

Composés Perfluorés (PFAS) à chaîne courte et ultracourte

TFA, PFPrA, PFBA, TFMSA, PFEtS, PFPrS et TFSH

Méthode d'analyse dans les eaux - fraction dissoute

Généralités.....	2
Protocole analytique.....	3
— Prétraitement.....	3
— Analyse.....	4
Références de la méthode.....	8
Paramètres de validation de la méthode.....	8
Contact.....	14

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.

Généralités

▪ Nom de la famille de substances

Composés perfluorés (chaîne alkyl linéaire ultracourte (de C1 à C3) et courte (C4)).

▪ Nom des substances individuelles

Acide Trifluoroacétique	TFA	CAS 76-05-1
Acide perfluoropropanoïque	PFPrA	CAS 422-64-0
Acide perfluorobutanoïque	PFBA	CAS 375-22-4
Acide trifluorométhanesulfonique	TFMSA	CAS 1493-13-6
Acide perfluoroéthanesulfonique	PFEtS	CAS 354-88-1
Acide perfluoropropanesulfonique	PFPrS	CAS 423-41-6
Acide trifluorométhanesulfonique	TFSH	CAS 34642-42-7

▪ Code SANDRE des substances individuelles

TFA	[8858]
PFPrA	[9121]
PFBA	[5980]
TFMSA	[9119]
PFEtS	[9123]
PFPrS	[9122]
TFSH	[9120]

▪ Matrice analysée

Eau [3] :

- Eau douce de surface
- Eau souterraine

▪ Principe de la méthode

Injection directe (ID) par analyse en chromatographie ionique couplée à un spectromètre de masse triple quadripôle (IC/MSMS) avec une ionisation électrospray en mode négatif (ESI-).

▪ Acronyme : ID/IC/MSMS (code SANDRE 1331)

▪ Domaine d'application

Selon les composés d'intérêt : de la limite de quantification (10 ou 100 ng/L) à 4000 ng/L.

Ce protocole s'applique aux eaux douces de surface et souterraines jusqu'à un seuil de 30 mg/L de chlorure, 1 mg/L de bromure et 425 mg/L de sulfate. En effet, des effets de matrice ont été observés au-delà de telles teneurs sur certains des PFAS étudiés. Des dilutions supplémentaires ou d'autres protocoles (utilisation d'étalons internes marqués pour chaque composé par exemple) pourraient élargir ce domaine d'application, le plus souvent au détriment des limites de quantification.

▪ Paramètres à déterminer en parallèle de l'analyse

Il est donc impératif de vérifier les teneurs en chlorure, bromure et sulfate (avec le conductimètre présent dans le système IC). En effet, des interférences (suppression du signal et/ou augmentation du bruit de fond) sont observées pour des teneurs en chlorure > 30 mg/L (TFA, PFPrA, PFBA et TFSH), en bromure > 1 mg/L (PFBA) et en sulfate > 425 mg/L (TFMSA).

et PFETs). Un standard contenant les anions chlorure, bromure et sulfate (30, 1 et 425 mg/L, respectivement) dans de l'eau ultra pure est injecté pour vérifier leurs teneurs dans chaque échantillon par comparaison des aires. Si la teneur dépasse la limite fixée, l'échantillon est dilué dans l'eau ultra pure pour obtenir une teneur inférieure à la teneur maximale acceptable. Les limites de quantification (LQ) sont alors à modifier en prenant en compte la dilution réalisée et les composés impactés.

▪ **Précautions particulières à respecter lors de la mise en œuvre de la méthode :**

L'analyse des PFAS nécessite la mise en place de mesures particulières pour éviter des contaminations. Le TFA peut montrer des niveaux de contaminations non négligeables dans les blancs. En effet, toutes les étapes de préparation et de manipulation d'échantillons sont sensibles et peuvent contribuer à une contamination.

La filtration est source de contamination en TFA. Dans le cas d'eaux chargées en matières en suspension (MES), il est nécessaire de laisser décanter ou réaliser une centrifugation pour ne pas récupérer de MES.

Pour s'assurer de limiter la contamination en TFA, une analyse de l'eau ultra pure prélevée directement au système de purification dans un flacon en polypropylène (PP) de 50 mL est réalisée. Si la concentration est négligeable ($< LQ/3$), cette même eau est utilisée pour la préparation de la gamme d'étalonnage et pour la dilution des échantillons si besoin.

De façon générale, des bonnes pratiques peuvent être appliquées par précaution (changement régulier de gants, séparation des étapes de préparation d'étalons et d'échantillons, ...). Une attention particulière doit être portée aux contaminations croisées entre les échantillons.

▪ **Interférents (préciser la matrice)**

- Interférents identifiés : chlorure (> 30 mg/L), bromure (> 1 mg/L) et sulfate (> 425 mg/L)
- Matrices testées : 3 eaux souterraines, 1 eau superficielle et 2 eaux minérales avec dopage anion/COD.

Protocole analytique

— Prétraitement

▪ **Fraction analysée**

Eau :

- Phase dissoute

Remarque : les composés analysés sont très hydrophiles (log D à pH 7 compris entre -0,5 et -1,9).

▪ **Conditionnement et conservation des échantillons**

| Protocole

Les échantillons sont conservés à l'obscurité à 4 ± 2 °C.

| Nature du contenant de stockage

Flacon en polypropylène (PP).

Ce type de contenant a donné de bons résultats mais d'autres types de contenant pourraient convenir après validation (verre, ...).

| Lavage du contenant

Contenant neuf à usage unique.

| Résultats de l'étude de stabilité (durée de stabilité, température...)

Les composés étudiés sont stables à 4°C pendant 4 semaines. Cependant les échantillons doivent être analysés dès que possible pour éviter une possible formation de TFA pendant le stockage, ce dernier étant un produit de dégradation de nombreux composés (pesticides, pharmaceutiques, PFAS...).

