

Métabolite du chlordecone : chlordecone-5b-hydro

Méthode d'analyse dans les eaux

Références de la méthode

La méthode qui suit est dérivée de la publication suivante	Sans objet
Norme dont est tirée la méthode	Sans objet
Niveau de validation selon Norman	Niveau 1
Code SANDRE de la méthode (suivant niveau de validation)	Sans objet

Généralités

Nom de la famille de substances	Pesticide organochloré
Nom des substances individuelles	Chlordécone-5b-hydro
Code(s) SANDRE des substances individuelles	Code 6577
Matrice analysée	Eau : Eau douce de surface Eau souterraine
Acronyme	LLE/GC-MSMS
Principe de la méthode	Extraction liquide-liquide et analyse en chromatographie phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse en mode tandem (trappe ionique).

Domaine d'application	Limite de quantification : 30 ng/L
Paramètres à déterminer en parallèle à l'analyse	Sans objet
Précautions particulières à respecter lors de la mise en œuvre de la méthode	Sans objet

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 (phase dissoute et phase particulaire)
Conditionnement et conservation des échantillons - Protocole :	Les échantillons sont conservés à l'obscurité à 4 °C et seront extraits dans les 48 heures.
- Nature du contenant de stockage :	Verre ambré (certifié EPA)
- Lavage du contenant :	Contenant neuf utilisé sans rinçage
- Résultats de l'étude de stabilité (durée de stabilité, température,...) :	Sans objet
Filtration : - Type de filtre et méthode de nettoyage :	Sans objet
- Type de support de filtration :	Sans objet
Pré-traitement des échantillons liquide ou solide	Sans objet

Analyse

Volume ou masse de la prise d'essai (mL ou mg selon la phase analysée)	Eau : 1000 mL
---	---------------

Dérivation

- Conditions (réactifs, solvants, pH, température et durée)

Sans objet

Extraction

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

Ajuster à pH = 2,5 l'échantillon avant l'extraction avec de l'acide sulfurique (dilué au 1/2).

Ajout du traceur (chlorodecane ¹³C). Extraction avec 3 fois 60 mL d'un mélange hexane /acétone 85/15 (v/v).

Evaporer à sec le mélange hexane/acétone et reprise dans 0,5 mL de cyclohexane.

- Micro-onde (préciser la nature et le volume du solvant ainsi que les paramètres d'utilisation de l'appareil)

Sans objet

- SPE (préciser le type de cartouche, la nature et les volumes des solvants de lavage et d'élution)

Sans objet

- PFE (T°C, P, solvant d'extraction, nombre de cycles, % de flush)

Sans objet

- Micro extraction (support, durée d'exposition, température, sel)

Sans objet

- Autre (préciser)

Sans objet

Purification

(type de purification, paramètres de purification, méthode de concentration)

Sans objet

Conservation de l'extrait

Conservation des extraits à -20°C

Minéralisation

Type d'appareil utilisé
Durée et température et de minéralisation :
Réactifs utilisés :

Sans objet

Volume ou masse finale avant analyse :

0,5 mL dans le cyclohexane

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

Débit : 1 mL/min en hélium

Programmation en température du four GC :

Température (°C)	Rampe (°C/min.)	Durée (min.)
85	-	0,5
85 à 200	20	-
200 à 260	10	-
260 à 320	20	-
320	-	1,5

Programmation en température de l'injecteur :

Température (°C)	Rampe (°C/min.)	Durée (min.)
90	-	0,2
90 à 105	5	-
105	-	0,2
105 à 300 (splitless 0.9min)	10	-
300	-	1
300 à 320	10	-
320	-	5

Colonne : Rxi-1ms® (30m, 0,25 mm ID, 0,25µm Df) (phase stationnaire 100% polydiméthyle siloxane)

Injection en LVI (large volume) : 30 µL

Débit du split : 100 mL/min

Pression de l'injecteur : 100 kPa

Mode ionisation : impact électronique

Analyseur : trappe ionique (MS²)

Tableau des ions utilisés en spectrométrie de masse :

Composés	Ion précurseur (m/z)	Ions fils de quantification (m/z)
Chlordecone-5b-hydro	272	235+237
CB53 (étalon interne)	292	255+257
Chlordecone ¹³ C (traceur)	279	244

Equipement ¹(modèles utilisés) :

Equipement Thermo-Fisher :

- Autosampler AS2000
- Four GC : TraceGC
- Trappe d'ion PolarisQ

Type d'étalonnage

Interne

Modèle utilisé

Régression quadratique pondérée en 1/x

Etalons / Traceurs utilisés

Etalon interne : CB53. L'étalon interne à 500 µg/L est ajouté (50 µL) avant l'injection de l'extrait pour une concentration finale dans l'extrait final de 50 µg/L.

