



Environnement  
Canada

Environment  
Canada



**Méthode de référence pour l'analyse  
du 2-butoxyéthanol (2-BE) et d'autres éthers glycoliques  
présents dans certains produits (nettoyants  
pour automobiles et nettoyants ménagers, peintures,  
décapants à peinture et solvants)**

**Section des analyses et de la qualité de l'air  
Division de la recherche sur la qualité de l'air  
Direction générale des sciences et de la technologie  
Environnement Canada**

**Septembre 2010**

**Canada**

## **Note au lecteur**

Les demandes relatives à l'utilisation de la présente méthode de référence doivent être adressées à la :

Section des analyses et de la qualité de l'air  
Division de la recherche sur la qualité de l'air  
Environnement Canada  
335, chemin River  
Ottawa (Ontario)  
Canada K1A 0H3

## **Avis d'examen**

La mention de marques de commerce ou de produits commerciaux dans ce rapport ne constitue pas une approbation de leur emploi de la part d'Environnement Canada.

ISBN 978-1-100-96259-7  
No de cat. En14-33/2010F-PDF

Le contenu de cette publication ou de ce produit peut être reproduit en tout ou en partie, et par quelque moyen que ce soit, sous réserve que la reproduction soit effectuée uniquement à des fins personnelles ou publiques mais non commerciales, sans frais ni autre permission, à moins d'avis contraire.

On demande seulement :

- de faire preuve de diligence raisonnable en assurant l'exactitude du matériel reproduit;
- d'indiquer le titre complet du matériel reproduit et l'organisation qui en est l'auteur;
- d'indiquer que la reproduction est une copie d'un document officiel publié par le gouvernement du Canada et que la reproduction n'a pas été faite en association avec le gouvernement du Canada ni avec l'appui de celui-ci.

La reproduction et la distribution à des fins commerciales est interdite, sauf avec la permission écrite de l'administrateur des droits d'auteur de la Couronne du gouvernement du Canada, Travaux publics et Services gouvernementaux (TPSGC). Pour de plus amples renseignements, veuillez communiquer avec TPSGC au 613-996-6886 ou à [droitdauteur.copyright@tpsgc-pwgsc.gc.ca](mailto:droitdauteur.copyright@tpsgc-pwgsc.gc.ca).

© Sa Majesté la Reine du chef du Canada représentée par le ministre de l'Environnement, 2010

Also available in English

## Table des matières

1. INTRODUCTION .....	1
2. ABRÉVIATIONS .....	2
3. PORTÉE ET APPLICATION .....	4
4. RÉSUMÉ DE LA MÉTHODE .....	4
4.1 Échantillons liquides .....	4
4.2 Échantillons en aérosols .....	4
4.3 Dilution finale .....	4
5. CONTAMINATION ET INTERFÉRENCES .....	4
6. SÉCURITÉ .....	5
7. DÉFINITIONS .....	5
7.1 Solution d'étalonnage .....	5
7.2 Solution d'étalon de contrôle .....	5
7.3 Substance analogue (ou analogue) .....	6
7.4 Étalon de récupération .....	6
7.5 Blanc de solvant .....	6
7.6 Blanc de méthode .....	6
7.7 Échantillon témoin .....	6
7.8 Duplicata .....	6
8. APPAREILS, RÉACTIFS ET FOURNITURES .....	6
8.1 Appareils et fournitures .....	6
8.2 Verrerie .....	7
8.3 Réactifs et matériaux .....	7
8.4 Préparation de la verrerie .....	8
9. VALIDATION DE LA PERFORMANCE .....	8
9.1 Précision et exactitude de la méthode .....	8
9.2 Récupération des étalons .....	8
9.3 Validation de la performance .....	8
9.4 Échantillons témoins .....	9
10. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS .....	9
10.1 Échantillons liquides .....	9
10.2 Échantillons d'aérosols .....	10
11. APPAREILLAGE ET CONDITIONS DE FONCTIONNEMENT .....	11
11.1 Chromatographie en phase gazeuse .....	11
11.2 Spectrométrie de masse .....	11
11.3 Étalonnage .....	12
12. CALCULS .....	14
12.1 FRR de l'analyte naturel .....	14
12.2 FRR de la solution étalon analogue .....	15
12.3 Concentration de l'analyte .....	15
12.4 Pourcentage de récupération de l'étalon analogue .....	15
13. ASSURANCE DE LA QUALITÉ .....	16
13.1 Étalonnage .....	16
13.2 Étalons de vérification de l'étalonnage .....	16
13.3 Vérification quotidienne de l'étalonnage .....	16
13.4 Enrichissement des échantillons .....	16
13.5 Récupération des étalons marqués .....	16
13.6 Correction en fonction de la récupération .....	16
13.7 Confirmation de la présence d'analytes cibles .....	16
13.8 Blancs de méthode .....	16
13.9 Échantillons témoins .....	16
13.10 Duplicata .....	17
14. VALIDATION DE LA MÉTHODE .....	17
14.1 Objectifs .....	17
14.2 Conception de l'essai .....	17
14.3 Résultats et analyse .....	17

## ANNEXE

### TABLEAUX, FIGURES ET PHOTOS

Tableau 1 :	Limites de concentration du 2-butoxyéthanol dans les produits .....	23
Tableau 2 :	Noms communs et abréviations de certains éthers glycoliques .....	24
Tableau 3 :	Propriétés physiques de certains éthers glycoliques .....	25
Tableau 4 :	Intensité relative et temps de rétention prévu des ions contrôlés de certains éthers glycoliques.....	26
Tableau 5 :	Concentration des solutions d'étalonnage pour l'analyse des éthers glycoliques ....	27
Tableau 6 :	Linéarité de l'étalonnage .....	28
Tableau 7 :	Limite de détection de l'appareil, limite de détection de la méthode et limite dedosage pour les produits à base d'eau et d'huile .....	29
Tableau 8 :	Précision des mesures des éthers glycoliques présents dans les échantillons liquides .....	30
Tableau 9 :	Précision des mesures des éthers glycoliques présents dans les échantillons d'aérosols .....	31
Tableau 10 :	Récupération des éthers glycoliques des produits à matrice liquide .....	32
Tableau 11 :	Récupération des éthers glycoliques des échantillons d'aérosols.....	33
Tableau 12 :	Concentration d'éthers glycoliques dans certains produits.....	34
Tableau 13 :	Incertitude de l'analyse des produits.....	35
Figure 1 :	Exemple de chromatogramme des éthers glycoliques .....	36
Figure 2.1 :	Courbes d'étalonnage pour certains éthers glycoliques .....	37
Figure 2.2 :	Courbes d'étalonnage pour certains éthers glycoliques .....	38
Figure 2.3 :	Exemples de courbes d'étalonnage d'éthers glycoliques .....	39
Photo 1 :	Buse et aiguille pour le prélèvement d'aérosols .....	40
Photo 2 :	Tube et aiguille pour le prélèvement d'aérosols .....	40

# 1 INTRODUCTION

La présente méthode d'analyse a été conçue à l'appui de l'application du *Règlement sur le 2-butoxyéthanol* publié dans la Partie II de la *Gazette du Canada* le 27 décembre 2006. Ce règlement limite la concentration de 2-butoxyéthanol (2-BE)-dans les produits figurant à la colonne 1 de l'annexe 1 destinés à être utilisés à l'intérieur. La méthode est axée sur la mesure, aux pourcentages indiqués dans le *Règlement*, du 2-butoxyéthanol (2-BE) et d'autres éthers glycoliques courants présents dans des produits à utiliser à l'intérieur, surtout des nettoyeurs ménagers, des peintures, des décapants à peinture et des solvants. Le présent rapport donne de l'information détaillée, notamment sur la préparation des échantillons, l'utilisation des techniques de la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse et de la dilution isotopique (étalons et analogues marqués au carbone 13 [ $^{13}\text{C}$ ] et au deutérium [d]) pour la détection et la quantification des échantillons, ainsi que sur les mesures d'assurance de la qualité nécessaires à l'obtention de résultats fiables.

La méthode est présentée dans un cadre axé sur la performance. Les procédures obligatoires, imprimées en caractères gras soulignés, doivent être suivies. Les autres procédures peuvent être modifiées par l'utilisateur. Il est essentiel de valider la performance analytique de la méthode utilisée avant de procéder à l'analyse des échantillons.

**L'application de la méthode de référence à des essais de conformité exige le respect strict de toutes les marches à suivre obligatoires. Tout au long du rapport, ces procédures obligatoires sont mises en relief par l'utilisation des caractères gras et du soulignement. Le fait de s'en écarter pouvant avoir pour effet d'invalider les résultats des essais, toute modification doit être autorisée par écrit par Environnement Canada avant le début des essais. Si des modifications sont apportées sans autorisation préalable, la validité des résultats obtenus devra être déterminée, au cas par cas, par Environnement Canada.**

## 2 ABRÉVIATIONS

### Composés chimiques

$^{13}\text{C}_2\text{-BE}$	2-butoxyéthanol marqué au $^{13}\text{C}_2$
2-BE	2-butoxyéthanol (éther monobutylique de l'éthylèneglycol)
2-EE	2-éthoxyéthanol (éther monoéthylique de l'éthylèneglycol)
2-HE	2-hexoxyéthanol
2-ME	2- méthoxyéthanol (éther monométhylique de l'éthylèneglycol)
2,2-BEE	2-(2-butoxyéthoxy)éthanol (éther diméthylique du diéthylèneglycol)
$\text{CH}_3\text{OH}$	méthanol
$\text{CH}_2\text{Cl}_2$	dichlorométhane
$\text{d}_7\text{-ME}$	2-méthoxyéthanol marqué au $\text{d}_7$
DCM	dichlorométhane
DPGME	éther monométhylique du dipropylèneglycol
EBPG	éther butylique du propylèneglycol
EEE	2-(2-éthoxyéthoxy)éthanol (éther monoéthylique du diéthylèneglycol)
EMPG	éther méthylique du propylèneglycol
EPPG	éther propylique du propylèneglycol
EMTPG	éther méthylique du tripropylèneglycol
GMF	microfibres de verre
HEE	2-(2-hexoxyéthoxy)éthanol
MEE	2-(2-méthoxyéthoxy)éthanol (éther monométhylique du diéthylèneglycol)
PE	2-phénoxyéthanol
PFTBA	perfluorotributylamine (ajustement et étalonnage du SM)
PTFE	polytétrafluoroéthylène

## Autres

BC	balayage complet
CG-SM	chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse
CQE	contrôle quotidien de l'étalonnage
DI	dilution isotopique
DSM	détecteur sélectif de masse
EI	étalon interne
EPS	extraction en phase solide
ER	étalon de récupération
ET	écart type de l'échantillon
ETR	écart type relatif (ou « coefficient de variation »)
FRR	facteur de réponse relatif
$\overline{FRR}$	facteur de réponse relatif moyen des FRR calculés
$FRR_{CQE}$	facteur de réponse relatif du contrôle quotidien de l'étalonnage
IE	impact électronique (ionisation)
LCPE (1999)	<i>Loi canadienne sur la protection de l'environnement (1999)</i>
LD	limite de dosage
LDA	limite de détection de l'appareil
LDM	limite de détection de la méthode
mL	millilitre, $10^{-3}$ litre
m/m	rapport masse/masse
m/z	rapport masse/charge ionique
µg	microgramme ( $10^{-6}$ gramme)
ng	nanogramme ( $10^{-9}$ gramme)
pg	picogramme ( $10^{-12}$ gramme)
ppm	partie par million ( $10^{-6}$ )
QA	quantité de l'ajout (quantité d'analyte ajoutée pour enrichir l'échantillon)
SIM	mode ions sélectifs
SM	spectromètre de masse
VM	valeur moyenne (moyenne arithmétique)
v/v	rapport volume/volume

### 3 PORTÉE ET APPLICATION

La méthodologie d'analyse décrite dans la présente méthode s'applique au dosage du 2-butoxyéthanol (2-BE) présent dans les nettoyants ménagers, les peintures, les décapants à peinture et les solvants, cela aux concentrations (tableau 1) indiquées dans le *Règlement sur le 2-butoxyéthanol*, pris en application de la *Loi canadienne sur la protection de l'environnement* (1999) [LCPE (1999)] et publié dans la Partie II de la *Gazette du Canada* (vol. 140, n° 26, 2006). La méthode peut aussi être appliquée à l'analyse d'autres éthers glycoliques courants mentionnés dans le tableau 2, car elle convient à cette fin.

### 4 RÉSUMÉ DE LA MÉTHODE

La préparation des échantillons est fonction de la matrice dans laquelle se trouve la substance. Des techniques différentes sont proposées pour les matrices liquides (section 4.1) et aérosols (section 4.2). Une étape de dilution commune (section 4.3) est cependant utilisée pour les deux types de matrice.

**4.1 Échantillons liquides :** Un petit volume d'échantillon (de 0,5 mL à 1 mL) du produit à analyser est prélevé du contenant. Il est ensuite pesé et enrichi avec un analogue de BE marqué au  $^{13}\text{C}_2$  ( $^{13}\text{C}_2$ -BE) de façon à obtenir une concentration de 1 000 ppm. L'échantillon est ensuite homogénéisé, et on le laisse se stabiliser pendant une heure environ.

**4.2 Échantillons en aérosols :** Un petit volume d'échantillon (de 100 mg à 500 mg) est injecté à travers le septum dans un flacon scellé de 20 mL contenant 4 000 mg (~ 5 mL) de méthanol. Après avoir déterminé le rapport de masse échantillon/méthanol, on ajoute, à l'échantillon, l'analogue  $^{13}\text{C}_2$ -BE de façon à obtenir une concentration qui, après dilution finale, sera la même que celle de la solution d'étalonnage (1 ppm). Par exemple, un échantillon de 100 mg est ajouté à 3 900 mg de méthanol, ce qui donne un rapport échantillon/méthanol de 1/40. Dans ce cas, il faut ajouter 100 µg de  $^{13}\text{C}_2$ -BE pour obtenir une concentration de 1 ppm après dilution finale (section 4.3).

**4.3 Dilution finale :** Un petit sous-échantillon (de 5 µL à 10 µL) de l'échantillon enrichi (avec l'analogue) est prélevé et mélangé avec du méthanol de façon à obtenir une dilution finale de 1:1000. On y ajoute ensuite une quantité connue de l'étalon de récupération ( $d_7$ -ME). L'échantillon, en entier ou en partie, est alors transféré dans un filtre sans seringue Mini-UniPrep de Whatman (0,4 mL, pores de 0,2 µm) et analysé par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM) en mode d'impact électronique (IE) (c.-à-d. en mode d'ionisation par IE). Il est recommandé d'utiliser une combinaison du mode de balayage complet et du mode ions sélectifs (BC/SIM) afin de mieux identifier (BC) et quantifier (SIM) le composé cible.

