

Bisphénol S

Méthode d'analyse dans les eaux douces

Généralités

Nom de la famille de substances	Bisphénols
Nom des substances individuelles	Bisphénol S
Code SANDRE des substances individuelles	7594
Matrice analysée	Eau [3]
Principe de la méthode	Extraction liquide-liquide et analyse par chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse triple quadripôle (ionisation en électrospray positif) et quantification en mode dilution isotopique avec son homologue marqué au deutérium.
Acronyme	ELL/UPLC/MSMS
Domaine d'application	20 à 1000 ng/L
Paramètres à déterminer en parallèle à l'analyse	MES ; la méthode a été validée avec une teneur en MES de 30 mg/L
Précautions particulières à respecter lors de la mise en œuvre de la méthode	<p>L'acétonitrile et l'eau sont de qualité HPLC/MSMS. Le dichlorométhane et l'acétone sont de qualité « pour analyse de résidus de pesticides ».</p> <p>La verrerie doit être nettoyée à l'eau avec un détergent, rincée à l'eau Milli-Q® et séchée, avant d'être calcinée à 500°C pendant 2 heures. Pour éviter toute contamination, il est conseillé :</p> <ul style="list-style-type: none"> - d'éviter le contact avec les plastiques au cours du prélèvement, du stockage des échantillons ou de l'extraction ; - de réaliser un blanc méthode et un blanc solvant à chaque série d'extraction.

AVERTISSEMENT : Il convient que l'utilisateur de cette méthode connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Cette méthode n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur. Certains des solvants utilisés dans le mode opératoire sont toxiques et dangereux. Les manipuler avec précaution.

Il est absolument essentiel que les essais conduits conformément à cette méthode soient exécutés par du personnel ayant reçu une formation adéquate.

Protocole analytique

Prétraitement

Fraction analysée :

Eau brute [23]

Conditionnement et conservation des échantillons

- Protocole :
- Nature du contenant de stockage :
- Résultats de l'étude de stabilité (durée de stabilité, température,...) :

Les échantillons sont conservés à l'obscurité à $4 \pm 2^\circ\text{C}$ et sont extraits dans les 5 jours.

Flacon en verre ambré (certifié EPA) avec bouchon à vis à revêtement de PTFE, neuf

La stabilité du composé dans une eau superficielle dopée à 100 ng/L, conservée à $4 \pm 2^\circ\text{C}$ et à l'abri de la lumière, a été vérifiée jusqu'à 5 jours.

Analyse

Volume de la prise d'essai

1000 mL

Extraction

- Liquide / Liquide (préciser la nature et le volume du solvant)

Ajuster le pH de l'échantillon à $\text{pH } 3 \pm 0,1$ au pH-mètre avec de l'acide sulfurique (qualité ACS reagent, pureté 95-98%), dilué au $\frac{1}{2}$.

Ajouter 50 μL de l'étalon interne Bisphénol S-d10 à 5 mg/L dans l'acétonitrile.

Extraire avec 30 mL de dichlorométhane puis 3 fois avec 40 mL d'un mélange dichlorométhane/acétone 75/25 (v/v).

Recueillir l'ensemble des phases organiques dans un flacon en verre.

Evaporer l'extrait jusqu'à 0,5 mL sous flux d'azote dans un bain marie à 30°C (sans évaporation à sec) et reprendre l'extrait dans l'acétonitrile à un volume de 0,5 mL, dans un vial ambré.

Conservation de l'extrait

Au congélateur ($-18 \pm 5^\circ\text{C}$). Le délai de conservation d'1 mois a été vérifié.

Volume final avant analyse :

1 mL : ajouter à l'extrait 0,5 mL d'eau (qualité HPLC/MSMS) pour obtenir 1 mL d'un mélange acétonitrile/eau 50/50 (v/v).

Méthode analytique utilisée :

Indiquer les paramètres complets de la méthode (exemple pour la chromatographie : gradient, phase mobile, débit, T °C, colonne, mode de détection)

Pour la détection par masse : mode d'ionisation et ions de quantification et de confirmation

Chromatographie :

Colonne Acquity UPLC BEH C18® (10 cm x 2,1 mm x 1,7 μm ; Waters), thermostatée à 50°C .

Phase mobile : débit 0,4 mL/min

Temps (min)	Eau + 0,01% acide formique (v/v) %	Acétonitrile + 0,01% acide formique (v/v) %
0	95	5
0,75	95	5
8	1	99
9	1	99
9,3	95	5
14	95	5

Volume d'injection : 2 μL , échantillon maintenu à 10°C dans le passeur d'échantillons.

Temps de rétention du bisphénol S : 3,40 min
Temps de rétention du bisphénol S-d10 : 3,39 min

Spectrométrie de masse :

Mode d'ionisation : ESI+
Température de la source : 150 °C
Température de désolvatation : 650 °C
Débit gaz du cône : 50 L/h
Débit gaz de désolvatation : 800 L/h

Conditions d'ionisation et de fragmentation :

	Quantification			Confirmation	
	Tension de cône (V)	Transition (m/z)	Energie de collision (eV)	Transition (m/z)	Energie de collision (eV)
Bisphénol S	35	251>93	25	251>157	15
Bisphénol S-d10	35	259>97	25	259>161	15

Equipements¹ (modèles utilisés) :

Chromatographe Ultra Haute pression Acquity® (Waters) équipé d'un passeur d'échantillons automatique réfrigéré, avec dispositif d'injection permettant d'introduire une prise d'essai de 2 µL à 50 µL.
Spectromètre de masse en tandem (triple quadripôle) : XEVO-TQD® (Waters).

