Méthodes » spécifie que :

*« ... Ces gaz, ces fumées, ces vapeurs, ces poussières et ces brouillards présents dans le milieu de travail doivent être prélevés et analysés de manière à obtenir une précision équivalente à celle obtenue en appliquant les méthodes décrites dans le Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail publié par l'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail ... »*

Pour atteindre ces objectifs, des méthodes d'analyse visant à quantifier le degré d'exposition des travailleurs sont développées et rédigées pour implanter les moyens de contrôle adéquats. Afin d'assister les intervenants en milieu de travail, l'IRSST publie, révisé périodiquement et diffuse le [Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail](#) et la direction Services et expertises de laboratoire publie des méthodes d'analyses des contaminants.

Ces méthodes doivent être utilisées de concert avec les références réglementaires et normatives suivantes :

- ✓ *Loi sur la santé et la sécurité du travail*. L.R.Q., chapitre S-2.1. Éditeur officiel du Québec, (1<sup>er</sup> août 2007).  
[http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=2&file=/S\\_2\\_1/S2\\_1.html](http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=2&file=/S_2_1/S2_1.html)
- ✓ *Règlement sur la santé et la sécurité du travail*. S-2.1, r.13, Décret 885-2001. Éditeur officiel du Québec.  
[http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=3&file=/S\\_2\\_1/S2\\_1R13.HTM](http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=3&file=/S_2_1/S2_1R13.HTM)
- ✓ *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail*. Direction des opérations, IRSST, T-06 Guide technique, Montréal, Québec, (mars 2005).  
<http://www.irsst.qc.ca/files/documents/PubIRSST/T-06.pdf>
- ✓ NIOSH, National Institute for Occupational Safety and Health.
- ✓ ISO Guide 30, Termes et définitions utilisés en rapport avec les matériaux de référence, 2<sup>e</sup> édition, 1992.
- ✓ ISO, Vocabulaire international des termes fondamentaux et généraux de métrologie, 2<sup>e</sup> édition, 1993.
- ✓ American Industrial Hygiene Association (AIHA), organisme qui accrédite le laboratoire de l'IRSST dans le domaine de l'analyse des contaminants chimiques et microbiologiques en milieu de travail.

## 1 DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination de différents composés organiques volatils (COV) présents dans l'air par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC-MS). Les essais pour la mise au point de la méthode ont été effectués sur un GC-MS de marque Agilent (GC6890N-MS5975).

La linéarité de la méthode d'analyse a été vérifiée initialement pour plusieurs COV et se trouve en annexe III. La linéarité  $y$  est définie en mg total ainsi qu'en mg/m<sup>3</sup> pour le volume d'échantillonnage recommandé pour chacun des composés. Le coefficient de détermination ( $r^2$ ) alors obtenu était supérieur à 0,990 pour tous les composés validés pour un total de 30 échantillons distribués sur cinq concentrations sur le domaine étudié, qui incluent nécessairement une concentration équivalente à la VEMP (voir annexe VI).

**Note 1** - Cette méthode ne permet pas la détection et la quantification de tous les COV. Seules les substances pouvant être captées par du charbon activé, ayant une affinité avec la solution de désorption et donnant un signal positif dans les conditions instrumentales données ont la possibilité d'être détectées par cette méthode.

Le document présente également le mode opératoire de la méthode, les contrôles de performance et propose une séquence d'analyse de routine. Ces éléments présentés principalement dans les sections 7.5 et 7.7 ne sont pas essentiels à la réalisation de la méthode afin d'obtenir les paramètres de performance présentés dans la section 9.

## 2 PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Selon la procédure décrite dans le Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air<sup>1</sup>, un volume connu d'air est aspiré à travers un tube contenant du charbon activé pour adsorber différents Composés Organiques Volatils (COV). Le charbon activé est ensuite transféré dans une fiole et un volume donné de la solution de désorption  $y$  est ajouté pour désorber les COV retenus sur l'adsorbant. La solution résultante est analysée par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse. La concentration de ces COV dans l'air est calculée en tenant compte d'une courbe d'étalonnage, de la surface du pic, de la réponse relative des composés par rapport à l'étalon interne avec lequel ils sont associés et du volume d'air échantillonné.

### 3 INTERFÉRENCES

Un tube de charbon activé témoin sert à vérifier les possibilités de contamination durant l'ensemble du processus d'échantillonnage et analytique. De cette façon, une contamination se produisant pendant l'ouverture du tube, son transport ou l'analyse elle-même, sera décelée.

Pour causer une interférence analytique, une substance doit être captée par le charbon activé, être désorbée par la solution de désorption, avoir un même temps de rétention dans les conditions de chromatographie utilisées et avoir un patron de fragmentation semblable à une autre substance d'intérêt. Si cette situation se présente, les conditions chromatographiques peuvent être modifiées de façon à obtenir une meilleure séparation des pics sur le chromatogramme. Il peut s'avérer qu'une interférence chromatographique soit impossible à résoudre, causant une sous-estimation ou une surestimation du résultat, selon le cas, et une note au rapport sera émise à cet effet si une possibilité d'interférence a été décelée. Il est important que les responsables de l'échantillonnage signalent au laboratoire tout élément pertinent sur le milieu échantillonné afin de cibler les interférences le plus efficacement possible avant le traitement de l'échantillon.

### 4 MATÉRIEL

- ✓ Tubes de charbon activé, 20/40 mesh, 7 cm x 6 mm D.E, deux sections (100 mg/50 mg), (Équivalent OSHA 07)<sup>2</sup>;
- ✓ Fioles de 2 mL avec septum à revêtement de téflon;
- ✓ Microseringues 10 à 5000 µL;
- ✓ « Dispensers » automatiques;
- ✓ Ensemble de verrerie de laboratoire (ballons volumétriques avec bouchon étanche et septum, béchers, etc.);
- ✓ Plaque d'agitation pour l'étape de désorption;
- ✓ Chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse muni d'un injecteur automatique et d'un port d'injection mode « split »;
- ✓ Colonne chromatographique de type DB1-MS ou équivalent d'une longueur de 40 mètres avec un diamètre interne de 0,18 mm et d'une épaisseur de film de 0,4 µm;
- ✓ Intégrateur électronique ou toute autre méthode efficace pour mesurer la surface des pics.
- ✓ Alimentation en hydrogène (pureté > 99,99 %)

## 5 RÉACTIFS

Les composés chimiques utilisés doivent être de grade ACS (American Chemical Society) ou meilleur, à moins de spécifications particulières.