Ces données sont issues d'une étude de stabilité sur 4 semaines réalisée dans une eau souterraine et trois eaux superficielles (conductivité de 21 à 354 $\mu\text{S}/\text{cm}$, MES de < 0,5 à 35 mg/L, COT de < 0,5 à 10 mg/L) dopées à 500 ng/L. La stabilité est vérifiée en comparant les concentrations à 4 semaines à la concentration mesurée initialement, en prenant en compte 2 fois l'écart-type de fidélité intermédiaire (soit un critère d'instabilité maximale acceptable de 10% à 20% selon les composés). Les composés sont stables et aucune formation des composés n'est observée.

Concernant la formation de PFAS pendant la conservation, les PFAS étudiés peuvent être des produits de dégradation terminaux, entre autres, d'autres composés PFAS (précurseurs). Plus particulièrement, les précurseurs possibles qui seraient susceptibles de former du TFA pendant la conservation d'un échantillon sont nombreux étant donné que tout composé contenant un groupement trifluorométhyle lié au carbone (C-CF₃) peut se dégrader en TFA. Ces composés contenant le groupement C-CF₃ sont identifiés dans différentes utilisations comme composés phytosanitaires (37 identifiés) et composés pharmaceutiques (119 identifiés). D'après l'EFSA¹, les 37 composés phytosanitaires sont considérés stables (DT50 hydrolyse à 20°C et pH 7 supérieure ou égale à 1 mois) ou, dans le cas contraire, le TFA n'est pas mentionné comme métabolite. La recommandation d'une analyse dès que possible est maintenue compte tenu que l'étude de stabilité ne couvre pas toutes les substances et possiblement d'autres composés ne sont pas recensés dans l'étude bibliographique.

Les autres composés de cette méthode sont également des composés précurseurs pour la formation de TFA. Cependant, ils sont essentiellement non dégradables dans des conditions environnementales normales. La norme NF EN 17892 (Détermination de substances per- et polyfluoroalkylées dans l'eau potable) mentionne que les échantillons peuvent être conservés jusqu'à 60 jours à l'obscurité à 4 \pm 3°C avant traitement.

▪ Filtration

La filtration n'est pas réalisée pour éviter toute contamination en TFA. Pour des eaux chargées en MES, laisser décanter ou réaliser une centrifugation du flacon PP si nécessaire.

— Analyse

▪ Volume ou masse de la prise d'essai

Eau :

- Eau douce surface 1 mL
- Eau souterraine 1 mL

▪ Réactifs

- Méthanol de qualité LC/MS
- Eau ultra pure générée avec le système de purification IQ-7003

¹ Peer review of the pesticide risk assessment of the active substance

▪ Extraction

| Injection directe

Prélever 0,9 mL de l'échantillon, transférer dans un vial de 2 mL et ajouter 100 µL d'une solution de TFA¹³C₁ à 2 µg/L dans l'eau ultra-pure avant analyse.

Les vials de 2 mL sont en PP avec des bouchons entaillés en PP/polyimide.

▪ Volume ou masse finale avant analyse

1 mL (0,9 mL d'échantillon + 0,1 mL de TFA¹³C₁ à 2 µg/L).

▪ Méthode analytique utilisée

Chromatographie :

- Colonne IC Dionex™ IonPac™ AS19-4 µm (longueur de 250 mm et diamètre interne de 2 mm) et une colonne IC Dionex™ IonPac™ AG19-4 µm (longueur de 50 mm et diamètre interne de 2 mm).
- Volume d'injection : 50 µL (mode partiel avec une boucle de 100 µL).
- Rinçage pré/post injection avec 500 µL d'eau ultra pure.
- Échantillons maintenus à 10 °C sur le passeur d'échantillons
- Courant du supprimeur (statique) ADRS 600 = 64 mA
- La température du compartiment colonne est de 30 °C.
- La température du compartiment conductimètre et supprimeur est de 20 °C.
- Temps de la vanne de diversion vers la MS : de 2 à 21 min.
- Phase mobile :
 - Cartouche KOH EGC500 (gradient décrit dans le tableau ci-dessous)
 - Débit : 0,3 mL/min
 - Débit de la pompe pour le recyclage : 0,4 mL/min

Temps (min)	Concentration [KOH] (mM)
0	20
5,5	20
15	60
16	85
20	85
20,1	20
24	20

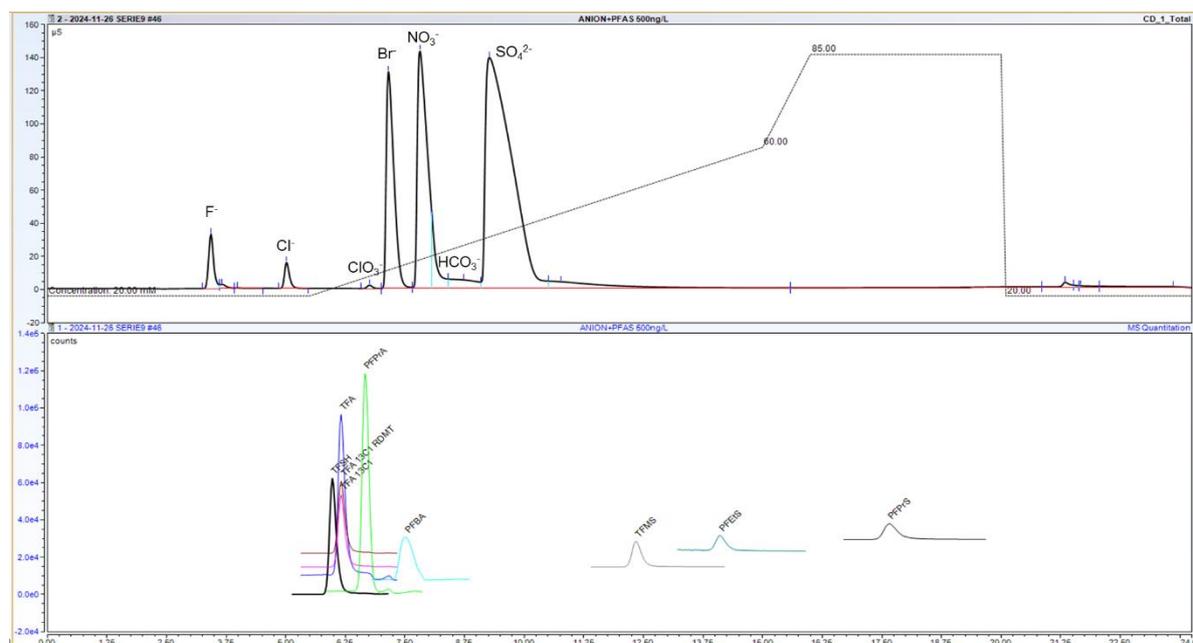
Spectrométrie de masse :