**Remarque :** Avant de procéder au calcul de la concentration, il faut que l'abondance des analytes cibles soit corrigée pour la dérive de l'appareil et la perte d'échantillon en appliquant des procédures appropriées de correction concernant l'utilisation des étalons internes (EI) et la dilution due aux analogues marqués aux isotopes (DI). En réalité, les résultats finaux seront automatiquement corrigés pour ce qui est de l'instabilité de l'appareil et de la récupération de l'analogue.

Afin que les résultats finaux relatifs aux analogues et aux étalons marqués au deutérium soient présentés conformément aux dispositions du *Règlement* (p. ex., en pourcentage [m/m]), **toutes les étapes de la préparation des échantillons (sections 10.1 et 10.2) doivent être faites en mode gravimétrique.** Des volumes sont indiqués dans le présent document afin de faciliter la présentation de la marche à suivre, mais tous les calculs doivent être fondés sur la masse de l'échantillon.

### 5 CONTAMINATION ET INTERFÉRENCES

On compte, parmi les sources d'interférences, les impuretés présentes dans les étalons, les composés analogues, les solvants et la verrerie, des concentrations de niveau de fond élevées dans la matrice de l'échantillon et la contamination croisée. Les seringues doivent être rincées à fond avec des solvants (eau distillée et méthanol) immédiatement après leur utilisation. Toute la verrerie doit être rincée avec des solvants peu après son utilisation et ensuite lavée à l'aide d'une solution de détergent avant d'être rincée au solvant pour en retirer la plus grande partie des contaminants (section 8.4). Il est recommandé d'utiliser une étuve à vide pour le séchage de la verrerie avant sa réutilisation.



En raison de la nature de la matrice de l'échantillon, les interférences dues à l'échantillon varieront selon la source. Ces interférences peuvent égaler ou surpasser la concentration de l'analyte et elles doivent donc être éliminées ou réduites pour assurer une quantification fiable des analytes cibles. La marche à suivre décrite dans la présente méthode ne permet de réduire qu'une partie des interférences. Il est toujours possible de trouver des matrices d'échantillon où les interférences sont tellement importantes qu'elles masquent la réponse de l'analyte. Dans ce cas, il faut appliquer une procédure d'épuration propre à la matrice.

Il faut tenir compte des interférences dues aux ions au moment du choix des ions de contrôle afin d'éliminer ou de réduire l'apport des ions d'autres analytes cibles. Par exemple, les ions de la plus haute intensité dans le 2-BE naturel et son analogue marqué,  $^{13}\text{C}_2\text{-BE}$ , présentent tous deux un rapport masse/charge de l'ion (m/z) de 57 et ne peuvent donc pas servir d'ions de contrôle étant donné le recoupement de leur temps de rétention et de leur apport ionique important. Il faut donc opter, dans ce cas, pour les ions présentant la plus faible intensité qui ont l'apport ionique le moins important.

L'utilisation d'étalons analogues marqués contenant des analytes natifs sous forme d'impuretés peut aussi donner lieu à des interférences. Ces étalons doivent être évalués avant leur utilisation dans le traitement de l'échantillon afin de tenir compte de l'apport natif. Les concentrations d'analytes provenant des apports des étalons analogues marqués doivent être soustraites de tous les échantillons analysés.

## 6 SÉCURITÉ

Tout travail d'analyse, y compris la préparation, la manipulation et l'entreposage de tous les échantillons, doit être effectué dans un laboratoire ventilé et disposant de l'appareillage approprié.

Les personnes y travaillant doivent porter des vêtements protecteurs, ce qui comprend, au minimum, des lunettes de sécurité, un sarrau de laboratoire et des gants jetables. Le code de sécurité en vigueur doit être respecté.

Un soin particulier est de rigueur pour la manipulation des échantillons d'aérosols. Les contenants d'aérosols sont sous pression et peuvent rapidement expulser un volume relativement important de produit s'ils sont manipulés de façon incorrecte ou négligente. L'analyse n'exige qu'un petit échantillon d'aérosol (section 10.2). Il faut éviter d'injecter un volume trop important dans un flacon scellé par un septum. Une suppression de l'échantillon donne lieu à des pertes qui invalident les calculs de masse et réduisent l'exactitude de l'analyse. La suppression peut aussi provoquer la sortie d'une partie de l'échantillon à travers le septum percé et ainsi constituer un danger, évitable, pour l'utilisateur.

Seules des personnes expérimentées, formées et connaissant les dangers que présentent toutes les substances chimiques utilisées pour le traitement des échantillons devraient participer aux analyses.

## 7 DÉFINITIONS

**7.1 Solutions d'étalonnage :** Solution contenant le composé analogue, l'étalon de récupération et le composé cible, aux différentes concentrations couvrant toute la plage d'utilisation de l'appareil. Les solutions d'étalonnage servent au calcul du ou des facteurs de réponse relatifs moyens du premier étalonnage.

**7.2 Solution d'étalon de contrôle :** Solution d'étalonnage dont la concentration s'approche du point central de la plage des concentrations étalonnée. Elle sert à vérifier l'étalonnage initial.

- 7.3 Substance analogue (ou analogue) :** Composé dont le comportement prévu est semblable à celui des composés analysés. Il n'existe pas à l'état naturel dans l'environnement (marquage par isotope stable) et peut donc servir à suivre l'efficacité de récupération des processus d'analyse utilisés dans la méthode. Il est ajouté aux échantillons en une quantité connue avec exactitude au début de leur préparation.
- 7.4 Étalon de récupération :** Composé ajouté à l'échantillon en une quantité connue avec exactitude tout juste avant l'analyse par l'appareil. Il sert de référence au suivi de la performance et de la stabilité du système ainsi qu'au calcul de la récupération de l'analogue. Il est de préférence similaire au composé analysé (marquage par isotope stable), mais différent de l'analogue.
- 7.5 Blanc de solvant :** Solvant utilisé pendant la préparation de l'échantillon auquel on a ajouté un étalon interne. Ce blanc est analysé pour démontrer que les solvants et la verrerie utilisés pour la préparation de l'échantillon sont exempts de composés pouvant brouiller les résultats de l'analyse.
- 7.6 Blanc de méthode :** Solvant utilisé pour la dilution de l'échantillon, mais avec ajout de l'analogue, qui suit toutes les étapes de la préparation. Il est utilisé pour démontrer l'absence de contamination croisée ainsi que d'autres composés pouvant brouiller les résultats de l'analyse des analytes visés.
- 7.7 Échantillon témoin :** Échantillon de solvant de la plus grande pureté possible auquel on a ajouté une quantité connue du composé naturel et de l'analogue marqué. Il est analysé pour évaluer en continu la précision et l'exactitude.
- 7.8 Duplicata :** Deux parties de l'échantillon qui sont analysées pour démontrer la répétabilité des modes de préparation et d'analyse des échantillons (précision).

## 8 APPAREILS, RÉACTIFS ET FOURNITURES

### 8.1 Appareils et fournitures

- 8.1.1 Chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse (voir la section 11 pour obtenir plus de détails).
- 8.1.2 Balance électronique à une précision d'au moins 0,1 mg.
- 8.1.3 Pipettes: électroniques ou mécaniques d'une capacité de 100  $\mu\text{L}$  à 1 000  $\mu\text{L}$  et embouts d'une capacité de 100  $\mu\text{L}$  à 1 000  $\mu\text{L}$ .
- 8.1.4 Seringues pour chromatographie : 5  $\mu\text{L}$ , 10  $\mu\text{L}$  et 100  $\mu\text{L}$  pour l'injection de l'échantillon et la préparation des étalons.

## 8.2 Verrerie

- 8.2.1 Fioles jaugées : 5 mL, 10 mL et 15 mL.
- 8.2.2 Pipettes Pasteur : 22 cm, jetables, en verre.
- 8.2.3 Flacons : de 3 mL à 20 mL de capacité, en verre transparent et ambré, à bouchon vissé à septum revêtu de téflon pour la préparation des étalons et des échantillons.
- 8.2.4 Flacons pour auto-échantillonneur : filtres sans seringue Mini-UniPrep de Whatman, à pores de 0,45  $\mu\text{m}$  (membrane en microfibrilles de verre [GMF]) ou à pores de 0,2  $\mu\text{m}$  (membrane en polytétrafluoroéthylène [PTFE]), flacons standard de 1,5 mL en verre, flacons à inserts de 0,2 mL en verre et de taille standard.

## 8.3 Réactifs et matériaux

- 8.3.1 **Étalons** : 2-BE, 2-ME, 2-EE, 2-HE, HEE, BEE, EEE, MEE, EMDPG, PE, EBP, EMPG, EPPG et ETPG offerts dans le commerce par plusieurs fournisseurs et présentant une pureté d'au moins 98 %. Les étalons et les analogues marqués aux isotopes ( $^{13}\text{C}_2$ -BE,  $\text{d}_7$ -ME) peuvent être obtenus auprès de la société CDN Isotopes et peut-être d'autres fournisseurs agréés ISO 9001.
- 8.3.2 **Entreposage des étalons** : Toutes les solutions étalons doivent être conservées dans des flacons scellés et être réfrigérées à  $\leq 4^\circ\text{C}$ , sauf au moment de leur utilisation. Les laisser atteindre la température ambiante avant de les utiliser.
- 8.3.3 **Préparation des étalons** : Chaque fois que cela est possible, les solutions étalons doivent être préparées à partir de solutions mères obtenues auprès de fournisseurs de bonne réputation qui sont accrédités ISO 9001. À défaut de telles solutions, les étalons doivent être préparés par méthode gravimétrique à partir de composés purifiés (à au moins 98 %) acquis de fournisseurs accrédités. Avant d'utiliser les étalons, leur identité **doit être** confirmée par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM). Les étalons récemment acquis ou préparés doivent être vérifiés en les comparant avec la solution étalon utilisée antérieurement.

La marche à suivre ci-après s'applique à la préparation de toutes les solutions étalons mères et de tous les mélanges obtenus par dilution secondaire des solutions étalons (analyte cible, analogues et étalon de récupération) :

8.3.3.1 **Solutions mères** : Les solutions mères sont préparées à partir de composés pour étalons purifiés (purs à au moins 98 %). La préparation des solutions est facilitée par la connaissance des propriétés physiques de base des éthers glycoliques, dont certaines sont présentées dans le tableau 3. Chaque composé, après avoir été équilibré à la température ambiante, est transféré de façon quantitative dans une fiole jaugée tarée. Après chaque transfert, la quantité exacte du composé ajouté est déterminée de façon gravimétrique. Une fois tous les transferts effectués, le solvant est ajouté jusqu'au trait gradué. La solution mère est homogénéisée, puis on la laisse se stabiliser pendant quelques minutes avant de la transférer dans des flacons ambrés à bouchons vissés munis d'un septum recouvert de téflon pour en permettre l'entreposage prolongé. Il faut veiller à réduire au minimum les pertes de solvant par évaporation durant toute la préparation. Sauf pendant le court moment de l'ajout d'un composé, les fioles jaugées doivent toujours être bouchées. La masse de la fiole doit être vérifiée avant et après chaque transfert. La préparation de la solution mère doit être réalisée sans pause ni retard. Le méthanol est le solvant recommandé pour les éthers glycoliques.

8.3.3.2 **Mélanges étalons** : Les mélanges étalons sont préparés à partir des solutions

mères en réunissant un volume connu de chaque solution mère et en ajoutant un solvant pour obtenir le volume final souhaité. Chaque mélange est préparé à l'aide du même solvant qui a été utilisé pour la solution mère. Le volume final se situe généralement entre 10 mL et 20 mL. Le flacon est ensuite bouché et agité pendant au moins une minute pour assurer l'homogénéité de la solution avant son utilisation.

**8.3.3.3 Solutions d'étalonnage :** Les solutions d'étalonnage sont préparées à partir des mélanges étalons ou de solutions mères obtenus en réunissant les volumes requis des solutions étalons analogues et du composé naturel et en ajoutant du solvant pour obtenir la concentration finale souhaitée. Les solutions d'étalonnage sont préparées dans des flacons propres, et leur volume se situe généralement entre 1 mL et 10 mL. Les flacons sont ensuite bouchés et agités pour garantir l'homogénéité de la solution avant son utilisation. Des solutions d'étalon de contrôle devraient être préparées chaque jour pour la vérification de la courbe d'étalonnage. Afin d'obtenir le maximum d'exactitude et de précision, il est recommandé que le rapport de la réponse de l'étalon de récupération et de l'analogue approche la valeur de 1.

**8.3.4 Solvants :** Tous les solvants doivent être de la plus grande pureté possible, de la catégorie des produits distillés sous verre ou supérieure. Les solvants utilisés sont entre autres le méthanol et le dichlorométhane.

**8.3.5 Gaz :** Azote et hélium sous pression d'une grande pureté.

## **8.4 Préparation de la verrerie**

Toute la verrerie réutilisable doit être nettoyée méticuleusement le plus tôt possible après son utilisation. Les articles doivent être rincés à plusieurs reprises avec le dernier solvant qu'ils ont contenu. Ce rinçage doit être suivi d'un lavage au lave-vaisselle avec une solution détergente chaude ainsi que de rinçages successifs à l'eau chaude, à l'eau désionisée, à l'acétone (trois volumes de 5 mL) et à l'hexane (trois volumes de 5 mL). Les articles fortement contaminés doivent être laissés à tremper toute une nuit ou être traités dans un bain ultrasonique avec un détergent. Il faut veiller à ne pas égratigner la surface interne des articles si l'on utilise une brosse. Les articles de verre sont ensuite séchés à l'air ou dans une étuve avant d'être entreposés dans un lieu exempt de contaminants.

## **9 VALIDATION DE LA PERFORMANCE**

**9.1 Précision et exactitude de la méthode : Avant de procéder à l'analyse d'échantillons, le laboratoire doit faire la démonstration de sa capacité d'obtenir une précision et une exactitude acceptables en validant sa performance de la façon suivante : trois échantillons enrichis, avec une matrice semblable aux échantillons à analyser, doivent être préparés, traités et analysés de la même façon que les échantillons à analyser. Les échantillons de validation doivent être enrichis de la façon suivante :**

**9.1.1 La concentration d'analyte cible enrichi doit approcher la concentration établie par réglementation ou se situer entre le bas et le centre de la plage de concentrations des solutions d'étalonnage utilisées (tableau 5).**

**9.2 Récupération des étalons : Le taux de récupération des étalons analogues marqués de chaque échantillon doit se situer entre 40 % et 130 %. Le taux de récupération du composé cible pour chacun des trois échantillons doit se situer entre 75 % et 120 % de la valeur réelle.**

**9.3 Validation de la performance : Aucun échantillon ne doit être analysé avant que des résultats acceptables n'aient été obtenus pour l'essai de validation de la performance. Cet essai devrait être répété chaque fois que le processus d'extraction ou d'épuration est modifié, que**

**l'analyste est remplacé ou qu'un essai de validation de la performance n'a pas été effectué au cours des six mois précédents.**

**9.4 Échantillons témoins : Les valeurs obtenues des échantillons témoins peuvent être utilisées en remplacement d'une répétition de l'essai de validation tous les six mois, mais seulement si les conditions ci-après sont respectées :**

9.4.1 Au moins trois échantillons témoins ont été analysés au cours des six derniers mois.

9.4.2 La valeur de récupération moyenne corrigée de l'analyte de tous les échantillons témoins analysés au cours des six mois précédents se situe entre 75 % et 120 % de la valeur réelle.

