

Chloroalcanes à chaîne courte (SCCP) Méthode d'analyse dans l'eau brute (MES < 0,05 g/L)

Généralités

Nom de la famille de substances	Chloroalcanes à chaîne courte (C ₁₀ -C ₁₃)- Short chain chlorinated paraffins (SCCP)
Nom des substances individuelles	Le SCCP se présentent sous la forme de mélanges complexes comportant plusieurs milliers d'isomères de position.
Code SANDRE des substances individuelles	C ₁₀ -C ₁₃ -Chloroalcanes : 1955
Matrice analysée [code SANDRE du (des) support(s)]	Eau : 3
Principe de la méthode	Extraction liquide-liquide (ELL) des SCCP par de l'hexane. Après concentration, analyse par chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur de masse en mode d'ionisation par attachement électronique (ECNI, Electron-Capture Negative Ionisation)
Acronyme	ELL / CPG / SM
Domaine d'application	Concentration en SCCP : 0,1 à 1 µg/L. d'échantillon. Pourcentage massique en chlore : 49 à 67 %.
Paramètres à déterminer en parallèle à l'analyse	MES (matières en suspension)
Précautions particulières à respecter lors de la mise en œuvre de la méthode	Utilisation de verrerie calcinée. Les SCCP sont photodégradables : Prendre les mesures adéquates pour protéger les échantillons et les extraits de la lumière au cours des opérations de laboratoire et pendant le stockage
Interférents (préciser la matrice)	Interférents : MCCP (Medium Chain Chlorinated Paraffin, C ₁₄ -C ₁₇). La spécificité de la méthode a été étudiée en utilisant une eau de source (Evian) [®] préalablement dopées par le chlorowax 500 (SCCP à 59 % de chlore) à 0,6 µg/L. Cette eau est ensuite dopée à différentes concentrations par les MCCP. La méthode reste spécifique au SCCP pour des concentrations inférieures à 1 µg/L en MCCP.

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 (si MES < 0,05 g/L)
Conditionnement et conservation des échantillons - Protocole : - Nature du contenant de stockage : - Lavage du contenant : - Résultats de l'étude de stabilité (durée de stabilité, température,...) :	Flacon de 1 L en verre ambré ou protégé de la lumière par une feuille en aluminium. Bouchon avec membrane en PTFE ou en aluminium. Flacons calcinés 8 heures à 500 °C. Durée de stabilité de 14 jours pour des échantillons conservés à l'abri de la lumière et à + 4 °C.
Filtration : - Type de filtre et méthode de nettoyage : - Type de support de filtration :	Aucune dans le cas où les MES < 0,05 g/L.
Pré-traitement des échantillons liquide ou solide	Aucune.

Analyse

Volume ou masse de la prise d'essai (mL or mg selon la phase analysée)	Eau brute : 1000 mL
Dérivation - Conditions	Sans objet.
Extraction - Liquide / Liquide (préciser la nature et le volume du solvant)	●Extraction - Solvant : Hexane, - Volume : 1 x 40 mL, - Durée d'extraction : 2h. ●Concentration - Séchage de l'extrait par élimination de l'eau résiduelle par congélation, - Concentration de l'extrait par turbo-évaporateur (léger flux d'azote, 40°C)
Purification	Sans objet.
Conservation de l'extrait	Conservation à +4°C, à l'abri de la lumière.
Minéralisation - Type d'appareil utilisé : - Durée et température de minéralisation : - Réactifs utilisés :	Sans objet.

Volume ou masse finale avant analyse :

0,5 mL d'hexane.

Méthode analytique utilisée :

● Conditions chromatographiques :

- Colonne : DB5 MS polysiloxane (5 % diphényl et 95 % diméthyl) de longueur : 15 m, de diamètre interne : 0,25 mm et d'épaisseur de phase stationnaire : 0,25 µm.
- Gaz vecteur : Hélium.
- Débit : 1,3 mL/min.
- Volume injecté : 3 µL.
- Température de l'injecteur : 275 °C.
- Programmation en température du four :

Température (°C)	Rampe (°C/min.)	Durée (min.)
100	-	2
280	70	2,5
320	70	7

● Conditions spectrométriques :

- Température de la source : 150 °C.
- Température du quadripôle : 106 °C.
- Courant d'ionisation : 50 µA.
- Energie d'électrons : 150 eV.
- Gaz de thermalisation : CH₄.
- Mode d'acquisition : SIM (Selected Ion Monitoring)

Exemple de tableau des ions utilisés en spectrométrie de masse

Composés	Ion(s) quantifiant(s) (u.m.a.)	Ions qualifiants (u.m.a.)
SCCP	327 ; 423	375 ; 409
¹³ C ₁₀ -Trans-Chlordane	384	386

La quantification est réalisée en combinant les aires relatives aux ions 327 et 423.