- Mode d'ionisation : ionisation électrospray, mode positif (ESI-)
- Capillaire = 2,5 KV
- Température du tube de transfert d'ion = 325 °C
- Température de vaporisation = 350 °C
- Sheath Gas (Arb) = 50
- Aux Gas (Arb) = 10
- Sweep Gas (Arb) = 1
- Q1 resolution (FWHM) = 0,7
- Q3 résolution (FWHM) = 1,2
- CID gas = 2 mTorr
- Source Fragmentation = 0

Tableau des ions utilisés en spectrométrie de masse, temps de rétention (Tr) et conditions d'ionisation et de fragmentation :

	Tr (min)	Polarité ESI	RF Lens (V)	Transition de quantification en uma (Energie de collision en eV)	Transition de confirmation en uma (Energie de collision en eV)
TFSH	6,1	Négative	31	133>83 (10)	133>69 (14)
TFA	6,3	Négative	32	113>69 (12)	-
TFA ¹³C₁	6,3	Négative	31	114>69 (12)	-
PFPrA	6,8	Négative	31	163>119 (10)	163>69 (36)
PFBA	7,8	Négative	30	213>169 (9)	-
TFMSA	12,6	Négative	56	149>99 (24)	149>83 (18)
PFEtS	14,4	Négative	59	199>99 (25)	199>80 (26)
PFPrS	17,9	Négative	75	249>99 (26)	249>80 (29)

Superposition de chromatogrammes d'un mélange Eau ultra-pure/Vittel® dopé en anions et PFAS avec détections par conductimétrie et spectrométrie de masse :



■ Equipements² (modèles utilisés)

- Système de chromatographie ionique ICS-6000 HPIC (ThermoFisher) équipé d'une double pompe isocratique, un générateur d'éluant, un suppresseur pour les anions ADRS 600 et un détecteur conductimétrique.
- Un passeur automatique d'échantillons AS-AP réfrigéré (ThermoFisher).
- Spectromètre de masse en tandem (triple quadripôle) Altis Plus (ThermoFisher) en mode SRM (Selected Reaction Monitoring).
- Système de purification d'eau milliQ IQ-7003 (Merck).

² 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

▪ Type d'étalonnage

- Interne pour TFSH, TFA, PFPrA et PFBA avec le TFA $^{13}\text{C}_1$.
- Externe pour TFMSA, PFEtS et PFPrS. Il a été démontré que dans le domaine d'application de la méthode, l'utilisation d'un étalon interne n'est pas nécessaire. Le TFA $^{13}\text{C}_1$ se comporte différemment de ces 3 composés et peut apporter un biais au résultat. Il n'existe pas dans le commerce de composés marqués pour ces 3 composés.

▪ Modèle utilisé

Linéaire pondéré en $1/x$.

▪ Etalons / Traceurs utilisés

- Les standards individuels sont sous forme liquide pour 6 des 7 composés (50 à 100 mg/L dans le méthanol ou l'acétonitrile). Le TFSH est commercialisé uniquement sous forme solide. Une solution mère de TFSH est préparée à 100 mg/L dans le méthanol. À partir de l'ensemble des solutions individuelles, une solution est préparée à 1 mg/L dans le méthanol.
- Une solution avec l'étalon interne TFA $^{13}\text{C}_1$ est préparée à 2 µg/L dans l'eau à partir d'une solution commercialisée à 100 mg/L dans le méthanol. Un volume de 0,1 mL de cette solution est ajouté dans 0,9 mL d'échantillon d'eau soit une teneur finale de l'étalon interne de 200 ng/L. Lors du choix de l'étalon interne marqué il est important de contrôler la teneur en TFA non marqué (exemple d'une autre solution commerciale de TFA $^{13}\text{C}_2$ présentant une teneur en TFA de 100 ng/L).
- L'ensemble des dilutions suivantes et des solutions d'étalonnage sont préparées dans l'eau ultra-pure.

▪ Domaine de concentration

Préparation d'une gamme d'étalonnage de 5 à 5000 ng/L avec des domaines de concentration différents selon les composés :

Composés	Domaine de concentration (ng/L)
TFSH, PFPrA, PFBA, TFMSA et PFPrS	5 à 5000 ng/L
TFA	50 à 5000 ng/L
PFEtS	20 à 5000 ng/L

▪ Méthodes de calcul des résultats

Des contrôles qualité (blancs et échantillons dopés) sont mis en œuvre à chaque série d'analyses.

| Rendement

- L'étalon interne TFA $^{13}\text{C}_1$ permet de corriger les concentrations mesurées en TFSH, TFA, PFPrA et PFBA.
- Pour les autres composés, le rendement de l'étalon interne n'est pas utilisé (pas de correction de rendement).

| Blancs matrice

- Matrice utilisée : eau ultra-pure.
- Soustraction du blanc : non.
- Les blancs d'appareillage et de méthode doivent être mis en œuvre lors de chaque série d'analyse et de dilution avec une eau ultra-pure. Les valeurs typiques de blanc sont inférieures aux LQ. En cas de contamination de ces blancs ($> \text{LQ}$), la série analytique est invalidée.