9.4.3 La valeur de récupération moyenne des étalons analogues de tous les échantillons témoins analysés au cours des six mois précédents se situe entre 75 % et 120 % de la valeur réelle.

## **10 PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS**

### **10.1 Échantillons liquides**

10.1.1 Transvaser une quantité connue d'échantillon (de 0,5 g à 1 g) dans un flacon de verre à bouchon vissé de 1,5 mL. Vérifier la quantité d'échantillon à l'aide d'une balance. Ajouter à l'échantillon l'analogue marqué  $^{13}\text{C}_2\text{-BE}$  de façon à obtenir une concentration finale de 1 ppm dans l'échantillon dilué. Il peut s'avérer nécessaire de diluer les échantillons présentant une concentration élevée de 2-BE et de corriger en conséquence la concentration de l'analogue. Boucher le flacon à l'aide d'un bouchon vissé à septum recouvert de téflon et mélanger pendant une ou deux minutes à l'aide d'un mélangeur de type vortex. Laisser la solution se stabiliser pendant une heure.

10.1.2 Prélever un petit sous-échantillon (de 2  $\mu\text{L}$  à 10  $\mu\text{L}$ ) de l'échantillon contenant l'analogue marqué, calculer la masse de l'ajout et mélanger avec un solvant pour obtenir une dilution de 1:1000. Ajouter l'étalon de récupération  $d_7\text{-ME}$  pour obtenir une concentration de 1 ppm et bien homogénéiser. Bien fermer le flacon et laisser la solution se stabiliser pendant quelques minutes. Nous avons utilisé pour nos essais un sous-échantillon de 2  $\mu\text{L}$  dilué à 2 mL avec du méthanol dans un flacon de verre standard pour auto-échantillonneur de 2,5 mL.

10.1.3 Transvaser 0,3 mL environ de l'échantillon dilué dans un filtre sans seringue Mini-UniPrep de Whatman (capacité de 0,4 mL) avec membrane PTFE à pores de 0,2  $\mu\text{m}$ . Insérer le piston et le pousser au fond pour fermer le flacon. Veiller à ne pas trop remplir le flacon, car il y aura débordement pendant la filtration et possibilité de contamination.

10.1.4 Placer les flacons contenant les échantillons filtrés dans l'auto-échantillonneur pour l'analyse par CG-SM. Ces flacons peuvent être utilisés dans tout auto-échantillonneur prévu pour des flacons de 12 mm x 32 mm. Ne pas conserver d'échantillons dans les flacons, car ils ne sont pas étanches aux gaz.

#### **10.1.5 Remarques**

- Solvants : Il est recommandé d'utiliser le méthanol comme solvant, car il s'est avéré donner les meilleurs résultats en CG-SM. Le dichlorométhane (DCM) peut aussi être utilisé au besoin (p. ex., si la récupération de l'analogue de la matrice de l'échantillon s'avère insatisfaisante).
- Filtres sans seringue de Whatman : Il est recommandé d'utiliser les membranes filtrantes en PTFE à pores de 0,2  $\mu\text{m}$ , car elles ont permis d'obtenir les meilleurs résultats. Les

membranes en verre filtrantes GMF à pores de 0,45 µm peuvent aussi être utilisées, car leur rendement a été satisfaisant dans la majorité des cas.

## 10.2 Échantillons d'aérosols

10.2.1 Examiner le contenant d'aérosol et déterminer la meilleure façon d'effectuer un transfert sans dégâts. Retirer la buse. Si la buse est fixée sur un tube de sortie accessible, insérer par-dessus un court tube de Tygon qui s'y fixera fermement. Fixer une aiguille hypodermique en acier inoxydable à l'autre bout du tube. Si le tube de sortie du contenant est inaccessible, il pourra s'avérer nécessaire de fixer l'aiguille directement dans la buse. Pour ce faire, couper une partie de l'aiguille et forer un trou dans la buse pour l'y insérer. S'assurer que l'aiguille est fermement fixée, sinon l'aérosol s'échappera par l'aiguille et autour de celle-ci, ce qui est **inacceptable**. Des exemples sont donnés dans les photos 1 et 2.

Les aiguilles de calibres 26 à 30 (de 0,5 à 0,3 mm de diamètre externe) donnent généralement de bons résultats. Les aiguilles plus grosses sont à éviter, car il arrive qu'elles ne permettent pas au septum du flacon de l'échantillon de se refermer adéquatement après avoir été percé.

10.2.2 Préparer un flacon en verre pour auto-échantillonneur de 20 mL et le peser avec le bouchon et le septum qui seront utilisés pour le fermer. Y verser 4 000 mg (~ 5 mL) de méthanol, boucher le flacon et le peser de nouveau pour déterminer la masse du solvant.

10.2.3 Suivre les directives sur la bombe aérosol et agiter le contenant pendant la période indiquée pour que le contenu soit bien mélangé avec le gaz propulseur. Y fixer le tube ou la buse avec l'aiguille tel qu'il est indiqué plus haut.

10.2.4 Percer avec soin le septum du flacon de solvant avec l'aiguille et presser doucement sur le tube de sortie du récipient d'aérosol pour en obtenir un petit échantillon. Retirer l'aiguille, agiter doucement l'échantillon et le solvant et effectuer une pesée pour déterminer la quantité d'échantillon ajoutée. Ne pas trop emplir le flacon, un court jet ou deux sont habituellement suffisants. Une trop forte injection se traduira par une trop grande pression dans le flacon et donc par des pertes à travers le septum.

10.2.5 Après vérification de la masse d'aérosol de l'échantillon, ajouter, à travers le septum, de l'étalon analogue  $^{13}\text{C}_2\text{-BE}$  de façon à obtenir une concentration finale après dilution (section 10.2.6) de 1 ppm. Dans le cas d'échantillons présentant des concentrations élevées de 2-BE, il pourra s'avérer nécessaire de les diluer et de corriger en conséquence la concentration de l'étalon analogue. Agiter et laisser l'échantillon se stabiliser.

10.2.6 Retirer à travers le septum, à l'aide d'une seringue pour chromatographie, une petite quantité de l'échantillon liquide du flacon et la mélanger avec du méthanol afin d'obtenir une dilution finale de l'aérosol de 1:1 000. Par exemple, si l'échantillon contient 100 mg d'aérosol dans 3 900 mg de méthanol, il est déjà dilué à 1:40. Il faut donc le diluer par un facteur de 25 (p. ex., de 10 µL à 240 µL de méthanol) pour obtenir une dilution finale de 1:1 000.

10.2.7 Ajouter, à l'échantillon dilué (1:1 000), l'étalon de récupération à une valeur de 1 ppm avant l'analyse.

### 10.2.8 Remarques :

- Une pipette jaugée peut être utilisée pour mesurer des volumes de solvant supérieurs à 100 µL. Une seringue pour chromatographie jaugée doit être utilisée pour les volumes de 100 µL et moins.
- La concentration de l'ajout de l'étalon analogue et de l'étalon de récupération peut varier entre 1 ppm et 10 ppm, mais elle doit être constante pour un même lot d'échantillons et de solutions d'étalonnage.

- Des blancs de méthode sont analysés pour chaque lot d'échantillons comportant jusqu'à dix échantillons.
- Des échantillons témoins pour la méthode et des réplicats sont analysés pour chaque lot comportant jusqu'à 20 échantillons.

## 11 APPAREILLAGE ET CONDITIONS DE FONCTIONNEMENT

### 11.1 Chromatographie en phase gazeuse

11.1.1 **Appareil** : HP 6890 GC à interface directe avec le détecteur sélectif de masse (DSM).

11.1.2 **Gaz vecteur** : hélium.

11.1.3 **Injection** : 1  $\mu$ L, sans division du débit.

11.1.4 **Injecteur** : avec ou sans division du débit, à 260 °C, purge du gaz par l'orifice de purge après trois minutes, débit de purge de 30 mL/min.

11.1.5 **Colonne** : DB-624, 60 m x 0,32 mm DI, épaisseur de pellicule de 1,80  $\mu$ m. Débit constant du gaz vecteur de 1,5 mL/min, pression initiale à l'entrée de 8,72 psi, sortie DSM.

11.1.6 **Température du four** : 40 °C maintenue pendant 2 min, 6 °C/min jusqu'à 140 °C, 12 °C/min jusqu'à 250 °C maintenue pendant 2,17 min. Durée totale de 30 min.

11.1.7 **Interface CG-SM** : 290 °C.

### 11.2 Spectrométrie de masse

11.2.1 **Appareil** : HP 5973N (DSM).

11.2.2 **Paramètres de fonctionnement du DSM** : température de la source de 230 °C, température du quadropôle de 150 °C.

11.2.3 **Mode de détection** : ionisation par impact électronique à 70 eV en mode combiné balayage complet/ions sélectifs (BC/SIM).

11.2.4 **Réglage de l'appareil** : L'obtention de données valides repose sur une utilisation et un étalonnage adéquats du spectromètre de masse. La vérification des fuites éventuelles et le réglage du DSM sont réalisés de façon régulière avant l'analyse des échantillons afin de contrôler la performance du système et d'optimiser l'appareil pour la détection de l'analyte. Les modalités du réglage sont particulières à chaque appareil, et l'analyste doit consulter les manuels d'utilisation du fabricant. Le HP 5973N est réglé en utilisant de la perfluorotributylamine (PFTBA).

11.2.5 **Mode d'acquisition** : Un programme d'acquisition à étapes multiples dont les durées sont indiquées ci-après a été utilisé. Ce programme peut être modifié en fonction de la performance de l'appareil et des préférences de l'utilisateur. **De façon générale**, au moins trois ions caractéristiques doivent être contrôlés pour chaque analyte cible. Au moins deux ions caractéristiques doivent être contrôlés pour chaque étalon marqué aux isotopes et au moins un pour chaque analogue de récupération si ce composé partage un ion avec l'analyte cible. Les ions choisis, leur abondance relative et les temps de rétention prévus dans les conditions de la méthode sont présentés dans le **tableau 4**. Un exemple de chromatogramme type est donné dans la **figure 1**.

Périodes d'acquisition :

Retard du solvant : 0 à 10 min

Groupe 1 : 10,0 à 13,8 min	(d <sub>7</sub> -ME, 2-ME, EMPG)
Groupe 2 : 13,8 à 19,8 min	(2-EE, EPPG)
Groupe 3 : 19,8 à 22,5 min	(2-BE, <sup>13</sup> C <sub>2</sub> -BE, EBPB, MEE)
Groupe 4 : 22,5 à 24,0 min	(EEE, EMDPG)
Groupe 5 : 24,0 à 27,1 min	(2-HE, BEE)
Groupe 6 : 27,1 à 28,9 min	(PE, EMTPG)
Groupe 7 : 28,9 à 30 min	(HEE)

11.2.6 **Critères – Les critères ci-après doivent être respectés pour confirmer la présence des analytes cibles dans les échantillons :**

11.2.6.1 **La réponse des deux ions caractéristiques les plus abondants doit être supérieure au niveau de bruit de fond par un facteur d'au moins 3:1.**

11.2.6.2 **Le rapport d'abondance de l'ion cible au premier ion de confirmation ne doit pas diverger de plus de 20 % du rapport correspondant dans la solution étalon.**

11.2.6.3 **Le deuxième ion de confirmation doit être présent à moins qu'il ne soit masqué par un bruit de fond important.**

11.2.6.4 **Le maximum du pic de chaque ion caractéristique spécifié ne doit pas être éloigné de plus de trois secondes.**

11.2.6.5 **L'écart entre le temps de rétention de l'analyte de l'échantillon et le temps de rétention de l'étalon correspondant ne doit pas être supérieur à trois secondes.**

11.2.7 **Quantification :** La méthode de quantification par dilution isotopique est utilisée pour tous les composés cibles. Les facteurs de réponse relatifs (FRR) des analytes cibles par rapport à l'étalon ou aux étalons internes marqués aux isotopes servent à déterminer la concentration des analytes. Les FRR des étalons analogues par rapport à l'étalon ou aux étalons de récupération sont ensuite utilisés pour calculer le taux de récupération (section 12).

### 11.3 Étalonage

11.3.1 **Plage linéaire :** La plage linéaire devrait être déterminée à l'aide d'au moins cinq concentrations de solutions d'étalonnage. La gamme de concentrations du 2-BE (0,1 % à 22 %) imposée par le *Règlement* pour divers produits peut cependant être difficile à obtenir en un seul étalonnage. Avec un taux de dilution de 1:1000, normalement utilisé avec cette méthode, il faudrait injecter entre 1 ng et 220 ng d'éther glycolique. Une telle plage dynamique devrait déborder de la réponse linéaire de la plupart des DSM. Il existe plusieurs façons de résoudre ce problème : 1) la linéarité de la réponse du détecteur aux concentrations étalons peut être déterminée de façon distincte pour les concentrations faibles ou élevées (tableau 5); 2) un ajustement non linéaire peut être utilisé pour établir la relation entre la réponse du détecteur et la concentration (figure 2); 3) l'échantillon peut être dilué davantage. Toutes ces façons de faire donnent des résultats valides, mais la dilution de l'échantillon apparaît la plus pratique. La réponse du détecteur est linéaire dans la plage de 0,1 ppm à 10 ppm (de 0,1 ng à 10 ng par injection) et passablement linéaire dans celle de 10 ppm à 100 ppm pour la plupart des éthers glycoliques (tableau 6). Toutefois, la courbe d'étalonnage peut différer selon la plage. Ce point est traité de façon plus détaillée à la section 11.3.3.