- ✓ Disulfure de carbone (CS<sub>2</sub>) à faible teneur en benzène [CAS 75-15-0];
- ✓ Phénoxy-2 éthanol [CAS 122-99-6];
- ✓ Alcool méthylique [CAS 67-56-1];
- ✓ Étalon interne 1,2-dichloroéthane-d4 [CAS 3855-82-1], le chlorobenzène-d5 [CAS 3114-55-4], le toluène-d8 [CAS 2037-26-5] et le 1-Bromo-4-fluorobenzène [CAS 460-00-4];
- ✓ Mélanges pour étalonnage de solutions de COV préparés sur mesure dans du CS<sub>2</sub> (exemple présenté à l'annexe V, les concentrations peuvent varier);
- ✓ Mélanges pour contrôle qualité de solutions de COV préparés sur mesure dans du CS<sub>2</sub> par un autre fournisseur ou d'un autre lot que la solution d'étalonnage (exemple présenté à l'annexe V, les concentrations peuvent varier).

## 6 ÉCHANTILLONNAGE

Les COV dans l'air sont prélevés à l'aide de tubes de charbon activé en utilisant une pompe d'échantillonnage dont le débit a été réglé préalablement. Il est recommandé que le débit de la pompe soit vérifié après l'échantillonnage afin de garantir l'intégrité du volume d'air échantillonné. Pour chaque série d'échantillons, un tube témoin doit être prévu. Il subit les mêmes manipulations que les autres échantillons, excepté l'étape d'échantillonnage.

Les paramètres d'échantillonnage recommandés pour les différents COV sont décrits dans l'annexe II (tels que retrouvés dans le Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail).

Ces paramètres tiennent compte des normes d'exposition, de la sensibilité de la méthode analytique et de la capacité du système d'échantillonnage. Pour s'adapter aux contraintes du milieu, un volume d'échantillonnage différent pourrait être utilisé, mais doit tenir compte du domaine d'application et des paramètres déjà mentionnés. Pour plus de détails sur la préparation du matériel d'échantillonnage, l'étalonnage et la stratégie utilisée, se référer au Guide d'échantillonnage de l'IRSST<sup>1</sup>.

## 7 PROTOCOLE ANALYTIQUE

### 7.1 Préparation des solutions

- Solution d'étalons internes et de phénoxy-2 éthanol;  
Préparer une solution de 10 mg/mL de 1,2-dichloroéthane-d4, de chlorobenzène-d5, de toluène-d8 et de 1-Bromo-4-fluorobenzène dans du CS<sub>2</sub> sans benzène contenant 20% v/v de phénoxy-2 éthanol.  
**Note 2** : Le phénoxy-2 éthanol est ajouté dans le mélange de solvant de désorption afin de favoriser l'efficacité d'extraction des composés polaires. La concentration finale de phénoxy-2 éthanol lors de l'étape de désorption est de 2% v/v.
- Solution d'étalonnage de COV;  
Avec le matériel de laboratoire adéquat, préparer 5 solutions étalons à l'aide des mélanges pour étalonnage de COV dans du CS<sub>2</sub> de façon à couvrir le domaine d'application jusqu'à 100% de la norme. Voir l'annexe III pour connaître le domaine d'application des différents composés. L'ajout des différentes solutions est effectué à l'aide de microseringues.
- Solution de contrôle qualité de COV;  
Avec le matériel de laboratoire adéquat, préparer les solutions de contrôle de la qualité à l'aide des mélanges pour contrôle de la qualité de COV dans du CS<sub>2</sub>. (Voir Annexe V pour suggestion de concentration).  
**Note 3** : Le matériel utilisé pour la préparation des solutions (exemples : ballons volumétriques et microseringues) doit préalablement être rincé avec de l'alcool méthylique et séché à l'air.

### 7.2 Préparation des étalons

Transférer 100 mg de charbon activé de tubes neufs dans une série de fioles de 2 mL (Totalité de la section 1 (100 mg) ou deux sections 2 (50 mg chacune)). Le point 7.6 décrit la procédure à suivre pour le traitement des tubes.

Transférer 0,9 mL à l'aide d'une microseringue de chaque solution étalon, et autant de fois que nécessaire, dans les fioles de 2 mL contenant le charbon activé. Ajouté 0,1 mL de la solution d'étalons internes et de phénoxy-2 éthanol. Le blanc de la courbe d'étalonnage est préparé de la même manière à la seule différence que le CS<sub>2</sub> sans benzène remplace la solution étalon.

Une fois transférées dans les fioles de 2 mL, les solutions étalons subissent le même traitement que les échantillons jusqu'à l'analyse, c'est-à-dire qu'elles sont placées sur un agitateur mécanique pendant 30 minutes pour ensuite être analysées par le chromatographe en phase gazeuse couplé au spectromètre de masse.

### 7.3 Calibration du spectromètre de masse

Avant de débiter toutes nouvelles séries d'analyse, le spectromètre de masse doit être calibré pour ajuster le signal obtenu, la résolution des différentes masses ainsi que la justesse de leur poids à l'aide du perfluorotributylamine (PFTBA). Ce processus peut s'effectuer automatiquement (Autotune). Vérifier que les performances obtenues respectent les critères établis par le fabricant.

### 7.4 Étalonnage

L'utilisation d'un étalon interne permet de diminuer l'impact de la variation de la réponse du détecteur sur les résultats obtenus. À chaque série d'analyses, l'étalonnage de l'instrument est vérifié à l'aide d'une solution étalon de concentration équivalente au milieu de la courbe et si les résultats obtenus ne respectent pas les critères établis, l'instrument est étalonné.