Références de la méthode

- La méthode est dérivée de la publication suivante

Sans objet

- Norme dont est tirée la méthode

Sans objet

- Niveau de validation selon Norman

Niveau 1

Paramètres de validation de la méthode

- Norme utilisée

Protocole de validation adapté de NF T 90-210 (2018)

- Domaine de validation

De 10 à 4000ng/L selon les composés de la validation :

Composés	Domaine de validation (ng/L)
TFSH, PFPrA, PFBA, TFMSA et PFPrS	10 à 4000 ng/L
TFA et PFEtS	100 à 4000 ng/L

- Matériaux de référence utilisés

Pas de matériau de référence.

- Blancs analytiques (concentration ou résultat maximum acceptable)

Eau ultra-pure, concentration inférieure à la limite de quantification.

- Rendement

L'étude de rendement (ou taux de recouvrement) est réalisée dans des conditions de fidélité intermédiaire avec six eaux dopées chacune à six niveaux de concentration (10, 20, 100, 200, 500 et 4000 ng/L) en duplicat (6 eaux x 6 niveaux x 2 réplicats).

Les six eaux utilisées lors de la validation sont sélectionnées afin de répondre aux principales caractéristiques des eaux de surface/souterraine en France et avec des teneurs en TFA si possible inférieures ou équivalentes à la LQ. Des eaux minérales sont utilisées pour répondre à ces critères et notamment pour leurs teneurs importantes en anions. Afin de vérifier l'ensemble des paramètres à différentes teneurs, des dopages en anion et carbone organique dissous (COD) ont été effectués dans de l'eau souterraine et de la Vittel (voir ci-dessous).

Série	Type d'eau	pH	Conductivité µS/cm	MES mg/L	COT mg/L	F ⁻ mg/L	Cl ⁻ mg/L	ClO ³⁻ mg/L	Br ⁻ mg/L	NO ³⁻ mg/L	SO ₄ ²⁻ mg/L	HCO ₃ ⁻ mg/L	Ca ²⁺ mg/L	Mg ²⁺ mg/L
1	Eau souterraine 1	5,8	63	<	<0,5	<0,05	8	<0,005	<0,05	1,6	0,8	31	1,4	1,0
2	Eau souterraine 2	7,5	230	<	<0,5	0,06	3,9	<0,005	<0,05	<0,5	2,6	144	32,2	6,1
3	Evian	7,2	556	<	<0,5	0,07	11,5	<0,005	<0,05	3,8	14,5	351	84,6	26,9
4	Rivière	6,6	21	34,6	4,2	<0,05	2,1	<0,005	<0,05	0,5	<0,5	23	0,9	0,6
5	Eau souterraine 3 dopée en anion	5,8	na	<	<0,5	2	30	0,2	1	75	0,5	40	2,2	3,0
6	Vittel dopé en COD	7,6	1041	<	10	0,3	7	<0,005	<0,05	4,3	425	399	203,8	43,1

Le tableau ci-dessous présente, pour chaque paramètre de la matrice la teneur maximale testée lors de la validation et la proportion des échantillons d'eau souterraine/de surface en France dont les teneurs sont inférieures à ces valeurs (source ADES et Naiades). Les teneurs testées permettent donc bien de répondre aux principales caractéristiques des eaux de surface/souterraine en France.

	MES mg/L	COT mg/L	F- mg/L	Cl- mg/L	ClO ₃ - mg/L	Br- mg/L	NO ₃ - mg/L	SO ₄ ²⁻ - mg/L	HCO ₃ - mg/L	Ca ²⁺ mg/L	Mg ²⁺ mg/L
Teneur max	35	4,2	2	30	0,2	1	75	425	400	200	40
percentile ESO en France	100%	100%	100%	80%	99%	100%	99%	100%	95%	100%	99%
percentile ESU en France	95%	90%	100%	75%	100%	90%	100%	95%	99%	100%	99%

Les six eaux sont analysées indépendamment sur six jours différents. Les rendements correspondent aux rendements corrigés à l'aide de l'étalon interne (TFA ¹³C₁) pour le TFSH, le TFA, le PFPrA et le PFBA et aux rendements bruts sans correction de l'étalon interne pour le TFMSA, le PFEtS et le PFPrS.

| Par molécule : moyenne et écart-type (n=2) par niveau de dopage

- Pour le TFSH :

	10 ng/L	20 ng/L	100 ng/L	200 ng/L	500 ng/L	4000 ng/L
Série 1	95 ± 1%	98 ± 5%	104 ± 2%	104 ± 1%	105 ± 1%	100 ± 1%
Série 2	97 ± 0%	95 ± 1%	103 ± 1%	104 ± 2%	102 ± 1%	99 ± 2%
Série 3	107 ± 2%	114 ± 3%	115 ± 1%	116 ± 0%	115 ± 3%	92 ± 0%
Série 4	92 ± 2%	95 ± 1%	92 ± 2%	95 ± 1%	98 ± 1%	95 ± 0%
Série 5	109 ± 1%	115 ± 5%	117 ± 1%	121 ± 0%	120 ± 3%	113 ± 1%
Série 6	105 ± 4%	102 ± 1%	109 ± 4%	112 ± 0%	114 ± 2%	106 ± 1%

- Pour le TFA :

	100 ng/L	200 ng/L	500 ng/L	4000 ng/L
Série 1	110 ± 9%	115 ± 4%	113 ± 3%	103 ± 0%
Série 2	83 ± 14%	98 ± 4%	99 ± 1%	96 ± 2%
Série 3	96 ± 4%	110 ± 1%	115 ± 0%	95 ± 0%
Série 4	102 ± 4%	104 ± 5%	107 ± 3%	96 ± 1%
Série 5	102 ± 3%	108 ± 2%	107 ± 4%	99 ± 2%
Série 6	96 ± 6%	105 ± 16%	104 ± 0%	97 ± 2%