**Equipement¹
(modèles utilisés) :**

Chromatographe : Agilent® 6890N®.
Spectromètre de masse : Agilent 5973N (Simple quadripôle).

Type d'étalonnage

Interne

Modèle utilisé

Régression linéaire multiple.

Somme des SCCP (µg/ml) = $b_1(A_1/AIS) + b_2(A_2/AIS)$ b_1, b_2 : coefficients de régression, A_1, A_2 : surface de la coupe de SCCP (m/z 327, m/z 423),

AIS : surface du pic de l'étalon interne (m/z 384).

La modélisation de la fonction d'étalonnage nécessite les recours à un logiciel de traitement de données. STATISTICA®, dont une version de démonstration peut être obtenue à l'adresse www.statsoft.fr, répond au besoin.

- Etalons : SCCP (C₁₀-C₁₃, 49, 56 et 67 % de chlore) reconstitués à partir de chloroalcanes en C₁₀, C₁₁, C₁₂ et C₁₃ selon le protocole décrit ci-dessous :

Etalons / Traceurs utilisés

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

Longueur de la chaîne carbonée	% massique en chlore	SCCP (49%)	SCCP (65%)	SCCP (67%)
C ₁₀	44,82	50 µL		
C ₁₀	50,18	50 µL	50 µL	
C ₁₀	55,00		50 µL	
C ₁₀	65,02			200 µL
C ₁₁	45,50	120 µL		
C ₁₁	50,21	260 µL	50 µL	
C ₁₁	55,20		200 µL	
C ₁₁	60,53		190 µL	
C ₁₁	65,25			32 µL
C ₁₂	45,32	100 µL		
C ₁₂	50,18	240 µL	50 µL	
C ₁₂	55,00		250 µL	
C ₁₂	65,08		20 µL	
C ₁₂	69,98			310 µL
C ₁₃	50,23	180 µL		
C ₁₃	55,03		100 µL	
C ₁₃	59,98		40 µL	
C ₁₃	65,18			170 µL

-Etalon interne : Trans-Chlordane marqué ¹³C₁₀.

Domaine de concentration

De 0,1 à 1 µg/ml dans l'hexane.

Méthode de calcul des résultats Rendement

Etalonnage dans le solvant.
Pas de correction du rendement.

Blancs

Blanc : Inférieur à la LD
Appareillage : Inférieur à la LD
Réactifs : Inférieur à la LD
Méthode : Inférieur à la LD
Matrice (Eau de source) : Inférieur à la LD

Références de la méthode

La méthode est dérivée de la publication suivante

Norme dont est tirée la méthode

Norme ISO/12010 - Qualité de l'eau - Détermination des chloroalcanes à chaîne courte dans l'eau - Méthode utilisant la chromatographie en phase gazeuse / spectrométrie de masse (CPG/SM) et l'ionisation chimique négative par attachement électronique

Niveau de validation selon Norman

Niveau 1

Paramètres de validation de la méthode

Norme utilisée

NF T90-210.

Domaine de validation

Concentration en SCCP : 0,1 à 1µg/L
Pourcentage massique 49 à 67 %

Matériaux de référence utilisés

Aucun matériel de référence n'est disponible pour les SCCP.

Blancs analytiques (concentration ou résultat maximum acceptable)

Inférieur à 0,03 µg/L (LD)

Rendement - par type de matrice - par niveau de concentration - par molécule	Eau de source (Evian) [®] Niveau de dopage : 0,1 µg/L en Chlorowax 500 (mélange commercial de SCCP à 59 % de chlore) SCCP : Moyenne des rendements = 105,90 % (répétition n = 10 ; Ecart type = 0,01 %)
Limite de quantification(LQ) Limite de détection (LD)	Détermination du niveau de dopage pour lequel l'exactitude relative avec un facteur d'élargissement k = 2 est inférieure à 60 % relatifs sur 10 mesures. LQ = 0,1 µg/L LD = 1/3 x LQ = 0,03 µg/L
Incertitudes (%) sur les résultats - par type de matrice - par niveau de concentration - par molécule	Données non disponibles.

Contacts

Auteurs	Claudine CHATELLIER , Olivier AGUERRE-CHARIOL
Institut	INERIS
Contact	claudine.chatellier@ineris.fr : Francois.lestremau@ineris.fr