Pour ce faire, les solutions étalons sont analysées en début de séquence afin de construire une courbe d'étalonnage avec le ratio des concentrations de la substance analysée/standard interne en abscisse et le ratio du signal de la substance analysée/standard interne (surface du pic) en ordonnée. La courbe d'étalonnage est calculée par le logiciel d'acquisition du GC-MS, par régression linéaire et est exprimée sous la forme de l'équation suivante :

$$S = m[\text{composé/étalon interne}] + b \quad [1]$$

où

$S =$	Signal du composé/signal du standard interne (surface sous l'ion de quantification)
$[\text{Composé/étalon interne}] =$	concentration de la substance analysée dans la solution de désorption, exprimée en mg/mL
$m =$	pente de la courbe d'étalonnage
$b =$	ordonnée à l'origine

La courbe d'étalonnage est considérée comme valide lorsque le coefficient de détermination ( $r^2$ ) est  $\geq 0,990$ . Il est possible d'éliminer certains points de courbe d'étalonnage pour améliorer la performance (il doit toutefois en rester un minimum de 3).

#### 7.4.1 Conditions analytiques utilisées lors de l'implantation de cette méthode

L'exposition aux contaminants organiques en milieu de travail est régulièrement multiple. Les conditions chromatographiques doivent en conséquence être ajustées selon la nature et la complexité de l'échantillon. Les conditions suggérées pour l'analyse des COV sont :

Type de colonne	DB1-MS, 40 mètres, 0,18 mm, 0,4 µm.
Type d'injecteur	« Split/Splitless »
« Split ratio »	40 :1
Température de l'injecteur	210°C
Température ligne de transfert	280°C
Température MS Quad	150°C
Température source	230°C
Programme four	35°C (3 min.), 7,5°C/min., 115°C (0 min.), 15°C/min., 200°C (2 min.)
Volume d'injection	0,2 µL
Gaz porteur	Hydrogène, débit constant (≈ 45 cm/sec)
Mode d'acquisition	SIM/SCAN simultané
Paramètre SCAN	30 à 300 u.m.a
	Fermeture à ≈ 2,6 à 3,2 pour le CS <sub>2</sub>
	Fermeture à ≈ 17,0 pour le phénoxy-2 éthanol

Paramètres SIM :

# Groupe	≈Début/ min.	Dwell*	Masse	1 <sup>er</sup> composé
1	0,0	10	31, 43, 45, 46, 49, 57, 58, 59, 72, 74, 84, 86	Alcool éthylique
2	3,10	25	43, 57, 72	Méthyl éthyl cétone
3	3,70	25	56, 57, 61, 70, 83, 85, 86, 88	Hexane
4	4,06	25	41, 42, 43, 65, 72, 74, 102	Alcool isobutylique
5	4,60	15	41, 43, 56, 61, 69, 77, 78, 84, 86, 87	Alcool butylique normal
6	5,56	25	95, 97, 130, 132	trichloroéthylène
7	6,04	25	61, 70, 71, 73, 100	Acétate de propyle normal
8	6,53	25	58, 83, 85, 98, 100	Méthyl isobutyl cétone
9	7,15	25	43, 56, 73, 87, 91, 92, 98, 100	Acétate de butyle secondaire
10	8,44	25	43, 56, 57, 85, 114, 129, 131, 164, 166	Acétate de butyle normal
11	9,34	25	117, 119	Chlorobenzène-d5
12	9,98	25	58, 71, 78, 91, 103, 104, 106	Éthylbenzène
13	11,26	25	43, 55, 57, 85, 99, 128, 174, 176	Acétate d'amyle normal
14	11,75	25	91, 105, 120	Cumène

\*Dwell (anglais) = Temps de maintien/ion en ms

L'annexe VII présente les temps de rétention approximatifs obtenus à l'aide de cette méthode

d'acquisition. De plus, elle présente les ions de quantification et de confirmation utilisés pour quantifier et identifier les différents composés.

## 7.5 Préparation des contrôles de la qualité

Plusieurs types de contrôles sont analysés au cours de la séquence d'analyse afin de vérifier l'étalonnage et la variation de la sensibilité. Chaque contrôle doit répondre aux critères établis pour ce contrôle et tout dépassement ou déviation doit être documenté et des actions adéquates prévues par le système qualité devront être entreprises.

Certains acronymes utilisés dans cette méthode pour les éléments de contrôle de la qualité sont d'origine anglaise pour faciliter la communication avec l'organisme qui gère le programme d'accréditation du laboratoire.

**Solution de contrôle d'étalonnage (CCV, Continuing Calibration Verification).** Les contrôles CCV sont les mêmes solutions que les solutions d'étalonnage représentant environ la concentration au milieu de la courbe d'étalonnage. Ils suivent toutes les étapes de préparation et d'analyse d'un échantillon. Les CCV sont analysés séquentiellement au début de la séquence et à tous les 15 échantillons.

**Valeur minimum rapportée (VMR).** Les contrôles VMR sont des solutions de contrôle analysées après le contrôle CCV. Ces contrôles vérifient la réponse de la méthode analytique à la valeur minimale rapportée de la méthode analytique. Ils suivent toutes les étapes de préparation et d'analyse d'un échantillon.

Les solutions commerciales servant à préparer ces solutions de contrôle doivent idéalement provenir d'un manufacturier différent de celui utilisé pour la préparation des solutions d'étalonnage, sinon d'un lot différent du même manufacturier ou en dernier recours d'une solution intermédiaire différente du même manufacturier.

**Échantillon de contrôle de la qualité (QCS, Quality Control Sample).** Ces solutions de contrôle sont un mélange de COV à une concentration correspondant à 25% à 100% de la VEMP du volume d'échantillonnage recommandé. Ils suivent toutes les étapes de préparation et d'analyse d'un échantillon. Les résultats sont utilisés pour estimer l'exactitude de la méthode analytique.

La solution commerciale servant à préparer ces solutions de contrôle d'étalonnage doit idéalement provenir d'un manufacturier différent de celui utilisé pour la préparation des solutions d'étalonnage, sinon d'un lot différent du même manufacturier ou en dernier recours d'une solution intermédiaire différente du même manufacturier.