- Pour le PFPrA :

	10 ng/L	20 ng/L	100 ng/L	200 ng/L	500 ng/L	4000 ng/L
Série 1	85 ± 5%	88 ± 1%	105 ± 2%	102 ± 1%	107 ± 2%	101 ± 1%
Série 2	76 ± 6%	81 ± 5%	94 ± 3%	102 ± 2%	104 ± 0%	100 ± 1%
Série 3	109 ± 5%	102 ± 3%	109 ± 2%	111 ± 1%	114 ± 2%	93 ± 1%
Série 4	84 ± 6%	84 ± 0%	91 ± 1%	96 ± 2%	101 ± 2%	97 ± 0%
Série 5	102 ± 6%	104 ± 3%	106 ± 2%	109 ± 1%	111 ± 1%	104 ± 1%
Série 6	95 ± 5%	109 ± 8%	111 ± 1%	111 ± 4%	115 ± 1%	108 ± 3%

- Pour le PFBA :

	10 ng/L	20 ng/L	100 ng/L	200 ng/L	500 ng/L	4000 ng/L
Série 1	84 ± 1%	88 ± 2%	101 ± 1%	99 ± 3%	100 ± 0%	99 ± 1%
Série 2	88 ± 2%	90 ± 4%	99 ± 3%	103 ± 1%	104 ± 2%	102 ± 2%
Série 3	103 ± 4%	106 ± 3%	107 ± 4%	108 ± 0%	111 ± 3%	88 ± 0%
Série 4	86 ± 2%	98 ± 0%	90 ± 4%	95 ± 2%	96 ± 1%	93 ± 2%
Série 5	88 ± 8%	92 ± 6%	104 ± 2%	102 ± 4%	108 ± 5%	105 ± 1%
Série 6	102 ± 7%	103 ± 2%	98 ± 3%	102 ± 2%	106 ± 1%	99 ± 0%

- Pour le TFMSA :

	10 ng/L	20 ng/L	100 ng/L	200 ng/L	500 ng/L	4000 ng/L
Série 1	111 ± 2%	102 ± 1%	98 ± 2%	93 ± 1%	91 ± 3%	92 ± 1%
Série 2	98 ± 6%	90 ± 10%	87 ± 2%	90 ± 3%	90 ± 0%	95 ± 4%
Série 3	134 ± 2%	122 ± 1%	109 ± 4%	107 ± 1%	108 ± 1%	96 ± 1%
Série 4	111 ± 2%	99 ± 4%	91 ± 5%	89 ± 2%	92 ± 3%	93 ± 1%
Série 5	95 ± 6%	97 ± 3%	90 ± 5%	90 ± 3%	95 ± 2%	90 ± 2%
Série 6	79 ± 1%	84 ± 1%	79 ± 0%	77 ± 2%	80 ± 3%	78 ± 2%

- Pour le PFEtS :

	100 ng/L	200 ng/L	500 ng/L	4000 ng/L
Série 1	95 ± 4%	91 ± 1%	92 ± 1%	94 ± 1%
Série 2	83 ± 0%	91 ± 2%	90 ± 1%	94 ± 3%
Série 3	97 ± 4%	98 ± 1%	106 ± 1%	93 ± 2%
Série 4	91 ± 3%	93 ± 4%	91 ± 0%	93 ± 1%
Série 5	118 ± 7%	103 ± 12%	94 ± 1%	90 ± 1%
Série 6	98 ± 8%	90 ± 4%	89 ± 0%	90 ± 1%

- Pour le PFPrS :

	10 ng/L	20 ng/L	100 ng/L	200 ng/L	500 ng/L	4000 ng/L
Série 1	112 ± 2%	99 ± 2%	97 ± 0%	94 ± 2%	95 ± 4%	97 ± 0%
Série 2	108 ± 6%	89 ± 11%	89 ± 2%	92 ± 3%	94 ± 3%	95 ± 3%
Série 3	129 ± 1%	111 ± 3%	104 ± 0%	105 ± 2%	110 ± 1%	97 ± 1%
Série 4	109 ± 0%	104 ± 0%	93 ± 4%	93 ± 3%	93 ± 2%	91 ± 4%
Série 5	122 ± 12%	99 ± 0%	95 ± 2%	92 ± 5%	99 ± 2%	98 ± 3%
Série 6	124 ± 7%	117 ± 6%	100 ± 0%	100 ± 4%	101 ± 0%	99 ± 0%

▪ Limite de quantification (LQ) et Limite de détection (LD)

La limite de quantification a été vérifiée par dopage dans 6 eaux, en duplicat (voir rendement).

Composés	LQ (ng/L)
TFSH, PFPrA, PFBA, TFMSA et PFPrS	10
TFA et PFEtS	100

Pour information, les performances observées lors de la validation doivent permettre d'atteindre une LQ de 50 ng/L en TFA mais ce niveau de concentration n'a pas été intégré au plan d'essai de la validation.