- 11.3.2 **Premier étalonnage : La linéarité du premier étalonnage est évaluée en calculant, à l'aide des formules ci-après, le facteur de réponse relatif moyen (FRR), l'écart type (ET) de ce facteur ( $\overline{FRR}$ ), et l'écart type relatif (ETR) du FRR :**

$$\overline{FRR} = \frac{\sum_{i=1}^n FRR_i}{n}$$

$$ET = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (FRR_i - \overline{FRR})^2}{n-1}}$$

$$ETR (\%) = \frac{ET}{\overline{FRR}} \times 100$$

où :

$FRR_i$  = FRR de chaque solution d'étalonnage

n = nombre de concentrations d'étalonnage, l'ETR étant exprimé en pourcentage (%)

**Si l'ETR est de 15 % ou moins sur toute la plage d'étalonnage, la linéarité est alors supposée et le facteur de réponse moyen peut être utilisé pour déterminer les concentrations dans l'échantillon. Dans le cas contraire, il faut procéder à un nouvel étalonnage ou modifier la plage de linéarité.**

- 11.3.3 **Contrôle quotidien de l'étalonnage : Le premier étalonnage pour chaque analyte cible est vérifié en analysant un étalon de contrôle quotidien de l'étalonnage (CQE) présent en une concentration approchant le point central de la plage étalonnée. Cet étalon est analysé avant et après chaque série de sept échantillons ou moins. La validité du premier étalonnage est vérifiée en utilisant la formule de l'écart en pourcentage ci-après :**

$$\text{Écart (\%)} = \frac{FRR_{CQE} - \overline{FRR}}{\overline{FRR}} \times 100$$

où :

$FRR_{CQE}$  = FRR de l'étalon de contrôle quotidien de l'étalonnage

**Lorsque l'écart en pourcentage pour chaque analyte est d'au plus 10 %, le premier étalonnage est jugé valide et l'on peut choisir l'un ou l'autre des FRR (FRR moyen ou  $FRR_{CQE}$ ) pour le calcul des concentrations des analytes de l'échantillon.**

**Le critère de l'écart en pourcentage d'au plus 10 % doit être respecté avant de procéder à l'analyse des échantillons. Dans le cas contraire, il faut examiner la performance de l'appareil et procéder à une nouvelle analyse de l'étalon de contrôle quotidien de l'étalonnage. Si le critère n'est toujours pas respecté, l'analyste doit procéder à un nouvel étalonnage de tout l'appareillage avant de faire d'autres analyses (section 11.3.2).**

**Option de quantification 1 : Le  $\overline{FRR}$  peut servir à calculer la concentration de l'analyte cible et les taux de récupération des substances analogues, tel qu'il est**

décrit dans la section 12.

Option de quantification 2 : Le FRR de l'étalon de contrôle quotidien de l'étalonnage, soit le  $FRR_{CQE}$ , peut servir à mettre à jour le tableau d'étalonnage utilisé pour calculer la concentration de l'analyte cible et la récupération des substances analogues, tel qu'il est décrit dans la section 12.

- 11.3.4 Nouvel étalonnage : Chaque fois que l'appareil fait l'objet d'un entretien important (le nettoyage ou le remplacement de la source d'ions, le remplacement du multiplicateur d'électrons, etc.), l'analyste doit procéder à un nouvel étalonnage du système avant de faire d'autres analyses (section 11.3.2).
- 11.3.5 Performance chromatographique : La résolution chromatographique est vérifiée quotidiennement à l'aide de l'étalon de contrôle quotidien de l'étalonnage. Cet étalon doit permettre d'obtenir des pics de bonne allure générale pour tous les analytes cibles. Les problèmes d'ordre chromatographique, comme une traînée de pic excessive, le dédoublement de pics, l'asymétrie ou l'élargissement de pics et une faible sensibilité, doivent être corrigés avant de poursuivre les analyses.
- 11.3.6 Solutions d'ajout d'étalon analogue et d'étalon de récupération : Les solutions d'ajout à l'échantillon (p. ex.,  $^{13}C_2$ -BE et  $d_7$ -ME) doivent être étalonnées avant leur utilisation. Ces solutions doivent également être réétalonnées ou vérifiées périodiquement à l'aide de l'étalon servant au contrôle quotidien de l'étalonnage.
- 11.3.7 Exactitude de l'étalon : La solution servant au contrôle quotidien de l'étalonnage doit être vérifiée périodiquement à l'aide d'une solution de référence certifiée, si on peut l'obtenir.
- 11.3.8 Sensibilité de l'appareil : La solution d'étalonnage la moins concentrée doit être analysée périodiquement pour vérifier la sensibilité du système.
- 11.3.9 Limite de détection : Le volume de l'échantillon, le volume final, la dilution et le volume injecté ont tous un effet direct sur la limite de détection. Dans le cas d'un essai de conformité, cette limite ne doit pas être supérieure de plus de 20 % à la limite établie par réglementation. La méthode permet habituellement d'obtenir une valeur de détection des analytes cibles se situant entre 0,01 ng et 1 ng par injection (1  $\mu$ L), ce qui donne, en supposant une dilution par 1 000 des produits analysés, des limites de détection de la méthode se situant entre 0,001 % et 0,1 % (tableau 7). En ce qui concerne le 2-BE, la limite de détection de la méthode est de 0,01 %, valeur correspondant au dixième de la limite réglementaire la plus faible.

## 12 CALCULS

### 12.1 FRR de l'analyte naturel

Calculez le facteur de réponse relatif  $FRR_x$  de chaque analyte naturel (x) par rapport à la substance analogue correspondante présente dans la solution d'étalonnage, en appliquant l'équation ci-après :

$$FRR_x = \frac{A_x C_A}{A_A C_x}$$

où :

$FRR_x$  = facteur de réponse relatif de l'analyte (x) par rapport à l'étalon analogue

$A_A$  = aire du pic de l'ion de quantification de l'étalon analogue

$A_x$  = aire du pic de l'ion de quantification de l'analyte naturel (x) de la solution d'étalonnage  
 $C_A$  = concentration de la substance analogue dans la solution d'étalonnage  
 $C_x$  = concentration de l'analyte naturel dans la solution d'étalonnage

## 12.2 FRR de la solution étalon analogue

Calculez le facteur de réponse relatif  $FRR_A$  du ou des substances analogues (p. ex.,  $^{13}C_2$ -BE) par rapport à l'étalon de récupération (p. ex.,  $d_7$ -ME) de la solution d'étalonnage en appliquant l'équation ci-après :

$$FRR_A = \frac{A_A C_{ER}}{A_{ER} C_A}$$

où :

$FRR_A$  = facteur de réponse relatif du ou des substances analogues dans la solution d'étalonnage  
 $A_{ER}$  = aire du pic de l'ion de quantification pour l'étalon de récupération  
 $A_A$  = aire du pic de l'ion de quantification pour la substance analogue  
 $C_{ER}$  = concentration de l'étalon de récupération dans la solution d'étalonnage  
 $C_A$  = concentration de la substance analogue dans la solution d'étalonnage

## 12.3 Concentration de l'analyte

Calculez la concentration de l'analyte naturel dans l'échantillon  $C_N$  en appliquant l'équation ci-après :

$$C_N = \frac{1}{FRR_x} \frac{A_N}{A_A} C_A$$

où :

$C_N$  = concentration de l'analyte naturel dans l'échantillon  
 $FRR_x$  = facteur de réponse relatif de l'analyte (x) présent dans l'étalon  
 $A_A$  = aire du pic de l'ion de quantification pour la substance analogue  
 $A_N$  = aire du pic de l'ion de quantification pour l'analyte naturel  
 $C_A$  = quantité de substance analogue ajoutée à l'échantillon

## 12.4 Pourcentage de récupération de l'étalon analogue

Calculez le pourcentage de récupération de l'étalon analogue, %  $R_x$ , mesuré dans l'extrait d'échantillon en appliquant l'équation ci-après :

$$\% R = \frac{1}{FRR_A} \frac{A_A C_{ER}}{A_{ER} C_A} \times 100 \%$$

où :

$A_{ER}$  = aire du pic de l'ion de quantification pour l'étalon de récupération  
 $A_A$  = aire du pic de l'ion de quantification pour la substance analogue correspondante  
 $C_A$  = quantité de substance analogue ajoutée à l'échantillon  
 $C_{ER}$  = quantité d'étalon de récupération ajoutée à l'échantillon

## 13 ASSURANCE DE LA QUALITÉ

Les principaux éléments du processus d'analyse utilisé pour s'assurer d'un rendement acceptable de la méthode sont les suivants :

- 13.1 Étalonnage : Le premier étalonnage est effectué par l'analyse d'étalons contenant les composés cibles et pour au moins cinq concentrations différentes correspondant à la plage de fonctionnement de l'appareil (section 11.3).
- 13.2 Étalons de vérification de l'étalonnage : L'étalon servant au contrôle quotidien de l'étalonnage et contenant les analytes cibles fait l'objet d'un contrôle périodique par comparaison avec des mélanges vendus dans le commerce, lorsque ceux-ci peuvent être obtenus.
- 13.3 Vérification quotidienne de l'étalonnage : L'étalon servant au contrôle quotidien de l'étalonnage est analysé avant et après l'analyse de lots contenant jusqu'à sept échantillons injectés dans l'appareil CG-SM (section 11.3.3).
- 13.4 Enrichissement des échantillons : Tous les échantillons sont enrichis d'un ou plusieurs étalons analogues marqués aux isotopes (sections 10.1.1 et 10.2.5). De plus, une quantité identique d'étalon de récupération (p. ex., d<sub>7</sub>-ME) est ajoutée à chaque échantillon avant l'analyse CG-SM pour corriger la dérive de l'appareil (section 10.2.7).
- 13.5 Récupération des étalons marqués : Un analogue marqué est ajouté à chaque échantillon, au blanc de méthode, aux témoins et aux duplicats (sections 10.1.1 et 10.2.5) avant la réduction de l'échantillon de façon à obtenir des concentrations individuelles connues (p. ex., 1 ng/μL) dans le volume final. La valeur acceptable de récupération d'analogue se situe entre 40 % et 130 % pour tous les analogues marqués. Les échantillons non conformes à ce critère sont analysés de nouveau.
- 13.6 Correction en fonction de la récupération : Le pourcentage de récupération de la substance analogue est calculé et noté, ce qui permet d'indiquer les pertes dues à la manipulation des échantillons et au déroulement de l'analyse. La concentration du composé naturel dans l'échantillon est corrigée en fonction du taux de récupération de la substance analogue. La substance analogue correspondante marquée au <sup>13</sup>C sert au calcul de la concentration de son vis-à-vis naturel (section 12.3).
- 13.7 Confirmation de la présence d'analytes cibles : Les critères de confirmation de la présence d'analytes cibles dans l'échantillon doivent être satisfaits comme il est indiqué à la section 11.2.6.
- 13.8 Blancs de méthode : Un blanc de méthode composé du solvant utilisé pour la dilution de l'échantillon (section 10.2.8) et enrichi du mélange d'analogues marqués est analysé de pair avec chaque lot d'au plus dix échantillons pour démontrer l'absence de contamination croisée et d'autres composés pouvant être sources d'interférences pour l'analyse des analytes cibles. Le taux de récupération de la substance analogue marquée de chaque blanc doit se situer entre 40 % et 130 %. Le taux de contamination ne doit pas être supérieur à 20 % de la limite imposée par règlement.
- 13.9 Échantillons témoins : Un échantillon témoin constitué du solvant de l'échantillon est enrichi de la solution de substances analogues et d'analytes naturels. La quantité de l'analyte cible ajouté au témoin doit se rapprocher de la limite réglementaire ou se situer entre le bas et le centre de la plage de concentrations des solutions d'étalonnage utilisées (tableau 1). Les témoins sont analysés de pair avec chaque lot d'au plus 20 échantillons (section 10.2.8). La précision et l'exactitude en cours d'analyse peuvent alors être évaluées. Le taux de

**récupération de la substance analogue doit se situer entre 40 % et 130 % pour chaque témoin. Dans le cas de l'analyte cible, ce taux doit se situer entre 75 % et 120 % de la valeur réelle.**

**13.10 Duplicata : Des duplicata peuvent être analysés de pair avec chaque lot d'échantillons, ce qui permet d'évaluer la précision en cours d'analyse.**

## **14 VALIDATION DE LA MÉTHODE**

### **14.1 Objectifs**

La validation de la présente méthode a pour objectif premier de faire état des caractéristiques de performance en ce qui a trait à la sélectivité, à la sensibilité, à la linéarité, au niveau de fond, à la répétabilité, à l'exactitude, à l'incertitude et à la rigueur, ainsi que d'assurer que toutes les exigences en matière de performance spécifiées dans la présente méthode sont adaptées au but visé par celle-ci.

### **14.2 Conception de l'essai**

Des solutions d'étalonnage préparées à partir de solutions étalons mères (section 8.3) ont été utilisées pour évaluer la sélectivité, la sensibilité, la linéarité de l'étalonnage et la précision de la méthode dans des conditions idéales d'utilisation sans aucune interférence produite par la matrice de l'échantillon. La précision de la méthode a été vérifiée plus avant par l'ajout, aux échantillons, de solutions étalons des composés naturels et des substances analogues, et par le calcul de la récupération des analytes. Des blancs d'échantillons ont aussi été utilisés pour évaluer la contamination de fond.

Divers produits commerciaux (nettoyants ménagers, solvants et peintures) ont été achetés et analysés pour en déterminer la teneur en 2-BE et d'autres éthers glycoliques. Les échantillons contenant des éthers glycoliques ont été analysés en triplicat pour évaluer la répétabilité du procédé.

La rigueur de la méthode a été étudiée en modifiant certaines conditions d'utilisation clés pouvant avoir une incidence sur l'exactitude des résultats. Ces conditions comprennent notamment le volume final de l'échantillon, le volume injecté, la température d'injection, le solvant, la concentration des analytes et l'ajout de substance analogue. Une épuration supplémentaire de l'échantillon par extraction en phase solide (EPS) et en phase inversée a été réalisée afin de réduire les interférences possibles de la matrice et la contamination du système.

### **14.3 Résultats et analyse**

#### **14.3.1 Sélectivité**

Les résultats montrent qu'il est possible d'obtenir, avec un régime de températures réglé avec soin, la séparation chromatographique des 14 éthers glycoliques sur une colonne capillaire DB-624 de 60 m. Bien que la plupart des interférences puissent être éliminées ou isolées (figure 1), le MEE et l'EEE peuvent être sources de problèmes aux concentrations approchant leur seuil de détection. Il peut alors se produire une mauvaise séparation du pic du MEE et du pic adjacent de coélution. Dans ce cas, le suivi de l'ion de  $m/z$  57, qui provient du pic de coélution, permettrait de s'assurer de la pureté du pic. L'EMDPG est normalement constitué d'un mélange de quatre isomères dont l'un (figure 1) fait souvent l'objet d'une coélution avec l'EEE. L'examen de l'ion de  $m/z$  59, qui est le principal fragment ionique de l'isomère de l'EMDPG mais un fragment ionique secondaire de l'EEE, et de son rapport avec le fragment ionique de  $m/z$  45, permet de connaître la pureté de chacun des pics. Ces problèmes de séparation expliquent les limites de détection relativement élevées du MEE et de l'EEE et ils réduisent la précision des mesures lorsque ces deux composés sont présents en faibles quantités dans un même échantillon.

### 14.3.2 Niveau de fond

Des blancs de solvant (méthanol) ont été passés au chromatographe en phase gazeuse au début et à la fin de chaque jour pour s'assurer que le système est propre et exempt de contamination. Des blancs de solvant ont aussi été passés après chaque lot de huit à dix échantillons dont la concentration d'analytes variait de faible à moyenne, ainsi qu'après chaque échantillon à concentration d'analytes élevée (tableau 5). Les résultats obtenus montrent que, si les analytes cibles étaient présents, seules des traces négligeables seraient décelées dans les blancs dans les conditions habituelles. Ce n'est que lorsqu'un échantillon de concentration très élevée (> 100 ppm) était analysé, que l'on trouvait des quantités plus appréciables (~ 0,2 ppm) de certains éthers glycoliques dans le premier blanc, mais généralement pas dans le second. Les blancs sont utilisés à deux fins : tout d'abord, comme mesure d'assurance de la qualité pour vérifier la performance du système; ensuite, comme moyen de nettoyer le système et de prévenir l'accumulation de contaminants. Si un second blanc contient une quantité appréciable d'un analyte cible, cela s'explique souvent par une performance générale médiocre du système et fait ressortir la nécessité de procéder à son entretien.