Type d'étalonnage

Interne

Modèle utilisé

Linéaire pondéré en 1/x

Etalons / Traceurs utilisés

Etalon interne : bisphénol S-d10 (CAS non référencé). Préparation d'une solution à 5 mg/L dans l'acétonitrile à partir du produit pur.
Un volume de 0,05 mL est ajouté dans l'échantillon (1L) avant extraction.

Domaine de concentration

5 à 1000 µg/L. Les solutions sont préparées dans un mélange eau/acétonitrile 50/50 (v/v).

Méthode de calcul des résultats

Rendement
Blancs

Etalonnage interne, en mode dilution isotopique.

Sans objet, l'étalon interne marqué permet de corriger du rendement.
Blanc méthode (eau de source) réalisé à chaque série d'extraction, inférieur à la limite de détection.
Soustraction du blanc : non

Références de la méthode

La méthode est dérivée de la publication suivante

/

Norme dont est tirée la méthode

/

Niveau de validation selon Norman

Niveau 1

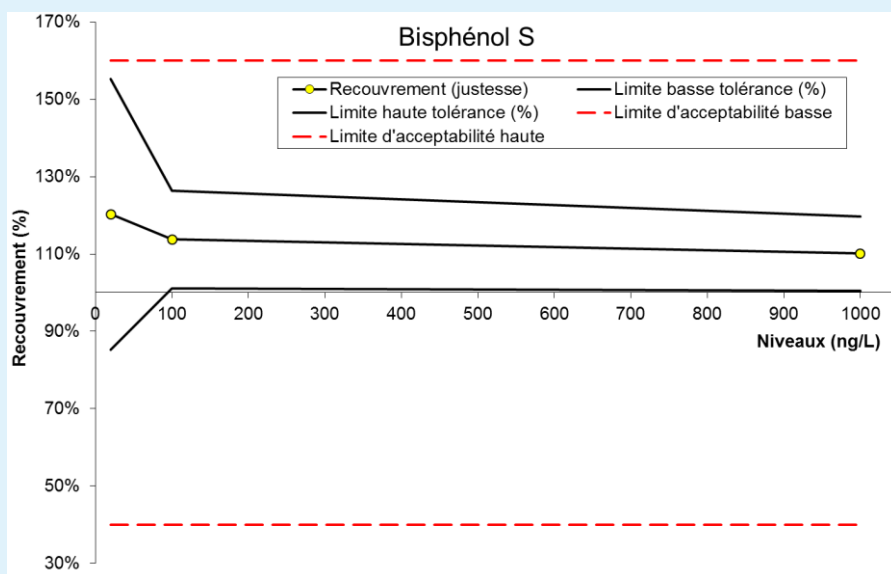
¹ Les matériels cités ici constituent des exemples d'application satisfaisante. Ces mentions ne constituent pas une recommandation exclusive, ni un engagement quelconque de la part du rédacteur ou d'AQUAREF

Paramètres de validation de la méthode

Norme utilisée	NF T 90-210 (mai 2009)												
Domaine de validation	20 à 1000 ng/L												
Blancs analytiques (concentration ou résultat maximum acceptable)	Blanc solvant (eau/acétonitrile 50/50, v/v) inférieur à la limite de détection. Blanc méthode (eau de source) inférieur à la limite de détection.												
Rendement	<p>L'étude de rendement (ou taux de recouvrement) est réalisée dans des conditions de fidélité intermédiaire avec une eau superficielle (rivière) dopée à trois niveaux de concentration (6 jours x 2 réplicats pour chaque concentration).</p> <p>Les caractéristiques de l'eau superficielle utilisée (rivière, La Canne) sont les suivantes : MES = 26 mg/L, pH = 7,1, conductivité = 124,6 μS/cm et COT = 11,4 mg/L.</p> <table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <thead> <tr> <th style="border-top: 1px solid black; border-bottom: 1px solid black;">Niveau (ng/l)</th> <th style="border-top: 1px solid black; border-bottom: 1px solid black;">Rendement moyen (n=12) (%)</th> <th style="border-top: 1px solid black; border-bottom: 1px solid black;">Ecart-type (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">20</td> <td style="text-align: center;">120</td> <td style="text-align: center;">17</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">100</td> <td style="text-align: center;">114</td> <td style="text-align: center;">6</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">1000</td> <td style="text-align: center;">110</td> <td style="text-align: center;">5</td> </tr> </tbody> </table>	Niveau (ng/l)	Rendement moyen (n=12) (%)	Ecart-type (%)	20	120	17	100	114	6	1000	110	5
Niveau (ng/l)	Rendement moyen (n=12) (%)	Ecart-type (%)											
20	120	17											
100	114	6											
1000	110	5											
Limite de quantification(LQ) Limite de détection (LD)	20 ng/L La limite de détection est obtenue en divisant la limite de quantification par 3.												
Incertitudes (%) sur les résultats	L'évaluation de l'incertitude est réalisée selon la norme ISO 11352, par ajout du bisphénol S (20 à 1000 ng/L) dans une eau superficielle (La Canne) avec analyses en double sur 6 jours différents. Elle prend en compte l'incertitude liée au biais et l'incertitude liée à la fidélité. Elle est exprimée avec un facteur d'élargissement : k=2.												

- par niveau de concentration

Niveau (ng/L)	Incertitude relative élargie (k=2) (%)
20	55
100	30
1000	25



Contacts

Auteurs

S. Bristeau et L. Amalric

Institut

BRGM

Contact

s.bristeau@brgm.fr ; l.amalric@brgm.fr