▪ **Incertitudes (%) sur les résultats**

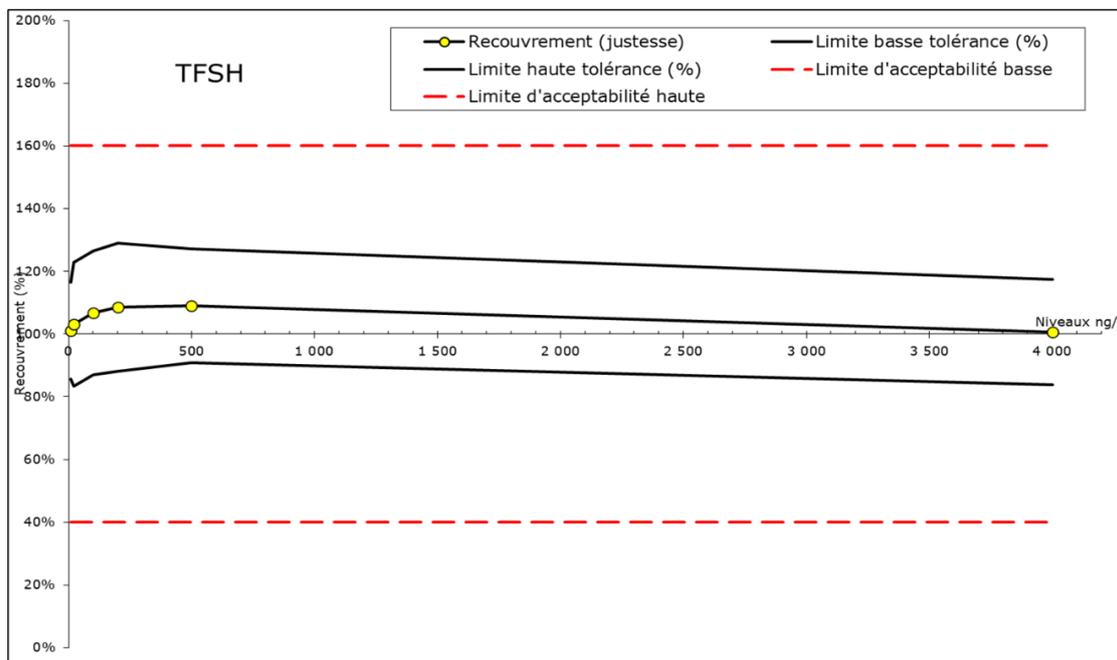
L'évaluation de l'incertitude est effectuée en utilisant la norme ISO 11352 et les résultats de l'étude de rendement (ajout des composés dans 6 eaux avec réalisation de deux répliquats pendant 6 jours différents à 4 ou 6 niveaux de concentration). Elle prend en compte l'incertitude liée au biais et l'incertitude liée à la fidélité.

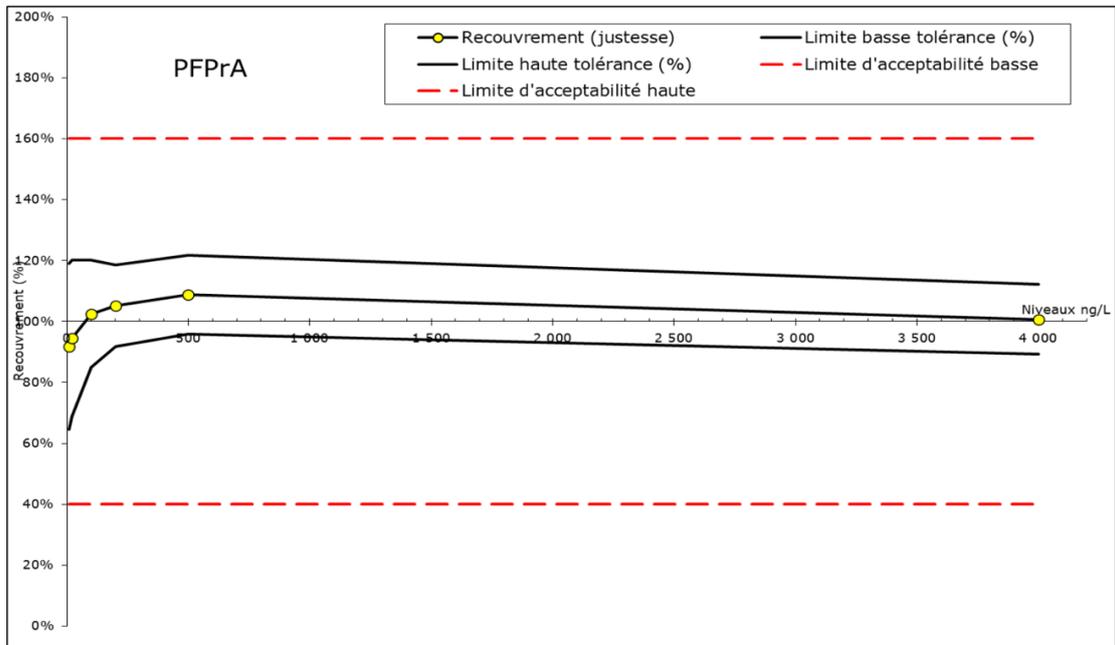
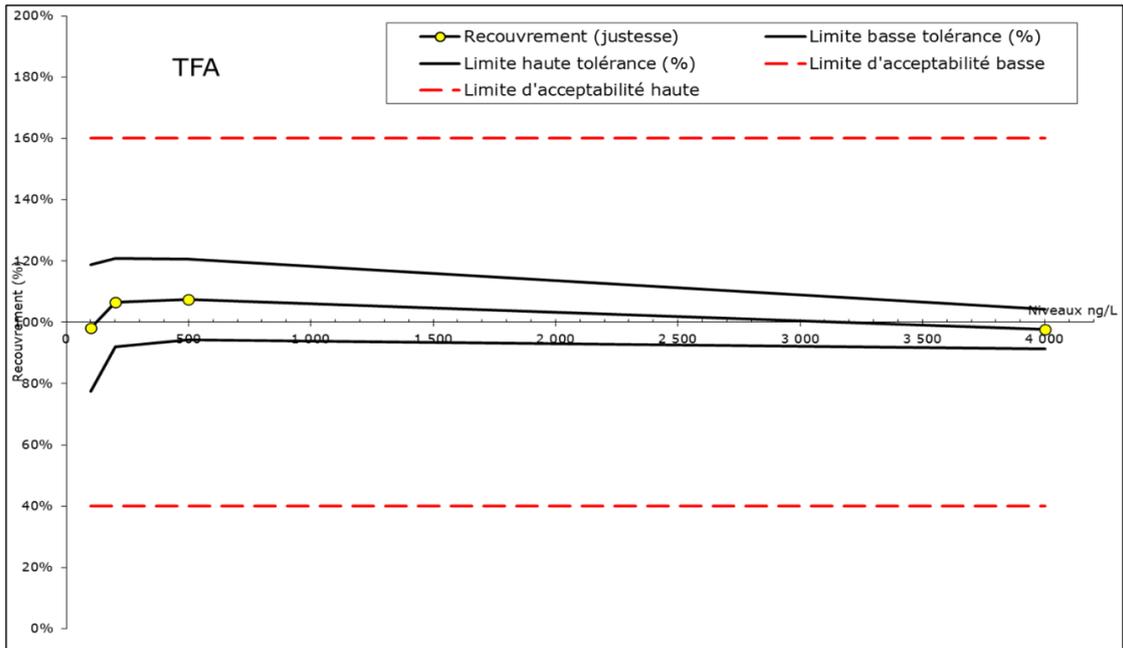
Incertitude U élargie % (k=2) :