### 14.3.3 Sensibilité et limites de détection

La limite de détection de l'appareil pour chacun des éthers glycoliques a été déterminée par injection subséquente de solutions d'étalonnage (1 µL) dont la concentration a été accrue graduellement de 0,001 ppm à 10 ppm (v/v). Le critère utilisé était que le pic de réponse de chacun des ions caractéristiques devait être au moins trois fois plus important que le niveau de bruit de fond et que les rapports des ions cibles et des ions qualifiants ne devaient pas s'écarter de plus de 20 % de leurs valeurs prévues. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 7.

La limite de détection de la méthode est normalement déterminée à partir de l'analyse de chaque réplicat qui passe par tout le processus de préparation des échantillons. De façon générale, la concentration des analytes de ces échantillons, avant leur injection dans l'appareil, ne doit pas excéder une valeur supérieure à dix fois la limite de détection de l'appareil. La limite de détection de la méthode est ensuite calculée à partir de l'écart type des résultats en appliquant la formule ci-après :

$$\text{LDM} = t_{(n-1)} \times \text{ET}$$

où :

LDM = limite de détection de la méthode

$t_{(n-1)}$  = coefficient du test de Student (distribution unilatérale, intervalle de confiance de 95 %)

ET = écart type de l'échantillon

n = nombre de réplicats

La limite de dosage s'entend de la concentration la plus faible d'une substance qui peut être mesurée avec exactitude au moyen de méthodes d'échantillonnage et d'analyse précises mais courantes [LCPE (1999), article 65.1]. Une mesure inférieure à cette limite peut ne pas être quantifiable avec fiabilité.

La directive du Committee on Environmental Improvement (comité sur l'amélioration de l'environnement) de l'American Chemical Society a été retenue pour la détermination de la limite de dosage. Cette directive a aussi été adoptée par l'American Society for Testing and Materials (ASTM) à titre de pratique standard (ASTM, D 6259-98; juillet 1998).

Lorsque la mesure de réplicats d'un analyte est faite à des concentrations approchant la limite de détection, la limite de dosage (LD) est calculée de la façon suivante :

$$\text{LD} = 10 \times \text{ET}$$

Dans le cas d'une mesure faite à la limite de dosage, le niveau d'incertitude est de  $\pm 30\%$  (10 ET  $\pm$  3 ET) au niveau de confiance de 99 %.

Chaque fois que l'échantillon de départ est dilué avant l'analyse, il faut prendre en compte le facteur de dilution F (ici de 1 000) dans le calcul de la limite de détection de la méthode et de la limite de dosage pour établir le lien entre la variabilité des lectures de l'appareil et la concentration des produits.

Au cours de la validation de la méthode, nous avons enrichi huit échantillons de 10 mL de deux produits sélectionnés (matrice à base d'eau et matrice à base d'huile) avec des étalons d'éthers glycoliques naturels et la substance analogue  $^{13}\text{C}_2$ -BE. Après homogénéisation, nous avons prélevé des sous-échantillons de 2  $\mu\text{L}$  de chaque échantillon de produit enrichi que nous avons dilués avec 2 mL de méthanol et que nous avons enrichis avec de l'étalon de récupération  $d_7$ -ME. Les sous-échantillons ont ensuite été analysés. Après dilution, la concentration d'éthers glycoliques naturels dans les échantillons est demeurée inférieure à dix fois la valeur de la limite de détection de l'appareil. La concentration de l'étalon analogue et de l'étalon interne était fixée à 2,5 ppm et 1 ppm, respectivement. L'utilisation de l'étalon analogue nous a permis de corriger la concentration des analytes naturels en fonction de la récupération et celle de l'étalon de récupération nous a permis d'apporter des corrections pour la dérive de l'appareil, les effets de la matrice et la variation du volume injecté.

La limite de détection de la méthode pour chacun des éthers glycoliques, calculée à l'aide de la formule ci-dessus ( $n = 8$ ), est présentée dans le tableau 7. La limite de dosage calculée à partir de l'écart type des résultats est aussi indiquée. Les calculs des limites de détection de la méthode et de dosage tiennent compte du facteur de dilution ( $F = 1\ 000$ ) pour établir le lien avec la concentration du produit plutôt qu'avec la concentration de l'échantillon injecté dans le chromatographe en phase gazeuse. Le facteur de dilution peut être modifié par l'analyste, mais le fait de le diminuer peut accroître les interférences de matrice.

Les résultats obtenus montrent que la limite de détection de la méthode et la limite de dosage pour le 2-BE présent dans une matrice à base d'eau ou d'huile sont semblables. Cela porte à croire que l'extraction au méthanol des éthers glycoliques à partir d'une matrice à base d'huile est très efficace à cette dilution.

#### 14.3.4 Linéarité

La linéarité de l'étalonnage de chaque analyte a été examinée pour la plage de concentrations de 0,1 ppm à 200 ppm. La plage couvre 14 concentrations d'étalonnage, dont neuf dans la gamme des faibles concentrations, de 0,1 ppm à 10 ppm, et six dans la gamme des concentrations élevées, de 10 ppm à 200 ppm (tableau 5). Pour tous les analytes, la meilleure réponse linéaire a été obtenue dans la gamme des faibles concentrations, comme le montre la valeur élevée du coefficient de détermination de la régression linéaire (tableau 6, figures 2.1 et 2.2). Aux concentrations plus élevées, les effets non linéaires sont courants. Les seuls composés pour lesquels la réponse du détecteur est demeurée linéaire sur toute la plage d'étalonnage sont le 2-EE, l'EPPG et l'EMTPG. Dans le cas des autres éthers glycoliques, l'ajustement de la régression linéaire se maintient jusqu'à l'intervalle de concentrations de 40 ppm à 100 ppm, et l'on ne note qu'une faible diminution de la valeur au carré du coefficient de détermination R. Au-dessus de cet intervalle, une deuxième régression linéaire peut être calculée pour compenser les effets non linéaires constatés pour la majorité des éthers glycoliques (tableau 6, figure 2.3), à l'exception du BEE, du 2-PE et du HEE pour lesquels les effets non linéaires sont trop prononcés. L'étalonnage aux valeurs supérieures à la gamme inférieure de la plage linéaire peut être obtenu avec ajustement par polynôme quadratique, comme cela est montré dans la figure 2.3, mais il est généralement plus simple de diluer l'échantillon.

#### 14.3.5 Précision

La précision est une mesure de la reproductibilité des résultats obtenus dans de mêmes conditions d'utilisation et est généralement déterminée à une concentration supérieure à dix fois la limite de détection de la méthode. Elle décrit la variabilité ou « l'étalement » des résultats de part et d'autre de la moyenne. Elle a été calculée à l'aide de la formule ci-après :

$$P = ETR \times t_{(n-1)} \times 100 \%$$

où

P = précision

ETR = écart type relatif (coefficient de variation)

$t_{(n-1)}$  = coefficient du test de Student (distribution bilatérale, intervalle de confiance de 95 %)

n = nombre de mesures

Selon cette définition, les résultats de  $n$  mesures se situent dans un intervalle de P % de part et d'autre de leur moyenne, et ce, avec une probabilité de 95 %.

Afin d'évaluer la précision de l'analyse d'échantillons liquides, du méthanol, un produit à base d'eau et un produit à base d'huile ont été enrichis avec des éthers glycoliques naturels et ont suivi toutes les étapes requises par la marche à suivre de la méthode avant d'être injectés dans un système CG-SM. La concentration de départ des éthers glycoliques se situait entre 0,1 % et 1,5 % afin de respecter le critère d'un minimum de dix fois la limite de détection de la méthode et d'utiliser une valeur du même ordre que la limite réglementaire la plus faible proposée pour le 2-BE (0,1 %). Les résultats de sept mesures indépendantes ont été utilisés pour déterminer la variabilité des données. La précision se situait entre 3,0 % et 5,2 % pour les échantillons de méthanol, de 3,5 % à 7,7 % pour les échantillons comportant la matrice à base d'eau, et de 7,2 % à 11,5 % pour ceux à base d'huile (tableau 8). Les valeurs obtenues avec le méthanol représentent une situation où il y a absence d'effets de matrice. Dans la plupart des cas, ces valeurs représentent la meilleure précision que l'appareil et la méthode permettent d'obtenir de façon fiable. Ces valeurs peuvent varier en fonction du produit analysé et des interférences de la matrice. Dans le cas présent, la matrice à base d'eau n'a pas été cause d'interférences appréciables et la précision obtenue était semblable à celle obtenue avec le solvant à l'état pur (méthanol). La matrice à base d'huile nuit à l'acquisition de plusieurs ions importants, ce qui se traduit par une précision inférieure, mais acceptable dans le contexte de l'application de la méthode (tableau 8).

Les valeurs de la précision pour les produits en aérosol (tableau 9) ont été calculées à partir de deux séries d'échantillons qui ont été enrichis avec des étalons d'éthers glycoliques naturels à des concentrations correspondant à 10 % de la plus faible limite réglementaire et à deux fois la limite réglementaire supérieure (respectivement de 0,01 % et de 10 % de la teneur en aérosols masse/masse). La précision se situait entre 9 % et 16 % pour la gamme des faibles concentrations ( $n = 9$ ) et de 2 % à 12% pour la gamme des concentrations élevées ( $n = 8$ ). La précision générale était meilleure pour les échantillons contenant une concentration de départ plus élevée en éthers glycoliques.

#### 14.3.6 Récupération

##### 14.3.6.1 Échantillons liquides

La récupération des éthers glycoliques dans des produits liquides a fait l'objet d'une évaluation distincte pour les matrices solubles dans l'eau et les matrices à base d'huile. Des étalons d'éthers glycoliques ont été ajoutés dans des blancs des deux types d'échantillons. La concentration des éthers glycoliques ajoutés se situait entre 0,1 % et 1,5 % (tableau 10) afin de respecter le critère d'une correspondance avec la limite réglementaire la plus faible proposée pour le 2-BE (0,1 %). La méthode complète a été



appliquée à des séries de sept échantillons indépendants, et les résultats ont servi à calculer le pourcentage de récupération en appliquant la formule ci-après :

$$\text{Taux de récupération} = (VM/QA) \times 100 \%$$

où :

VM = valeur moyenne des réplicats (n = 7)

QA = quantité de l'ajout

Les valeurs obtenues se situaient entre 87 % et 119 % pour les matrices compatibles avec l'eau et entre 92 % et 116 % pour les échantillons compatibles avec l'huile (tableau 10). La majorité des résultats ne s'écartaient pas de plus de  $\pm 7$  % de la quantité ajoutée.

#### 14.3.6.2 Échantillons d'aérosols

La récupération des éthers glycoliques dans des échantillons d'aérosols a été évaluée à l'aide d'un produit de protection des tissus et d'un produit de nettoyage de rembourrage qui ont servi de blancs de matrices. Une quantité connue d'aérosols a été injectée à travers le septum dans neuf flacons de verre de 40 mL contenant 5 mL de méthanol (section 10.2). Chaque échantillon a été enrichi avec un volume d'éthers glycoliques naturels correspondant à 0,01 % en masse de la teneur en aérosols. La concentration obtenue se situait entre 3 ppm et 6 ppm (10 % de la limite réglementaire inférieure pour le 2-BE). Une solution d'étalon analogue ( $^{13}\text{C}_2$ -BE) a été ajoutée pour obtenir une concentration de 5 ppm. Après ces deux ajouts, une petite quantité (100  $\mu\text{L}$ ) de chaque échantillon a été prélevée à travers le septum à l'aide d'une seringue pour chromatographie et diluée dans du méthanol (400  $\mu\text{L}$ ) avant de procéder au reste de la préparation des échantillons. La récupération des éthers glycoliques a été calculée pour chacun des échantillons, à la suite de quoi la moyenne des résultats a été établie. Les échantillons de départ, dans les flacons à septum, ont été enrichis d'un deuxième ajout d'éthers glycoliques naturels pour obtenir une teneur correspondant à 10 % en masse de la teneur en aérosols (deux fois la limite réglementaire supérieure pour le 2-BE) et de la substance analogue a été ajoutée à raison de 0,1 %. Les échantillons ont ensuite été traités conformément à la marche à suivre (sections 10.2.5 à 10.2.7). Avant de pouvoir établir la moyenne, le taux de récupération de chaque échantillon a été calculé à l'aide de la formule ci-après :

$$\text{Taux de récupération} = (CM/CP) \times 100 \%$$

où :

CM = concentration mesurée

CP = concentration prévue

Le taux de récupération des éthers glycoliques des matrices d'aérosols se situait entre 89 % et 112 % pour les ajouts de faible concentration et entre 94 % et 107 % pour les ajouts de concentration élevée (tableau 11). Les taux de récupération du 2-BE étaient de 98 % et de 100 %, respectivement.

#### 14.3.7 Analyse des produits et reproductibilité

La méthode a été mise à l'essai à l'aide d'échantillons de plusieurs produits acquis de fournisseurs locaux (tableau 12). Chaque produit a été analysé pour sa teneur en éthers glycoliques. Des huit produits liquides analysés, cinq contenaient divers d'éthers glycoliques à des concentrations allant de 0,1 % à 10 %. Deux produits contenaient du 2-BE à une concentration se situant entre 0,3 % et 9 %. La reproductibilité des résultats était relativement bonne, se situant entre 0,001 % et 0,35 % (écart type d'analyses faites en triple).

Plusieurs aérosols ont été analysés en plus des produits liquides (tableau 12). Un insectifuge et un nettoyant de tissus et de rembourrage se sont avérés exempts d'éthers glycoliques, tandis qu'un nettoyant pour salle de bains et un nettoyant pour le verre et les pare-brise contenaient respectivement 6,8 % de BEE et 4,6 % de 2-BE (tableau 12).

Le nettoyant aérosol sans stries pour le verre et les pare-brise a été analysé plus avant pour vérifier la reproductibilité de la technique de prélèvement. Sept échantillons d'aérosol ont été prélevés à partir du contenant plein et injectés dans 5 mL de méthanol. Un étalon analogue a été ajouté et ils ont ensuite été traités conformément au mode d'échantillonnage (section 10.2). Le contenant a ensuite été vidé de la moitié de son contenu (en masse) et sept autres échantillons ont été analysés. Les résultats des deux ensembles de données ne présentaient pas de différence statistique, ce qui démontre la rigueur et la reproductibilité de la méthode (tableau 12).