**Solution de contrôle de blanc initial (IBV, Initial Blank Verification).** Le contrôle IBV est la solution de désorption qui sera utilisée pour les échantillons. Cette solution contient seulement les réactifs et n'est pas mise en contact avec le charbon avant l'analyse. Elle est analysée après les contrôles QCS et les résultats doivent être inférieurs à la VMR.

**Blanc de réactifs (LRB, Laboratory Reagent Blank).** Le contrôle LRB est un échantillon qui contient seulement les réactifs. Il suit toutes les étapes de préparation et d'analyse comme un échantillon. Il

sert à vérifier si les étapes de préparation amènent une contamination dans les échantillons. Les résultats doivent être inférieurs à la VMR.

## 7.6 Préparation des échantillons

À l'aide d'un coupe-verre, faire un trait sur le tube (échantillon) à 1 cm en avant de la première section de charbon activé. Porter des verres de sécurité.

Casser le tube. Retirer la laine de verre.

Transférer la section 1 de charbon activé dans une fiole de 2 mL. Jeter la laine de verre qui sépare la section 1 de la section 2 et transférer cette dernière dans une autre fiole de 2 mL.

Les tubes témoins sont préparés de la même façon que les échantillons à la différence que les deux sections de charbon activé sont transférées dans la même fiole.

Ajouter 0,9 mL de CS<sub>2</sub> et 0,1 mL de la solution d'étalon interne et phénoxy-2 éthanol à l'aide du matériel approprié. Boucher les fioles et les déposer pendant 30 minutes sur la plaque d'agitation pour l'étape de désorption. Les témoins et autres contrôles suivent exactement la même procédure que les échantillons.

## 7.7 Analyse

À la suite de la calibration du spectromètre de masse (section 7.3), la solution de désorption est analysée afin de vérifier si la réponse des standards interne correspond à ceux obtenus lors du dernier étalonnage. La puissance du multiplicateur d'électrons est ajustée si nécessaire pour que le signal du standard interne soit approximativement le même que lors de l'étalonnage de l'instrument.

Les solutions étalons, blancs de laboratoire, solutions de contrôle qualité, échantillons « témoins » ainsi que les échantillons (sections 1 et 2) sont analysés par chromatographie en phase gazeuse.

De plus, la solution étalon de concentration équivalent à la mi-courbe est réanalysée à une fréquence régulière en cours d'analyse ainsi qu'à la fin de la séquence pour s'assurer du maintien de l'étalonnage.

Les analyses sont faites suivant la séquence proposée suivante :

1. CCV ou Solutions d'étalonnage (si nécessaire)
2. IBV
3. LRB
4. VMR
5. QCS
6. 9 injections
7. CCV
8. 15 injections

9. Répéter les étapes 7 et 8 (pour un plus grand nombre d'échantillons)
10. QCS
11. CCV

## 8 CALCULS

### 8.1 Identification des composés organiques volatils

L'identification des composés quantifiés est confirmée par la présence des ions de quantification, de confirmation et par le temps de rétention attendu déterminés à l'aide des solutions d'étalonnage. Le rapport du signal de l'ion de quantification versus le signal de l'ion de confirmation d'un inconnu doit être semblable à celui établi à l'aide d'un étalon fortement concentré en tenant compte des critères d'acceptabilité établis par le laboratoire.

### 8.2 Calcul des résultats

La concentration des différents composés organiques volatils dans l'air de chaque section du tube est calculée automatiquement par le logiciel d'acquisition de la manière suivante :

$$[\text{composé}]_{\text{section}1} = [\text{composé}]_{\text{extrait}1} \times V_{\text{extrait}1} \quad [2]$$

$$[\text{composé}]_{\text{section}2} = [\text{composé}]_{\text{extrait}2} \times V_{\text{extrait}2} \quad [3]$$

où

$$[\text{composé}]_{\text{extrait}1 \text{ ou } 2} = \text{concentration d'un composé dans l'extrait de la section 1 ou 2 obtenu à partir de l'équation [1] exprimé en mg/mL}$$

$$[\text{composé}]_{\text{section}1 \text{ ou } 2} = \text{masse d'un composé recueillie dans la section 1 ou 2 du tube en mg}$$

$$V_{\text{extrait}1 \text{ ou } 2} = \text{Volume de l'extrait en mL}$$

La concentration finale du composé dans l'air rapportée sur le rapport d'analyse est calculée de la façon suivante :

$$[\text{composé}]_{\text{air}} = ([\text{composé}]_{\text{section}1} + [\text{composé}]_{\text{section}2}) \div V_{\text{air prélevé}} \quad [4]$$

où

$$[\text{composé}]_{\text{air}} = \text{concentration totale du composé dans l'air en mg/m}^3$$

$$V_{\text{air prélevé}} = \text{Volume d'air prélevé en m}^3$$

Pour tous les résultats d'analyse des échantillons, le rapport d'analyses contient également la quantité relative, exprimé en pourcentage, du composé contenu dans la section 2. Le pourcentage se calcule de la manière suivante :

$$\% \text{ composé section2} = ([\text{composé}]_{\text{section2}} / ([\text{composé}]_{\text{section1}} + [\text{composé}]_{\text{section2}})) \times 100 \quad [5]$$

L'interprétation du pourcentage de la substance analysée présente dans la section 2 du tube est décrite dans le *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail*<sup>1</sup>.

La concentration de la substance analysée dans l'extrait doit être comprise dans l'intervalle de concentration donné par le domaine d'application (point 1). S'il s'avère qu'un échantillon est plus concentré que ce domaine, il faudrait le diluer dans le solvant de désorption et procéder de nouveau à l'analyse en tenant compte de la dilution lors des calculs. Si la dilution est impossible, comme c'est le cas lorsque trop de temps s'écoule entre la première analyse et sa reprise, une note sera mise au rapport d'analyse pour sous-estimation possible du résultat parce qu'il est en dehors du domaine d'étalonnage de la courbe.