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

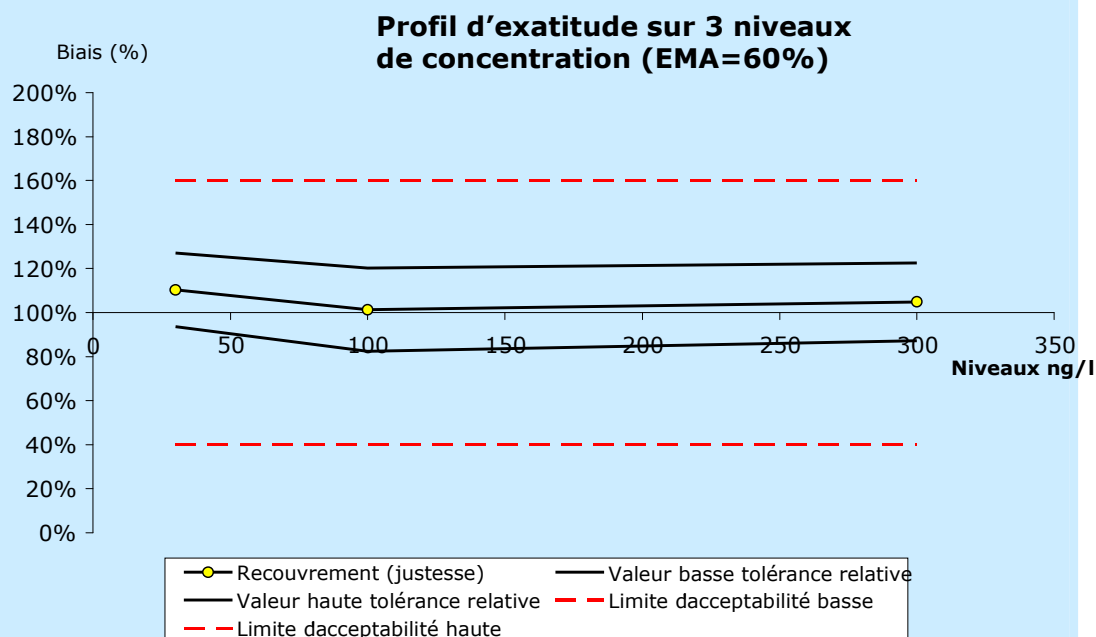
Domaine de concentration	Traceur : chlordecone ¹³ C. Le traceur à 100 µg/L est ajouté (1 mL) avant l'extraction de l'échantillon pour une concentration finale dans l'échantillon de 0,1 µg/L.
Méthode de calcul des résultats	Domaine de la gamme d'étalonnage : 25 à 250 µg/L.
Rendement	Utilisation du rendement : Correction par le calcul (cf. détermination du rendement)
Blancs	Blancs sur toute la méthode, réalisés avec 1000 mL d'eau de source (Evian)

Paramètres de validation de la méthode

Norme utilisée	NF T 90-210 (Mai 2009)		
Modèle utilisé	Régression quadratique pondérée en 1/x		
Domaine de validation	30 à 300 ng/L		
Matériaux de référence certifiés utilisés	Pas de matériau disponible		
Blancs analytiques (concentration ou résultat maximum acceptable)	Les résultats doivent être inférieurs à la limite de quantification pour valider la série		
Rendement			
- par type de matrice	Etudié dans l'eau de source (eau souterraine)		
- par niveau de concentration	Le rendement d'extraction est évalué dans des conditions de fidélité intermédiaire selon la norme NF T90-210 (mai 2009). L'eau de source est dopée à trois niveaux de concentration : la limite de quantification (30 ng/L), 100 et 300 ng/L. Deux réplicats sont extraits par série. Cette série est répétée 5 fois et analysée dans des conditions de reproductibilité.		
	Niveau de dopage	Moyenne rendement	Ecart-type de fidélité intermédiaire (sFI)
	LQ (30 ng/L) (n=10)	110%	9%
	100 ng/L (n=10)	101%	10%
	300 ng/L (n=10)	105%	9%
- par molécule (si moyenne préciser le nombre de répétitions et l'écart-type)	Sans objet		
Limite de détection (LD)	La limite de quantification du chlordecone-5b-hydro est de 30 ng/L.		
Limite de quantification (LQ) (indiquez la méthode de	Elle a été vérifiée selon la norme NF T90-210 dans une eau de source (Evian). L'exactitude de la LQ est vérifiée à 30 ng/L par rapport à un écart maximal accepté (EMA) de 60% de la LQ selon les critères de la norme 90-210.		

détermination en précisant la matrice testée)

La limite de détection est obtenue en divisant la limite de quantification par 3.



Spécificité de la méthode (préciser la matrice)

Matrice testée : eau de source (Evian)

Pas d'interférences identifiées

Données de spécificité en cours d'acquisition

Incertitudes (%) sur les résultats

L'incertitude est calculée à partir des données de fidélité intermédiaire et d'un terme lié à la justesse (incertitude sur la valeur de la solution de dopage).
Facteur d'élargissement : $k = 2$

- par type de matrice

Etude dans l'eau de source (eau souterraine)

- par niveau de concentration

substances	LQ à 100 ng/L	100 à 300 ng/L
Chlordecone-5b-hydro	25%	20%

- par molécule
(reproductibilité avec méthode de détermination)

Méthode mono-analyte

Contacts

Auteurs	S.Bristeau
Institut	BRGM
Adresses mail	s.bristeau@brgm.fr