#### 14.3.8 Exactitude

L'exactitude, qui se définit comme l'écart entre la valeur mesurée et la valeur vraie connue, indique toute erreur systématique de la méthode. Elle est le mieux estimée grâce à l'analyse de nombreux échantillons de substances de référence et à la comparaison des résultats obtenus avec la valeur de référence connue. Son calcul s'effectue comme suit :

$$\text{Exactitude} = (VM - VR) / VR \times 100 \%$$

où :

VM = valeur moyenne de la concentration dans des répliqués ( $n \geq 7$ )

VR = valeur de référence de la concentration

La valeur vraie demeure incertaine, car on ne dispose pas actuellement de substances de référence.

#### 14.3.9 Incertitude

Divers éléments sont à l'origine du caractère incertain des résultats. La mesure du volume de l'échantillon et de la quantité de solution étalon analogue ajoutée, l'analyse gravimétrique, la pureté des réactifs, la contamination croisée, l'épuration des échantillons, l'étalonnage, les conditions de l'analyse CG-SM et l'exactitude des solutions étalons sont tous des paramètres qui s'additionnent et contribuent à l'incertitude. À l'exception de l'exactitude des solutions étalons, ces causes d'incertitude sont normalement comprises dans l'écart type des mesures répétées et sont présentées dans les tableaux 10, 11 et 12 pour différentes concentrations d'éthers glycoliques dans diverses matrices. Le nombre de mesures à partir duquel le calcul a été fait y est aussi indiqué.

Par ailleurs, le tableau 13 présente l'incertitude élargie de l'analyse de produits au niveau de confiance de 95 %. Les incertitudes présentées sont calculées à partir d'un nombre restreint d'échantillons. La qualité des incertitudes des mesures s'accroîtra à mesure que le nombre d'échantillons témoins augmentera. Cette incertitude est calculée à l'aide de la formule ci-après :

$$U = t \times ET$$

où :

t = coefficient de la distribution t de Student à n-1 degrés de liberté et pour un test bilatéral.

## ANNEXE

### TABLEAUX, FIGURES ET PHOTOS

**Tableau 1 : Concentration maximale conçus pour l'usage intérieur figurant à la colonne 1 de l'annexe 1 du Règlement sur le 2-Butoxyéthanol du 2-butoxyéthanol dans les produits** (Source : *Gazette du Canada*, Partie II, vol. 140, n° 26, p. 2227, 27 décembre 2006)

N° de l'article	Produit	Concentration maximale (%)
1	Nettoyant pour automobiles <sup>1</sup>	10,0
2	Nettoyant pour tapis et moquettes	10,0
3	Décapant pour planchers et plinthes	2,0
4	Décapant ou diluant à peinture	0,5
5	Détachant à lessive	22,0
6	Tout autre nettoyant <sup>2</sup> aérosol <sup>3</sup>	5,0
7	Tout autre nettoyant <sup>2</sup> non aérosol	6,0
8	Peinture ou revêtement aérosol	0,1
9	Peinture ou revêtement non aérosol	0,5

<sup>1</sup> Ne vise pas les solvants de dégraissage pour automobiles.

<sup>2</sup> Produit servant à dégraisser et à nettoyer les vitres, les planchers et autres surfaces, notamment dans la salle de bains ou la cuisine, sauf les solvants de dégraissage pour automobiles.

<sup>3</sup> Ne vise pas les vaporisateurs à pousoir.

**Tableau 2 : Noms communs et abréviations de certains éthers glycoliques**

<b>N°</b>	<b>Nom chimique</b>	<b>Abréviation</b>	<b>Autre nom</b>	<b>Autre abréviation</b>
1	2-méthoxyéthanol	2-ME	éther monométhyle de l'éthylène glycol	EMEG
2	2-éthoxyéthanol	2-EE	éther monoéthyle de l'éthylène glycol	EEEG
3	2-butoxyéthanol	2-BE	éther monobutyle de l'éthylène glycol	EBEG
4	2-(2-méthoxyéthoxy)éthanol	MEE	éther monométhyle du diéthylène glycol	EMDG
5	2-(2-éthoxyéthoxy)éthanol	EEE	éther monoéthyle du diéthylène glycol	EEDG
6	2-(2-butoxyéthoxy)éthanol	BEE	éther monobutyle du diéthylène glycol	EBDG
7	1-méthoxypropan-2-ol		éther méthyle du propylène glycol	EMPG
8	1-propoxypropan-2-ol		éther propyle du propylène glycol	EPPG
9	1-butoxypropan-2-ol		éther butyle du propylène glycol	EBPG
10			éther monométhyle du dipropylène glycol	EMDPG
11			éther méthyle du tripropylène glycol	EMTPG
12	2-hexyloxyéthanol	2-HE		
13	2-phénoxyéthanol	2-PE		
14	2-(2-hexyloxyéthoxy)éthanol	HEE		

**Tableau 3 : Propriétés physiques de certains éthers glycoliques**

Abréviation	N° CAS*	FM*	MM*	MV* (g/mL)	PF* (°C)	PE* (°C)	PV* (kPa)	log K <sub>oe</sub> *
2-ME	109-86-4	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	76,1	0,96	-85	125	0,83 à 20 °C	-0,50
EMPG	107-98-2	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	90,1	0,92	-96	120	1,2 à 20 °C	0,49**
2-EE	110-80-5	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	90,1	0,93	-70	135	0,5 à 20 °C	-0,54
EPPG	1569-01-3	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub>	118,2	0,89**	-80**	150**	0,23** à 20 °C	0,49**
2-BE	111-76-2	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub>	118,2	0,90	-75	171	0,1 à 20 °C	0,83
EBPG	5131-66-8	C <sub>7</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>	132,2	0,88	-75	171	0,19 à 25 °C	1,15
MEE	111-77-3	C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub>	120,2	1,04	-70	193	0,03 à 20 °C	-1,14
EEE	111-90-0	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub> O <sub>3</sub>	134,2	0,99	-76	196	0,02 à 25 °C	-0,15
EMDPG	34590-94-8	C <sub>7</sub> H <sub>16</sub> O <sub>3</sub>	148,2	0,95	-80	190	0,05 à 25 °C	-
2-HE	112-25-4	C <sub>8</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>	146,2	0,89	-45	208	0,007 à 20 °C	1,57
BEE	112-34-5	C <sub>8</sub> H <sub>18</sub> O <sub>3</sub>	162,2	0,95	-68	230	0,003 à 20 °C	0,3
2-PE	122-99-6	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	138,2	1,10	14	245	0,001 à 20 °C	1,2
EMTPG	20324-33-8	C <sub>10</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>	206,3	0,97**	-60**	243**	0,002** à 25 °C	-
HEE	112-59-4	C <sub>10</sub> H <sub>22</sub> O <sub>3</sub>	190,3	0,94	-40	260	< 0,001 à 25 °C	1,7

Note : Sauf indication contraire, toutes ces données ont été tirées de la base de données International Chemical Safety Card (ICSC, 2000-2009) du Programme international sur la sécurité des substances chimiques de l'Organisation mondiale de la santé, à Genève.

\* N° CAS : numéro de registre du Chemical Abstracts Service; FM : formule moléculaire; MM : masse moléculaire; MV : masse volumique; PF : point de fusion; PE : point d'ébullition; PV : pression de vapeur; K<sub>oe</sub> : coefficient de partage octanol-eau

\*\* Base de données CHEMINFO (2009) du Centre canadien d'hygiène et de sécurité au travail

**Tableau 4 : Intensité relative\* et temps de rétention prévu des ions contrôlés de certains éthers glycoliques**

Analyte	Ion de quantification (m/z)	Ion de confirmation 1 (m/z)	Ion de confirmation 2 (m/z)	Intensité relative (%)	Temps de rétention prévu (minutes)
2-ME	45	76	58	100, 9, 5	11,8
EMPG	45	47	75	100, 29, 5	12,8
2-EE	59	45	72	100, 36, 30	14,1
EPPG	45	73	59	100, 61, 31	18,1
2-BE	45	87	57	100, 85, 261	20,3
EBPG	57	45	87	100, 97, 67	21,0
MEE	45	59	90	100, 55, 25	21,4
EMDPG**	59	73	103	100, 33, 54	22,6
EEE	45	59	72	100, 42, 37	22,9
2-HE	85	43	63	100, 95, 34	24,8
BEE	45	57	75	100, 113, 31	26,3
PE	94	138	77	100, 43, 30	27,3
EMTPG	59	73	45	100, 28, 24	28,0
HEE	43	45	85	100, 84, 70	29,1
d <sub>7</sub> -ME	50	49	83	100, 13, 9	11,7
<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -BE	47	88	45	100, 81, 15	20,3

\*Les valeurs d'intensité relative sont celles de la NIST Mass Spectral Library.

\*\*L'étalon du EMDPG était un mélange de trois isomères : n° CAS 20324-32-7 (22,57 min.); n° CAS 34590-94-8 (22,64 min.) et n° CAS 13429-07-7 (22,9 min.). Les derniers composés peuvent interférer avec l'analyse du 2,2-EEE si les pics ne sont pas distincts.

**Tableau 5 : Concentrations des solutions d'étalonnage pour l'analyse des éthers glycoliques**

<b>Concentration des solutions d'étalonnage (ppm) de la plage des concentrations faibles (de 0,1 ppm à 10 ppm)</b>									
Concentration	PCF*-1	PCF-2	PCF-3	PCF-4	PCF-5	PCF-6	PCF-7	PCF-8	PCF-9
Composé naturel	0,1	0,25	0,5	1	2	4	6	8	10
Étalon analogue <sup>13</sup> C <sub>2</sub> -BE	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Étalon interne d <sub>7</sub> -ME	1	1	1	1	1	1	1	1	1

\*PCF : plage des concentrations faibles

<b>Concentration des solutions d'étalonnage (ppm) de la plage des concentrations élevées (de 10 ppm à 200 ppm)</b>						
Concentration	PCE*-1	PCE-2	PCE-3	PCE-4	PCE-5	PCE-6
Composé naturel	10	40	80	120	160	200
Étalon analogue <sup>13</sup> C <sub>2</sub> -BE	10	10	10	10	10	10
Étalon interne d <sub>7</sub> -ME	10	10	10	10	10	10

\*PCE : plage des concentrations élevées

**Tableau 6 : Linéarité de l'étalonnage** (dans la plage de 0,1 ppm à 200 ppm)

Composé	Partie inférieure de la plage linéaire		Partie moyenne de la plage linéaire		Partie supérieure de la plage linéaire	
	ppm	R <sup>2</sup> *	ppm	R <sup>2</sup>	ppm	R <sup>2</sup>
2-ME	0,1 – 10	1,000	0,1 – 120	0,996	80 – 200	0,999
EMPG	0,1 – 10	0,999	0,1 – 120	0,994	80 – 200	0,997
2-EE	0,1 – 10	1,000	0,1 – 120	0,999	0,1 – 200	0,999
EPPG	0,1 – 10	0,998	0,1 – 120	0,998	0,1 – 200	0,995
2-BE	0,2 – 10	1,000	0,2 – 120	0,993	80 – 200	0,995
<sup>13</sup> C <sub>2</sub> -BE	0,2 – 10	1,000	0,2 – 120	0,993	10 – 200	0,994
EBPG	0,2 – 10	0,997	0,2 – 120	0,993	80 – 200	0,993
MEE	2 – 10	0,998	4 – 120	0,993	80 – 200	0,995
EEE	2 – 10	1,000	4 – 120	0,994	80 – 200	0,994
EMDPG	0,5 – 10	0,998	0,5 – 120	0,993	80 – 200	0,995
2-HE	0,2 – 10	0,998	0,2 – 80	0,995	80 – 200	0,992
BEE	0,2 – 10	0,996	0,2 – 40	0,995	ajustement quadratique > 40	
PE	0,2 – 10	1,000	0,2 – 40	0,990	ajustement quadratique > 40	
EMTPG	0,5 – 10	0,999	0,5 – 120	0,999	0,5 – 200	0,999
HEE	1 – 10	0,999	2 – 40	0,999	ajustement quadratique > 40	

\*R<sup>2</sup> : coefficient de détermination pour la régression linéaire



**Tableau 7 : Limite de détection de l'appareil, limite de détection de la méthode et limite de dosage pour les produits à base d'eau et d'huile**

Matrice à base d'eau	LDA* (ng/μL)	ET*	LDM* = t* × ET × F*		LD* = 10 × ET × F	
			(μg/mL)	% (m/m)	(μg/mL)	% (m/m)
2-ME	0,01	0,005	9	0,001	46	0,005
EMPG	0,01	0,002	3	0,0003	18	0,002
2-EE	0,01	0,008	16	0,002	83	0,008
EPPG	0,02	0,007	13	0,002	68	0,006
2-BE	0,09	0,016	29	0,003	155	0,016
EBPG	0,04	0,013	25	0,003	132	0,013
MEE	1,00	0,203	386	0,038	2035	0,204
EMDPG	0,25	0,116	219	0,023	1156	0,116
EEE	1,00	0,246	466	0,047	2457	0,246
2-HE	0,45	0,158	299	0,034	1576	0,158
BEE	0,50	0,145	274	0,028	1446	0,145
PE	0,03	0,009	17	0,002	92	0,009
EMTPG	0,50	0,223	423	0,044	2232	0,223
HEE	0,50	0,200	379	0,040	2000	0,200
Matrice à base d'huile	LDA (ng/μL)	ET	LDM = t × ET × F		LD = 10 × ET × F	
			(μg/mL)	% (m/m)	(μg/mL)	% (m/m)
2-ME	0,01	0,009	18	0,002	93	0,009
EMPG	0,01	0,003	6	0,001	30	0,003
2-EE	0,01	0,007	13	0,001	69	0,007
EPPG	0,02	0,008	15	0,002	80	0,008
2-BE	0,09	0,016	31	0,003	163	0,016
EBPG	0,04	0,015	29	0,003	155	0,016
MEE	1,00	0,140	265	0,026	1398	0,140
EMDPG	0,25	0,104	197	0,021	1038	0,104
EEE	1,00	0,339	642	0,064	3390	0,339
2-HE	0,45	0,147	279	0,031	1474	0,147
BEE	0,50	0,131	249	0,026	1314	0,131
PE	0,03	0,012	23	0,002	123	0,012
EMTPG	0,50	0,089	169	0,017	890	0,089
HEE	0,50	0,189	358	0,037	1888	0,189

\*LDA : limite de détection de l'appareil; LDM : limite de détection de la méthode; LD : limite de dosage; ET : écart type pour les mesures de la LDM et de la LD; t : coefficient de la distribution t de Student; F : facteur de dilution de l'échantillon = 1 000; calcul du pourcentage fondé sur la masse volumétrique du produit = 1 g/mL

**Tableau 8 : Précision des mesures des éthers glycoliques présents dans les échantillons liquides** (méthanol, produits à base d'eau et produits à base d'huile; section 14.3.5)