Les résultats des échantillons ne sont pas corrigés en fonction des témoins (soustraction). Le résultat de ces derniers est rapporté en masse totale ( $\mu\text{g}$ ) et l'interprétation de l'ensemble des résultats n'est pas effectuée sur le rapport d'analyses.

## 9 PARAMÈTRES DE PERFORMANCE

### 9.1 Limite de détection, limite de quantification et valeur minimale rapportée (VMR)

Les limites de détection et de quantification de la méthode analytique ont été évaluées initialement et sont données en annexe IV. La valeur minimale rapportée (VMR) consiste en la quantité minimale de contaminant qui est quantifiée au laboratoire de l'IRSST. Elle tient compte d'un ou de plusieurs des aspects suivant : la linéarité de la méthode dans les conditions expérimentales utilisées, l'efficacité de la récupération et la pertinence du dosage à des bas niveaux de concentration. La VMR des différents composés organiques volatils est donnée en annexe III.

### 9.2 L'efficacité d'extraction

Le pourcentage moyen de l'efficacité d'extraction évalué initialement pour les différents composés organiques volatils est donné en annexe VI. Ces pourcentages ont été calculés à l'aide de 30 échantillons au minimum distribués sur 5 à 7 niveaux de concentration. Pour cette évaluation, les échantillons consistaient en des solutions de composés organiques volatils mises en équilibre de phase sur charbon activé et soumises à l'ensemble de la procédure analytique.

L'efficacité d'extraction moyenne pour le styrène ne respecte pas les critères d'acceptabilité ( $\geq 75\%$ ). Le solvant de désorption est moins efficace en faible concentration pour ce composé. L'efficacité d'extraction moyenne est de 86% pour des concentrations équivalentes à 50%, 100% et 200% de la VEMP pour un volume d'échantillonnage recommandé de 5 litres.

Aucune correction n'est appliquée pour l'efficacité de désorption. La procédure d'étalonnage (section 7.2) tient compte de ce facteur puisque la solution d'étalonnage est mise en présence du milieu adsorbant, recréant ainsi l'étape de désorption.

### 9.3 Fidélité

Les données de réplicabilité et de répétabilité de la méthode analytique sont inscrites à l'annexe IV. Ces valeurs ont été déterminées en laboratoire à partir de solutions contenant tous les composés (4 niveaux de concentration, 6 répliques par niveau) et mises en équilibre de phase sur charbon activé et soumises à l'ensemble de la procédure analytique.

### 9.4 Exactitude

L'exactitude de la méthode analytique est vérifiée à chaque série d'analyses à l'aide d'une solution de contrôle contenant la substance analysée, préparée au laboratoire. Cette solution est préparée à partir d'un étalon d'un fabricant différent de celui utilisé pour la préparation des solutions d'étalonnage, sinon d'un lot différent que celui utilisé pour l'étalonnage. Lorsqu'un lot différent n'est pas disponible, un technicien différent prépare la solution de contrôle. La concentration de cette solution est comprise entre 25% et 100% de la norme. Les résultats obtenus sont compilés dans le cadre du suivi d'un contrôle-qualité intra-laboratoire.

Le laboratoire participe également à une étude inter-laboratoire reconnue par l'organisme d'accréditation qui lui permet de confirmer la validité de cette méthode analytique.

L'exactitude obtenue lors de la validation initiale de la méthode est présentée à l'annexe IV. Ces valeurs ont été déterminées par l'analyse d'un matériau de référence analysé 10 fois. Ces données proviennent de jours et/ou d'analyste différents.

### 9.5 Incertitude de mesure

L'incertitude de mesure analytique présentée à l'annexe VI, équivaut au coefficient de variation *analytique*  $CV_A$  de la méthode. Elle a été déterminée sur 30 échantillons ou plus, répartis en 5 à 7 niveaux de concentration sur le domaine d'application, à partir de solutions de composés organiques volatils en équilibre de phase soumises à l'ensemble de la procédure analytique. Assumant un coefficient de variation pour l'échantillonnage  $CV_E$  égal à 5%, et pour un seuil de probabilité bilatérale de 95%, l'incertitude de mesure *étendue* pour l'ensemble du dosage et de l'échantillonnage est présentée à l'annexe VI.

## 10 RÉFÉRENCES

- 1 *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail*. Direction des opérations, IRSST, T-06 Guide technique, Montréal, Québec, (Février 2005).  
<http://www.irsst.qc.ca/files/documents/PublIRSST/T-06.pdf>
- 2 United States Occupational Safety and Health Administration (OSHA), OSHA Analytical Methods Manual, Method 07 — Organic Vapors, OSHA, Salt Lake City, UT, United States (2000).  
<http://www.osha.gov/dts/sltc/methods/organic/org007/org007.html>
- 3 National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH), *NIOSH Manual of Analytical Methods, Methanol Method 2000*, Cincinnati, OH, USA, 1998.