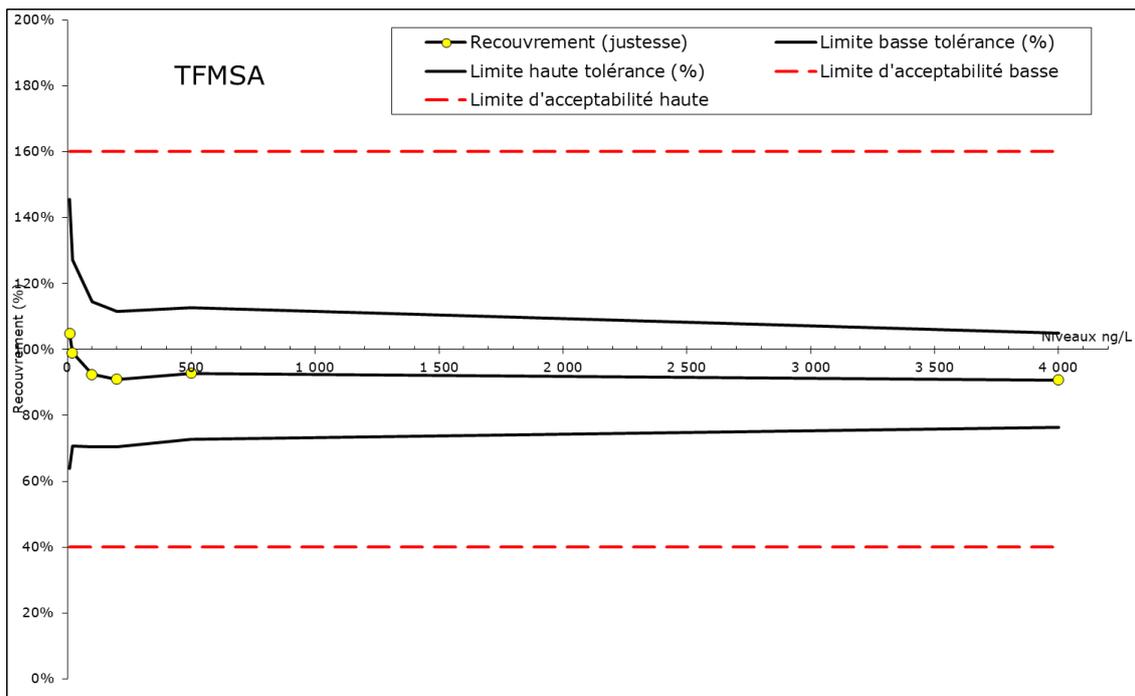
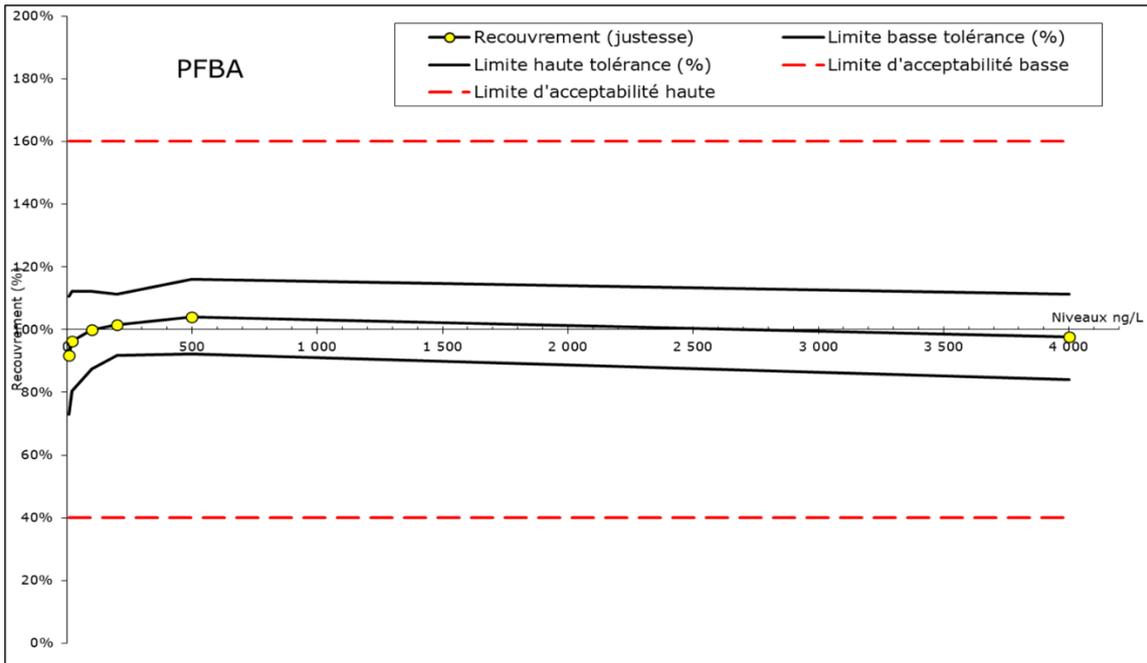
Composé	10 ng/L	20 ng/L	100 ng/L	200 ng/L	500 ng/L	4000 ng/L
TFSH	30					25
TFA			30	25		15
PFPrA	45	40	25			20
PFBA	35	25	20			
TFMSA	50	40			35	30
PFEtS			35	25		20
PFPrS	40	30	20			15