Composé	Concentration % (v/v)	Nombre d'échantillons	Précision (%)		
			Méthanol	Based'eau	Base d'huile
2-ME	0,1	7	4,8	4,5	9,4
EMPG	0,1	7	4,7	6,7	7,5
2-EE	0,1	7	4,9	4,8	8,8
EPPG	0,1	7	5,2	4,7	9,4
2-BE	0,1	7	4,5	4,3	10,5
EBPG	0,1	7	4,3	5,0	8,1
MEE	1,0	7	3,6	7,1	10,7
EMDPG	1,0	7	4,1	7,7	11,5
EEE	1,5	7	3,5	7,5	11,2
2-HE	0,5	7	4,2	5,8	8,5
BEE	0,5	7	3,1	3,5	7,9
PE	0,1	7	3,7	5,4	7,2
EMTPG	1,0	7	3,0	5,3	11,3
HEE	0,5	7	4,2	4,9	7,8

**Tableau 9 : Précision des mesures des éthers glycoliques présents dans les échantillons d'aérosols (nettoyant de rembourrage et de moquettes)**

<b>Composé</b>	<b>Concentration % (m/m)</b>	<b>n</b>	<b>Précision %</b>	<b>Concentration % (m/m)</b>	<b>n</b>	<b>Précision %</b>
2-ME	0,01	9	15,0	10	8	4,5
EMPG	0,01	9	14,3	10	8	1,7
2-EE	0,01	9	14,1	10	8	3,3
EPPG	0,01	9	12,9	10	8	2,6
2-BE	0,01	9	9,4	10	8	2,9
EBPG	0,01	9	11,7	10	8	2,4
MEE	0,01	9	13,2	10	8	14,4
EMDPG	0,01	9	12,3	10	8	3,1
EEE	0,01	9	13,3	10	8	12,0
2-HE	0,01	9	15,2	10	8	2,6
BEE	0,01	9	13,1	10	8	2,9
PE	0,01	9	12,8	10	8	2,3
EMTPG	0,01	9	15,8	10	8	2,8
HEE	0,01	9	11,8	10	8	3,6

**Tableau 10 : Récupération des éthers glycoliques des produits à matrice liquide**

Composé	Concentration % (v/v)	Nombre de réplicats	Récupération du produit			
			Base d'eau %	Écart type*	Base d'huile %	Écart type %
2-ME	0,1	7	97	1,8	116	3,8
EMPG	0,1	7	94	2,8	107	3,1
2-EE	0,1	7	102	1,7	98	3,6
EPPG	0,1	7	95	1,9	113	3,8
2-BE	0,1	7	92	1,7	109	4,3
EBPG	0,1	7	93	2,0	109	3,3
MEE	1,0	7	104	2,9	92	4,4
EMDPG	1,0	7	111	4,8	99	4,7
EEE	1,5	7	103	3,1	101	4,6
2-HE	0,5	7	101	2,4	107	3,5
BEE	0,5	7	119	1,4	111	3,2
PE	0,1	7	87	2,2	111	2,9
EMTPG	1,0	7	109	2,2	96	4,6
HEE	0,5	7	102	2,0	97	3,2

\*Écart type des résultats par rapport à la moyenne

**Tableau 11 : Récupération des éthers glycoliques des échantillons d'aérosols**

<b>Composé</b>	<b>Conc.* (m/m) %</b>	<b>n*</b>	<b>Récupération %</b>	<b>ET* %</b>	<b>Conc. (m/m) %</b>	<b>n</b>	<b>Récupération %</b>	<b>ET %</b>
2-ME	0,01	9	96	6,3	10	8	103	2,0
EMPG	0,01	9	93	5,8	10	8	106	0,8
2-EE	0,01	9	100	6,1	10	8	107	1,5
EPPG	0,01	9	99	5,5	10	8	106	1,2
2-BE	0,01	9	98	4,0	10	8	100	1,2
EBPG	0,01	9	98	5,0	10	8	102	1,1
MEE	0,01	9	106	6,1	10	8	94	5,7
EMDPG	0,01	9	89	4,7	10	8	106	1,4
EEE	0,01	9	112	6,5	10	8	97	4,9
2-HE	0,01	9	95	6,3	10	8	105	1,2
BEE	0,01	9	104	5,9	10	8	104	1,3
PE	0,01	9	104	5,7	10	8	100	1,0
EMTPG	0,01	9	103	7,1	10	8	98	1,1
HEE	0,01	9	101	5,2	10	8	105	1,6

\* Conc. : concentration d'éthers glycoliques par rapport à l'aérosol; ET : écart type; n : nombre de mesures

**Tableau 12 : Concentration d'éthers glycoliques dans certains produits**

Produit	Nombre d'échantillons	Éther glycolique	Concentration* %	Écart type %
<b>Liquides</b>				
Nettoyant pour le verre	4	2-HE	0,85	0,02
Produit de nettoyage	4	non décelé		
Détachant pour moquettes	4	non décelé		
Nettoyant d'usage général	3	EBPG	2,26	0,11
Solvant pour peinture sèche	3	2-BE	0,32	0,04
Fini à l'huile pour le bois	4	non décelé		
Peinture blanche à l'acrylique	3	2-BE	8,79	0,35
Fini protecteur au polyacrylique	3	EBPG EEE EMDPG BEE	5,2 0,01 1,7 0,2	0,06 0,001 0,007 0,005
<b>Aérosols</b>				
Insectifuge	3	non décelé		
Nettoyant pour tissus et rembourrage	3	non décelé		
Nettoyant pour salle de bains	3	BEE	6,8	0,24
Nettoyant pour le verre	5	2-BE	4,6	0,30
	7	2-BE – contenant plein	4,8	0,05
	7	2-BE – contenant à demi plein	4,7	0,06

\* Les concentrations indiquées ont été déterminées au cours de la validation de la méthode qui n'a porté que sur un seul contenant de produit. Ces valeurs ne servaient qu'à faire la démonstration de la performance de la méthode.

**Tableau 13 : Incertitude de l'analyse des produits**

Produit	Éther glycolique	Concentration %	n*	ET* %	U* = k x ET %
<b>Liquides</b>					
Nettoyant pour le verre	2-HE	0,85	4	0,02	0,06
Nettoyant d'usage général	non décelé		4	0	LDM*
Détachant pour moquettes	non décelé		4	0	LDM
Nettoyant à usages multiples	EBPG	2,26	3	0,11	0,47
Solvant pour peinture sèche	2-BE	0,32	3	0,04	0,17
Fini à l'huile pour le bois	non décelé		4	0	LDM*
Peinture blanche à l'acrylique	2-BE	8,79	3	0,35	1,5
Fini protecteur au polyacrylique	EBPG EEE EMDPG BEE	5,2 0,01 1,7 0,2	3	0,06 0,001 0,007 0,005	0,25 0,004 0,030 0,022
<b>Aérosols</b>					
Insectifuge	non décelé		3	0	LDM
Nettoyant pour tissus et rembourrage	non décelé		3	0	LDM
Nettoyant pour salle de bains	BEE	6,8	3	0,24	1,03
Nettoyant pour le verre	2-BE	4,6	5	0,30	0,83
	2-BE – contenant plein	4,8	7	0,05	0,12
	2-BE – contenant à demi plein	4,7	7	0,06	0,15

\*n : nombre de mesures; ET : écart type; U : incertitude élargie des résultats avec une limite de confiance de 95 %; LDM : limite de détection de la méthode

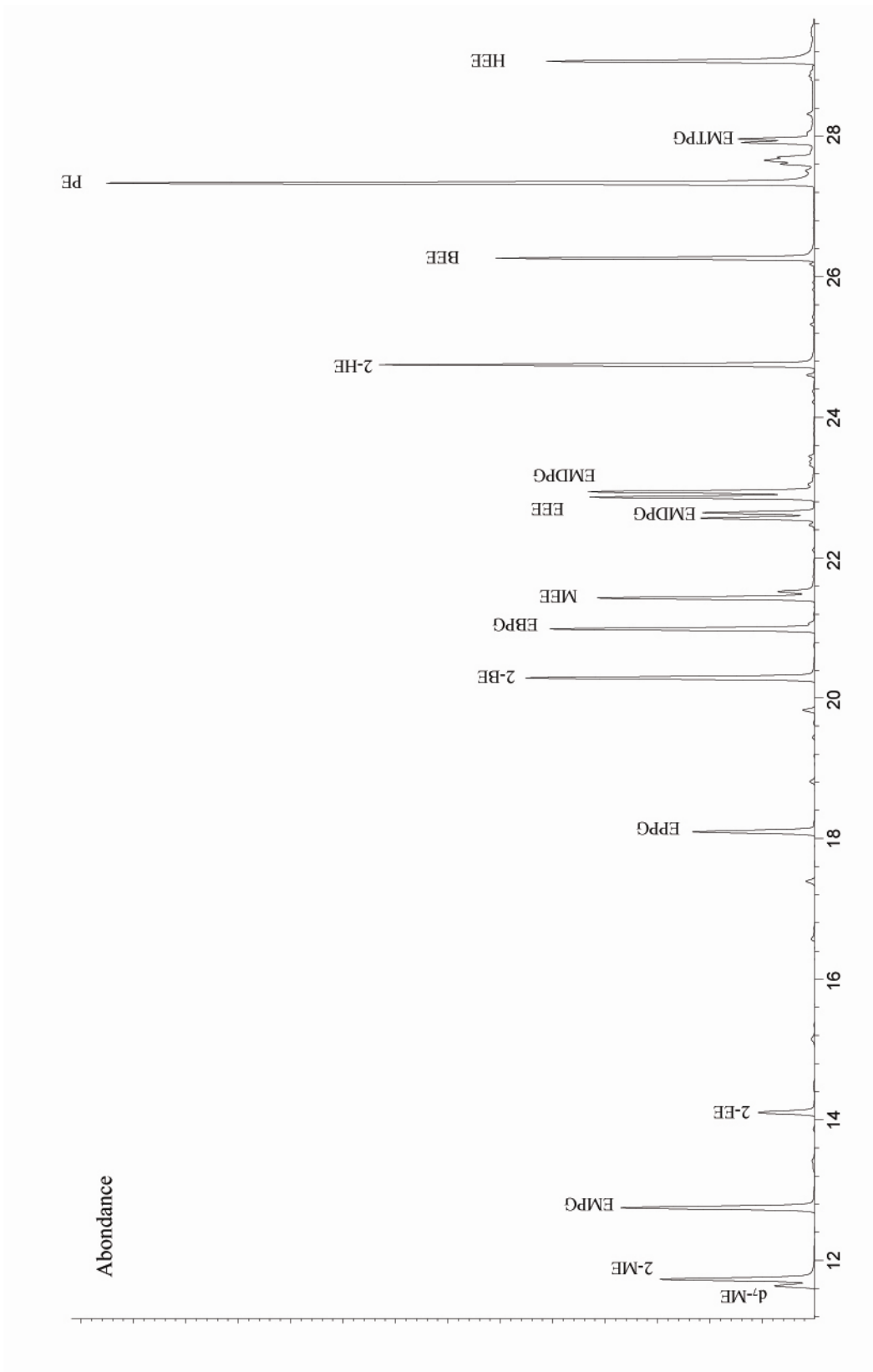
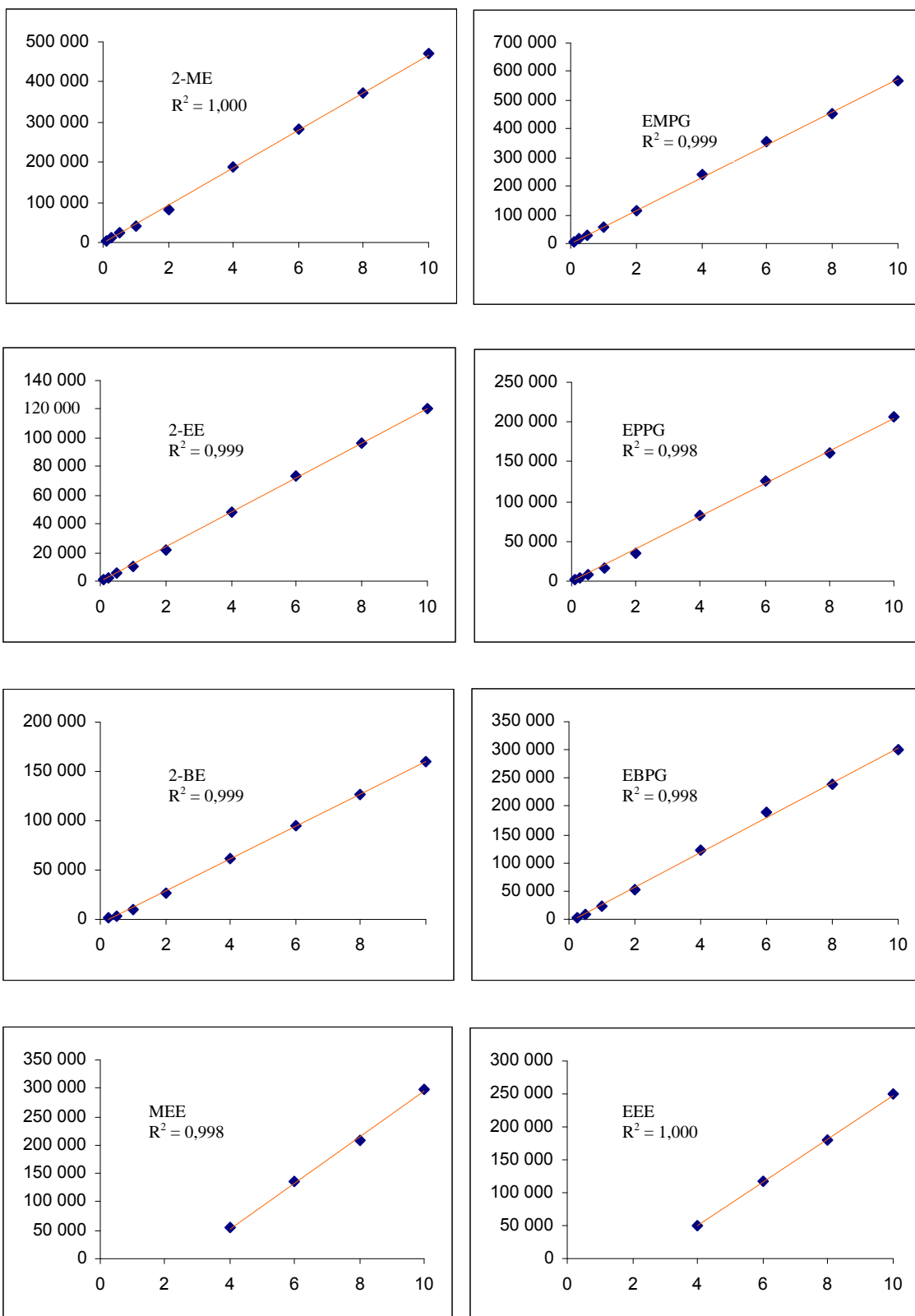
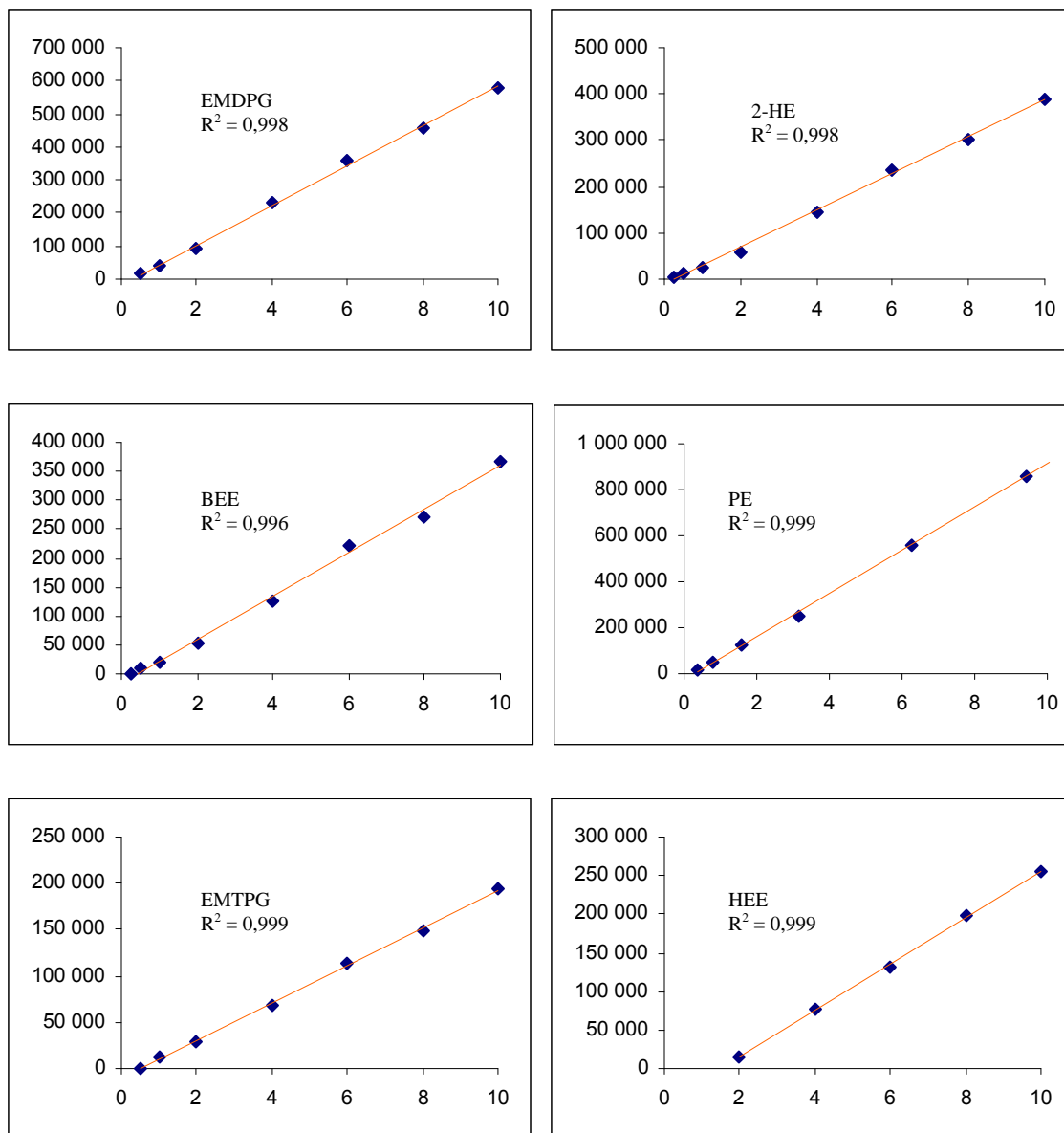