**ANNEXE I**  
**Valeurs d'exposition admissibles des contaminants de l'air (RSST)**

Composé	CAS	VEMP mg/m <sup>3</sup>	VEMP ppm	VECD mg/m <sup>3</sup>	VECD ppm
Alcool éthylique	64-17-5	1880	1000	-	-
Acétone	67-64-1	1180	500	2380	1000
Alcool isopropylique	67-63-0	983	400	1230	500
Éther diéthylique	60-29-7	1210	400	1520	500
Pentane normal	109-66-0	350	120	-	-
Acétate de méthyle	79-20-9	606	200	757	250
Chlorure de méthylène	75-09-2	174	50	-	-
Méthyl éthyl cétone	78-93-3	150	50	300	100
Hexane normal	110-54-3	176	50	-	-
Acétate d'éthyle	141-78-6	1440	400	-	-
Chloroforme	67-66-3	24,4	5	-	-
Tétrahydrofurane	109-99-9	300	100	-	-
Alcool isobutylique	78-83-1	152	50	-	-
Alcool butylique normal	71-36-3	-	-	-	-
Benzène	71-43-2	3	1	15,5	5
Acétate d'isopropyle	108-21-4	1040	250	1290	310
Cyclohexane	110-82-7	1030	300	-	-
Méthyl propyl cétone	107-87-9	530	150	-	-
Trichloroéthylène	79-01-6	269	50	1070	200
Acétate de propyle normal	109-60-4	835	200	1040	250
Heptane normal	142-82-5	1640	400	2050	500
Méthyl isobutyl cétone	108-10-1	250	50	307	75
Méthylcyclohexane	108-87-2	1610	400	-	-
Acétate de butyle secondaire	105-46-4	950	200	-	-
Toluène	108-88-3	188	50	-	-
Acétate d'isobutyle	110-19-0	713	150	-	-
Perchloroéthylène	127-18-4	170	25	685	100
Acétate de butyle normal	123-86-4	713	150	950	200
Octane	111-65-9	1400	300	1750	375
Éthylbenzène	100-41-4	434	100	543	125
m,p-Xylènes	108-38-3; 106-42-3	434	100	651	150
Méthyl n-amyl cétone	110-43-0	233	50	-	-
Styrène	100-42-5	213	50	426	100
o-Xylène	95-47-6	434	100	651	150
Acétate d'amyle normal	628-63-7	266	50	532	100
Nonane	111-84-2	1050	200	-	-
Cumène	98-82-8	246	50	-	-
1,3,5-Triméthylbenzène	108-67-8	123	25	-	-
1,2,4-Triméthylbenzène	95-63-6	123	25	-	-
1,2,3-Triméthylbenzène	526-73-8	123	25	-	-

**ANNEXE II**  
**Volume et débit d'échantillonnage recommandés**

Composé	VEMP		VECD	
	Volume (L)	Débit (L/min)	Volume (L)	Débit (L/min)
Alcool éthylique	1	0,05	-	-
Acétone	2	0,2	1,5	0,2
Alcool isopropylique	3	0,2	3	0,2
Éther diéthylique	3	0,2	3	0,2
Pentane normal	4	0,2	-	-
Acétate de méthyle	7	0,2	3	0,2
Chlorure de méthylène	3	0,2	-	-
Méthyl éthyl cétone	10	0,2	3	0,2
Hexane normal	4	0,2	-	-
Acétate d'éthyle	6	0,2	-	-
Chloroforme	15	0,2	-	-
Tétrahydrofurane	9	0,2	-	-
Alcool isobutylique	10	0,2	-	-
Alcool butylique normal	10	0,2	-	-
Benzène	12	0,2	3	0,2
Acétate d'isopropyle	10	0,2	3	0,2
Cyclohexane	3	0,2	-	-
Méthyl propyl cétone	10	0,2	-	-
Trichloroéthylène	10	0,2	3	0,2
Acétate de propyle normal	10	0,2	3	0,2
Heptane normal	4	0,2	3	0,2
Méthyl isobutyl cétone	10	0,2	3	0,2
Méthylcyclohexane	4	0,2	-	-
Acétate de butyle secondaire	10	0,2	-	-
Toluène	5	0,2	-	-
Acétate d'isobutyle	10	0,2	-	-
Perchloroéthylène	10	0,2	3	0,2
Acétate de butyle normal	10	0,2	3	0,2
Octane	4	0,2	3	0,2
Éthylbenzène	10	0,2	3	0,2
m,p-Xylènes	12	0,2	3	0,2
Méthyl n-amyl cétone	10	0,2	-	-
Styrène	5	0,2	3	0,2
o-Xylène	12	0,2	3	0,2
Acétate d'amyle normal	10	0,2	-	-
Nonane	4	0,2	-	-
Cumène	10	0,2	-	-
1,3,5-Triméthylbenzène	10	0,2	-	-
1,2,4-Triméthylbenzène	10	0,2	-	-
1,2,3-Triméthylbenzène	10	0,2	-	-

### ANNEXE III

VMR et domaine d'application\* en µg et en mg/m<sup>3</sup> pour le volume d'échantillonnage recommandé

Composé	VMR µg	VMR mg/m <sup>3</sup>	Domaine d'application mg	Domaine d'application mg/m <sup>3</sup>
Alcool éthylique	95	95	0,095 à 3,2	95 à 3200
Acétone	180	90	0,18 à 8,0	90 à 4000
Alcool isopropylique	100	33	0,10 à 6,0	33 à 2000
Éther diéthylique	72	24	0,072 à 6,9	24 à 2300
Pentane normal	21	5,2	0,021 à 2,5	5 à 625
Acétate de méthyle	215	31	0,215 à 9,0	31 à 1300
Chlorure de méthylène	27	9,0	0,027 à 1,3	9 à 430
Méthyl éthyl cétone	30	3,0	0,030 à 3,2	3 à 320
Hexane normal	15	3,8	0,015 à 1,3	3,8 à 325
Acétate d'éthyle	400	67	0,40 à 18	67 à 3000
Chloroforme	22	1,5	0,022 à 1,4	1,5 à 93
Tétrahydrofurane	53	5,9	0,053 à 5,0	5,9 à 560
Alcool isobutylique	75	7,5	0,075 à 3,2	7,5 à 320
Alcool butylique normal	81	8,1	0,081 à 3,2	8,1 à 320
Benzène	2	0,17	0,002 à 0,090	0,17 à 7,5
Acétate d'isopropyle	475	48	0,475 à 21	48 à 2100
Cyclohexane	160	53	0,160 à 6,0	53 à 2000
Méthyl propyl cétone	110	11	0,11 à 11	11 à 1100
Trichloroéthylène	58	5,8	0,058 à 6,0	5,8 à 600
Acétate de propyle normal	420	42	0,42 à 17	42 à 1700
Heptane normal	320	80	0,32 à 14	80 à 3500
Méthyl isobutyl cétone	40	4	0,040 à 4,8	4 à 480
Méthylcyclohexane	320	80	0,32 à 12	80 à 3000
Acétate de butyle secondaire	475	48	0,475 à 19	48 à 1900
Toluène	20	4	0,020 à 1,7	4 à 340
Acétate d'isobutyle	180	18	0,180 à 14	18 à 1400
Perchloroéthylène	68	6,8	0,068 à 3,2	6,8 à 320
Acétate de butyle normal	71	7,1	0,071 à 14	7,1 à 1400
Octane	290	72	0,29 à 11	72 à 2750
Éthylbenzène	43,3	4,3	0,043 à 2,7	4,3 à 270
m,p-Xylènes	100	8,4	0,10 à 10	8,4 à 830
Méthyl n-amyl cétone	49	4,9	0,0049 à 5,0	4,9 à 500
Styrène	27	5,4	0,027 à 1,8	5,4 à 360
o-Xylène	100	8,4	0,10 à 5,0	8,4 à 420
Acétate d'amyle normal	265	27	0,265 à 11	27 à 1100
Nonane	210	53	0,053 à 8,8	53 à 2200
Cumène	86	8,6	0,086 à 5,2	8,6 à 520
1,3,5-Triméthylbenzène	62	6,2	0,062 à 1,7	6,2 à 170
1,2,4-Triméthylbenzène	62	6,2	0,062 à 1,7	6,2 à 170
1,2,3-Triméthylbenzène	62	6,2	0,062 à 1,7	6,2 à 170