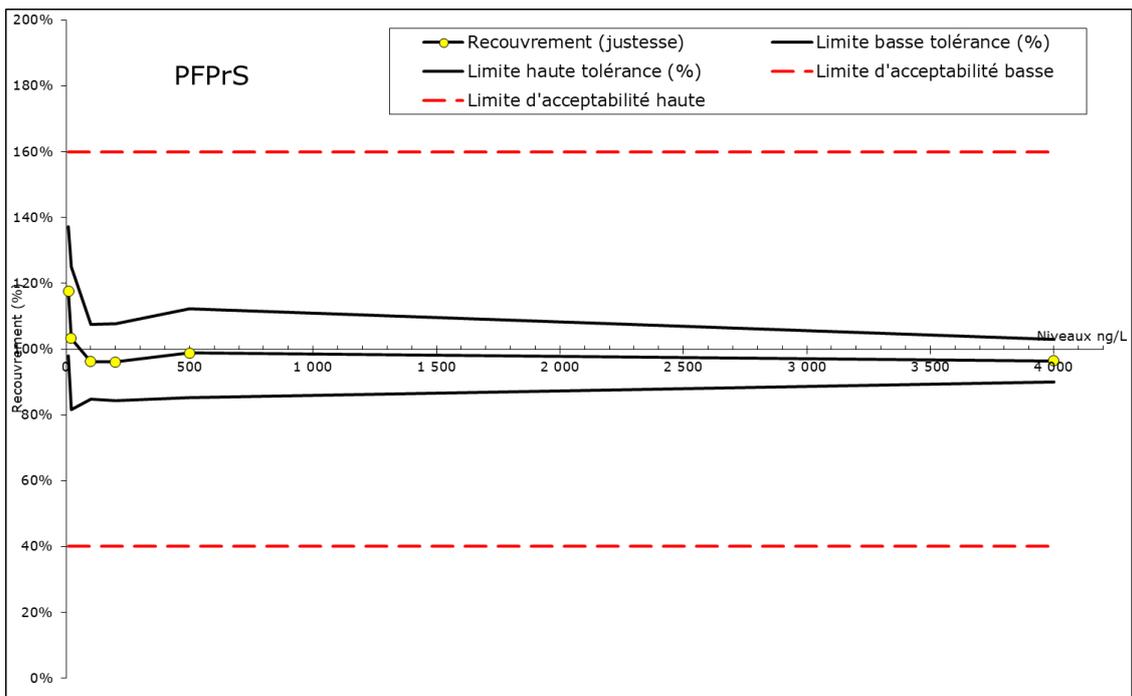
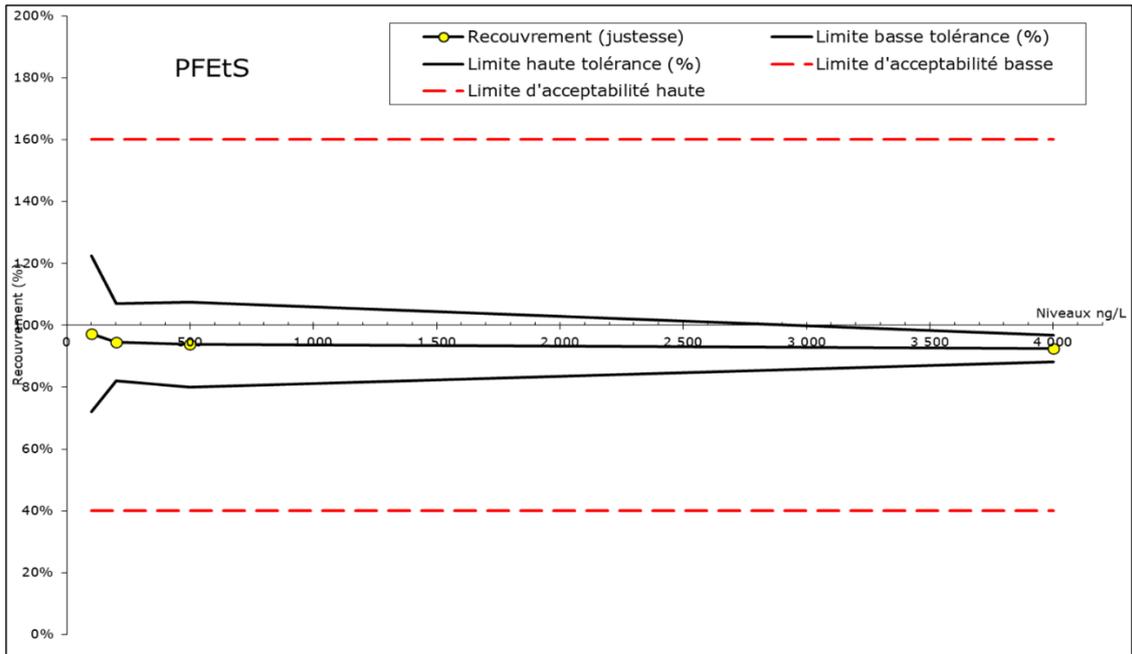
Profils d'exactitude :

La limite d'acceptabilité à la LQ est fixée à 60% et à 30% pour les autres niveaux.









Contact

- **Auteur**

Sébastien BRISTEAU (BRGM)

- **Contact**

s.bristeau@brgm.fr