Figure 1 : Exemple de chromatogramme des éthers glycoliques (40 ppm)

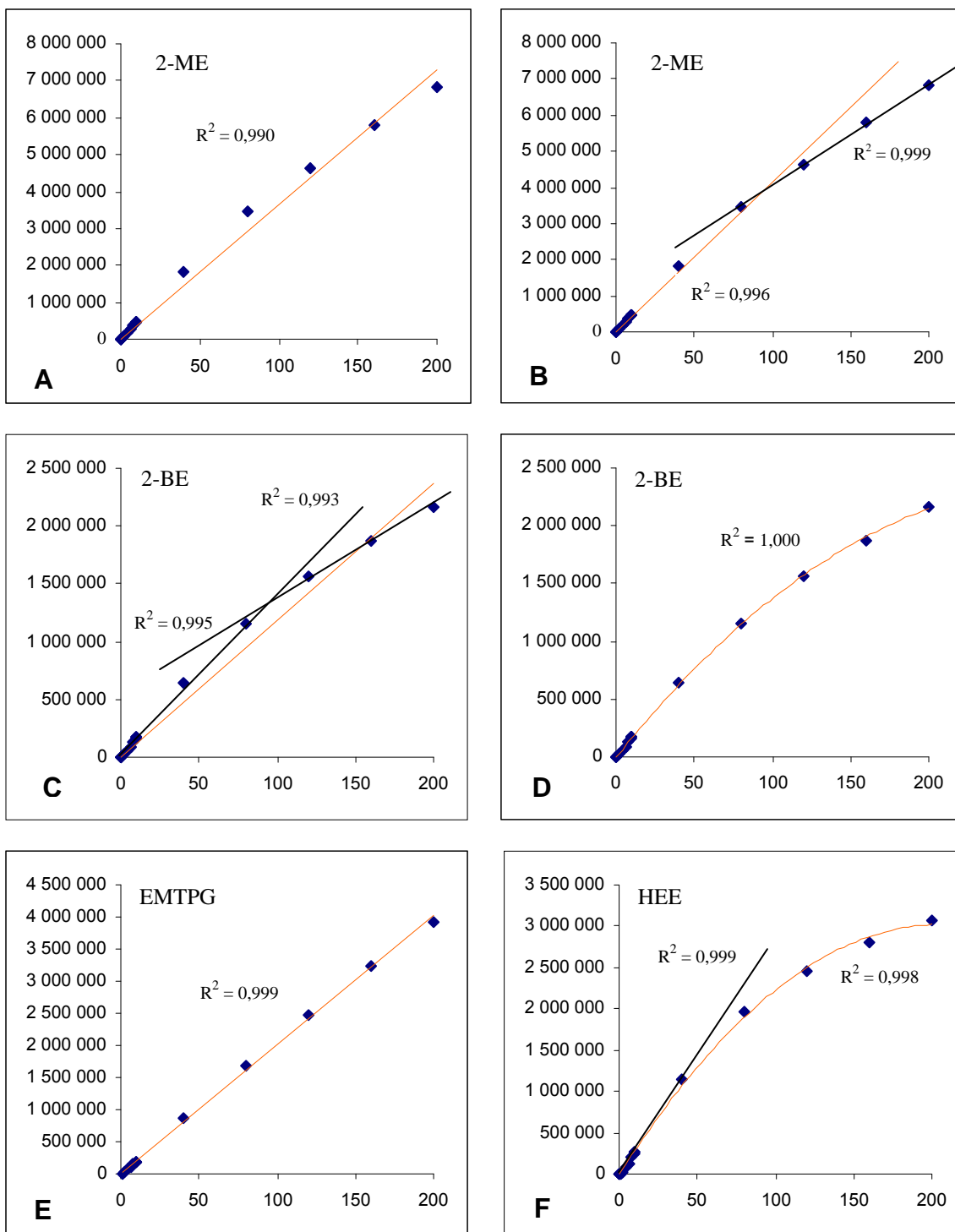




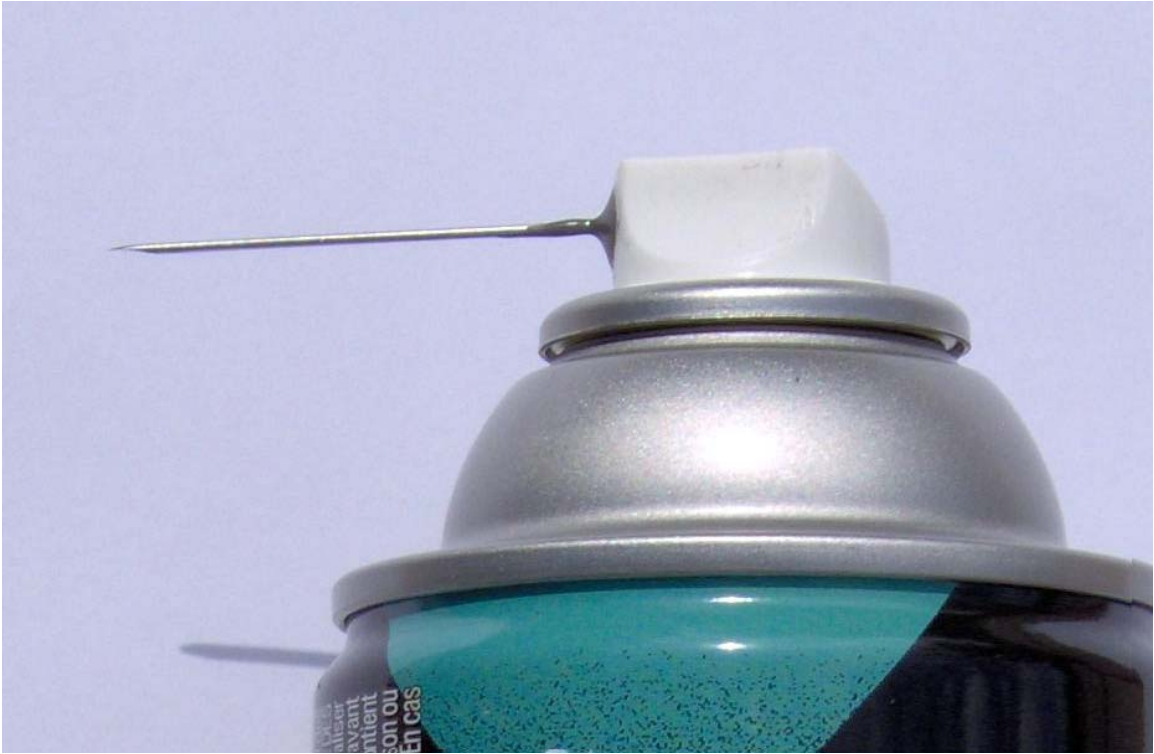
**Figure. 2.1 :** Courbes d'étalonnage pour certains éthers glycoliques (2-ME, EMPG, 2-EE, EPPG, 2-BE, EBPG, MEE, EEE; plage de concentrations de 0,1 ppm à 10 ppm)



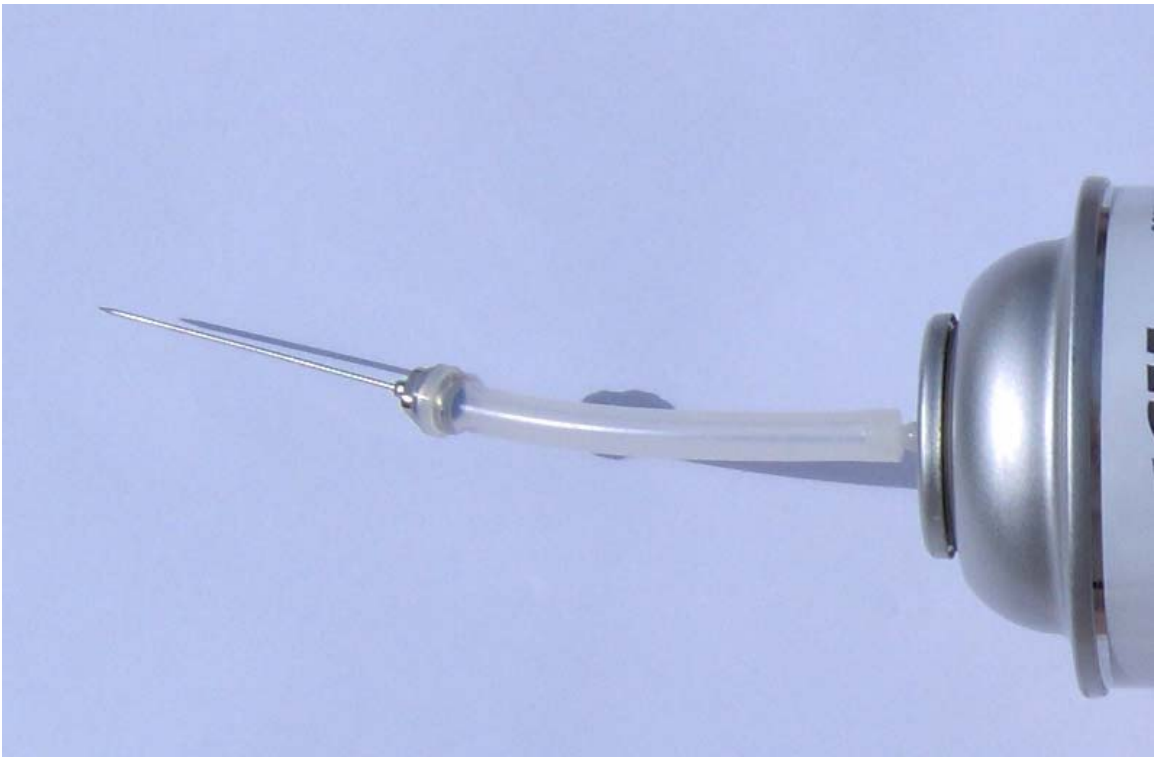
**Figure 2.2 :** Courbes d'étalonnage pour certains éthers glycoliques (EMDPG, 2-HE, BEE, PE, EMTPG, HEE; plage de concentrations de 0,1 ppm à 10 ppm)



**Figure 2.3 : Exemples de courbes d'étalonnage d'éthers glycoliques** (dans la plage de 0,1 ppm à 200 ppm). A, B – étalonnage du 2-ME avec les plages linéaires 1 (A) et 2 (B); C – étalonnage du 2-BE avec deux plages linéaires (la ligne mince indique un seul ajustement linéaire dans la plage de 0,1 ppm à 200 ppm); D – étalonnage du 2-BE avec ajustement par polynôme quadratique (le  $R^2$  s'applique à toute la plage); E – linéarité de l'étalonnage de l'EMTPG; F – étalonnage du HEE avec ajustement linéaire et polynomial. Il est à noter que dans le cas du HEE, le coefficient linéaire s'applique à la plage de 0,1 ppm à 40 ppm, tandis que le coefficient polynomial quadratique s'applique à toute la plage. Les échantillons devraient être dilués de façon à ce que leur concentration se situe dans la plage linéaire.



**Photo 1 : Buse et aiguille pour le prélèvement d'aérosols**



**Photo 2 : Tube et aiguille pour le prélèvement d'aérosols**

**WWW.ec.gc.ca**

Pour des renseignements supplémentaires :

Environnement Canada

Informathèque

351, boulevard St-Joseph

Place Vincent-Massey, 8<sup>e</sup> étage

Gatineau (Québec) K1A 0H3

Téléphone : 1-800-668-6767 (au Canada seulement) ou 819-997-2800

Télécopieur : 819-994-1412

ATS : 819-994-0736

Courriel : [enviroinfo@ec.gc.ca](mailto:enviroinfo@ec.gc.ca)