\* La borne supérieure du domaine d'application correspond approximativement à deux fois la VEMP au volume d'échantillonnage recommandé.

### ANNEXE IV

#### Limite de détection (LDM) et de quantification (LQM) de la méthode ainsi que la réplicabilité, la répétabilité et exactitude\*

Composé	LDM en µg	LQM en µg	Réplicabilité	Répétabilité	Justesse
Alcool éthylique	15	50	1,3%	1,0%	94,5%
Acétone	15	50	0,49%	0,76%	98,7%
Alcool isopropylique	3	10	2,0%	1,6%	97,7%
Éther diéthylique	9	30	0,27%	2,1%	92,4%
Pentane normal	2	5	0,39%	0,40%	94,5%
Acétate de méthyle	20	70	0,24%	0,43%	99,0%
Chlorure de méthylène	2	8	0,35%	0,53%	96,0%
Méthyl éthyl cétone	3	10	0,55%	0,54%	99,9%
Hexane normal	2	7	0,58%	1,2%	94,9%
Acétate d'éthyle	9	30	0,26%	0,70%	92,0%
Chloroforme	3	9	0,28%	1,4%	93,3%
Tétrahydrofurane	9	30	0,54%	2,4%	93,6%
Alcool isobutylique	10	40	0,82%	0,69%	90,4%
Alcool butylique normal	10	40	0,68%	0,54%	95,7%
Benzène	0,5	1,6	1,0%	2,0%	97,3%
Acétate d'isopropyle	30	110	0,29%	1,9%	92,7%
Cyclohexane	8	30	0,24%	0,63%	98,2%
Méthyl propyl cétone	8	30	0,27%	1,8%	95,9%
Trichloroéthylène	3	10	0,25%	0,66%	97,4%
Acétate de propyle normal	120	400	0,26%	2,0%	92,5%
Heptane normal	55	180	0,27%	1,4%	95,9%
Méthyl isobutyl cétone	10	40	0,44%	2,1%	95,9%
Méthylcyclohexane	9	30	0,25%	0,58%	94,1%
Acétate de butyle secondaire	70	240	0,27%	0,86%	94,0%
Toluène	1	2	0,19%	0,25%	94,8%
Acétate d'isobutyle	15	50	0,25%	0,94%	95,5%
Perchloroéthylène	4	15	0,26%	0,34%	97,6%
Acétate de butyle normal	9	30	0,26%	0,48%	91,1%
Octane	20	60	0,27%	0,34%	99,9%
Éthylbenzène	2	6	0,21%	0,28%	93,8%
m,p-Xylènes	5	6	0,17%	0,32%	95,5%
Méthyl n-amyl cétone	10	30	0,35%	0,70%	92,0%
Styrène	6	20	0,55%	2,3%	98,6%
o-Xylène	2	6	0,15%	0,20%	95,4%
Acétate d'amyle normal	60	200	0,37%	1,2%	91,6%
Nonane	20	60	0,35%	0,38%	93,6%
Cumène	3	12	0,28%	0,20%	98,1%
1,3,5-Triméthylbenzène	3	9	0,31%	0,36%	98,4%
1,2,4-Triméthylbenzène	3	9	0,22%	0,31%	97,3%
1,2,3-Triméthylbenzène	2	7	0,24%	0,32%	95,7%

\* Ces données de validations ont été obtenues suite à la quantification en mode scan des chromatogrammes.

**ANNEXE V**  
**Exemple de concentration des solutions étalons et de contrôle qualité  
préparées sur mesure par un fabricant**

Composé	Solution mère étalon # 1* (mg/mL)	Solution mère étalon # 2* (mg/mL)	Solution mère Contrôle qualité # 1** (mg/mL)	Solution mère Contrôle qualité # 2** (mg/mL)
Alcool éthylique	3,2		1,6	
Acétone	8		3,6	
Alcool isopropylique		6		0,6
Éther diéthylique		6,9		1,4
Pentane normal	2,5		0,4	
Acétate de méthyle	9		4,2	
Chlorure de méthylène	1,3		0,5	
Méthyl éthyl cétone	3,2		0,6	
Hexane normal	1,3		0,3	
Acétate d'éthyle	18		1,6	
Chloroforme		1,4		0,5
Tétrahydrofurane		5		1,1
Alcool isobutylique	3,2		1,4	
Alcool butylique normal	3,2		1,6	
Benzène	0,09		0,05	
Acétate d'isopropyle		21		8,5
Cyclohexane	6		3,2	
Méthyl propyl cétone		11		2,2
Trichloroéthylène	6		1,2	
Acétate de propyle normal	17		8,4	
Heptane normal	14		6,2	
Méthyl isobutyl cétone	4,8		0,8	
Méthylcyclohexane		12		6,2
Acétate de butyle secondaire	19		8,7	
Toluène	1,7		0,2	
Acétate d'isobutyle	14		1,4	
Perchloroéthylène	3,2		1,3	
Acétate de butyle normal		14		1,4
Octane	11		5,5	
Éthylbenzène	2,7		0,34	
m,p-Xylènes	10		0,9	
Méthyl n-amyl cétone		5		1
Styrène	1,8		0,45	
o-Xylène	5		0,5	
Acétate d'amyle normal	11		5,3	
Nonane	8,8		3,5	
Cumène	5,2		1,7	
1,3,5-Triméthylbenzène	1,7		0,8	
1,2,4-Triméthylbenzène	1,7		0,8	
1,2,3-Triméthylbenzène	1,7		0,8	

\* Les concentrations des solutions étalons correspondent à approximativement 200% de la VEMP au volume recommandé.

\*\* Les concentrations des solutions des contrôles qualité sont entre 25 et 100% de la VEMP au volume recommandé.

### ANNEXE VI

#### Données de linéarité, Incertitude analytique (CV<sub>a</sub>), incertitude de mesure étendue et % moyen de l'efficacité d'extraction\*

Composé	Données de linéarité Coefficient de détermination	Incertitude analytique (CV <sub>a</sub> )	Incertitude de mesure étendue	% moyen de l'efficacité d'extraction
Alcool éthylique	0,996	3,4%	12%	94,1%
Acétone	1,00	1,3%	10%	98,2%
Alcool isopropylique	0,999	4,8%	14%	98,6%
Éther diéthylique	0,997	0,67%	9,9%	103%
Pentane normal	0,999	1,5%	10%	104%
Acétate de méthyle	0,997	0,55%	9,9%	101%
Chlorure de méthylène	1,00	0,96%	10%	102%
Méthyl éthyl cétone	1,00	1,7%	10%	101%
Hexane normal	0,991	1,8%	10%	103%
Acétate d'éthyle	0,994	1,4%	10%	103%
Chloroforme	0,999	0,93%	10%	100%
Tétrahydrofurane	0,998	1,9%	10%	101%
Alcool isobutylique	1,00	3,6%	12%	101%
Alcool butylique normal	1,00	2,1%	11%	99,2%
Benzène	1,00	3,6%	12%	99,3%
Acétate d'isopropyle	0,994	0,74%	9,9%	102%
Cyclohexane	0,996	0,56%	9,9%	104%
Méthyl propyl cétone	0,998	0,79%	9,9%	101%
Trichloroéthylène	0,999	0,78%	9,9%	101%
Acétate de propyle normal	0,995	0,91%	10%	101%
Heptane normal	0,993	0,71%	9,9%	104%
Méthyl isobutyl cétone	1,00	1,3%	10%	101%
Méthylcyclohexane	0,991	0,54%	9,9%	104%
Acétate de butyle secondaire	0,996	1,1%	10%	103%
Toluène	1,00	0,56%	9,9%	102%
Acétate d'isobutyle	0,995	0,69%	9,9%	104%
Perchloroéthylène	1,00	0,75%	9,9%	101%
Acétate de butyle normal	0,996	1,1%	10%	104%
Octane	0,999	0,63%	9,9%	104%
Éthylbenzène	1,00	0,53%	9,9%	101%
m,p-Xylènes	0,998	0,38%	9,8%	101%
Méthyl n-amyl cétone	1,00	1,1%	10%	101%
Styrène	1,00	3,0%	11%	64,1%
o-Xylène	0,999	0,43%	9,8%	101%
Acétate d'amyle normal	0,999	1,4%	10%	104%
Nonane	0,994	0,76%	9,9%	104%
Cumène	0,997	0,61%	9,9%	103%
1,3,5-Triméthylbenzène	1,00	0,74%	9,9%	101%
1,2,4-Triméthylbenzène	1,00	0,53%	9,9%	98,6%
1,2,3-Triméthylbenzène	1,00	0,62%	9,9%	96,2%

\* Ces données de validations ont été obtenues suite à la quantification en mode scan des chromatogrammes.

**ANNEXE VII**  
**Temps de rétention et ion de quantification des COV**

Composé	Temps de rétention app. (min)	Ion de quantification (m/z)	Ion de confirmation (m/z)
Alcool éthylique	2,07	31	45
Acétone	2,25	58	43
Alcool isopropylique	2,38	45	43
Éther diéthylique	2,47	59	74
Pentane normal	2,47	43	57
Acétate de méthyle	2,62	43	74
Chlorure de méthylène	2,63	84	86
Méthyl éthyl cétone	3,43	43	72
Hexane normal	3,88	86**	56
Acétate d'éthyle	3,88	88**	70
Chloroforme	3,90	83	85
Tétrahydrofurane	4,20	42	72
Alcool isobutylique	4,19	43	41
1,2-Dichloroéthane-d4*	4,34	65	102
Alcool butylique normal	4,98	56	41
Benzène	4,96	78	77
Acétate d'isopropyle	4,98	61	87
Cyclohexane	5,20	84	56
Méthyl propyl cétone	5,37	43	86
Trichloroéthylène	5,89	130	132
Acétate de propyle normal	6,21	61	73
Heptane normal	6,24	100**	71
Méthyl isobutyl cétone	6,79	100	85
Méthylcyclohexane	6,80	83**	98
Acétate de butyle secondaire	7,48	43	87
toluene-d8*	7,60	98	100
Toluène	7,70	91	92
Acétate d'isobutyle	7,83	43	56
Perchloroéthylène	8,95	166	164
Acétate de butyle normal	8,88	43	56
Octane	8,97	85	114
Chlorobenzène-d5*	9,68	117	119
Éthylbenzène	10,25	91	106
m,p-Xylènes	10,51	91	106
Méthyl n-amyl cétone	10,77	58	71
Styrène	10,93	104	103
o-Xylène	10,07	91	106
Acétate d'amyle normal	11,47	43	55
Nonane	11,60	57	85
Bromofluorobenzène*	11,66	174	176
Cumène	11,92	105	120
1,3,5-Triméthylbenzène	13,00	105	120
1,2,4-Triméthylbenzène	13,60	105	120
1,2,3-Triméthylbenzène	14,23	105	120

\* Étalon interne, \*\* Ion secondaire (Interférence chromatographique présente pour l'ion principal)