

Musc xylène

Méthode d'analyse dans les eaux souterraines – eau brute
(cf commentaire « domaine d'application »)

Références de la méthode

La méthode qui suit est dérivée de la publication suivante	Simonich SL, Begley WM, Debaere G, Eckhoff WS (2000) - Trace analysis of fragrance materials in wastewater and treated wastewater. Environ Sci Technol 34:959–965
Norme dont est tirée la méthode	/
Niveau de validation selon Norman	Niveau 1
Code SANDRE de la méthode (suivant niveau de validation)	

Généralités

Nom de la famille de substances	Muscs nitrés
Nom des substances individuelles	Musc xylène (MX)
Code(s) SANDRE des substances individuelles	6342
Matrice analysée	Eau : Eau souterraine
Acronyme	ELL/CG/SM
Principe de la méthode	Extraction liquide/liquide et analyse par chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse

Domaine d'application	La méthode est validée sur une matrice sans MES (eau souterraine - eau de source). Toutefois, compte tenu du type d'extraction effectuée (triple extraction liquide liquide), elle devrait être adaptable à des échantillons d'eau faiblement chargés en MES (moins de 50 mg/l au moins). Ceci n'est toutefois pas validé dans le cadre de cette fiche. La limite de quantification est de 30 ng/l. La concentration maximale testée est de 250 ng/l.
Paramètres à déterminer en parallèle à l'analyse	/
Précautions particulières à respecter lors de la mise en œuvre de la méthode	Nettoyage de la verrerie : utilisation d'un détergent exempt d'agent parfumant. Passage de la verrerie au four (500°C – 2 heures). Opérateur : éviter le port et l'utilisation de produits contenant les produits cibles (parfums par exemple).

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
Conditionnement et conservation des échantillons	
- Protocole :	Conservation à l'obscurité et à 4°C. Extraction dans les 48 h suivant le prélèvement
- Nature du contenant de stockage :	Flacon verre ambré certifié
- Lavage du contenant :	Flacon neuf
- Résultats de l'étude de stabilité (durée de stabilité, température,...) :	Pas d'étude de stabilité ; délais de conservation basé sur les indications les plus restrictives des normes dédiées aux composés organiques.
Filtration :	Aucune

Pré-traitement des échantillons liquide ou solide	Ajout d'un traceur : 50 µl d'une solution à 10 mg/l (acétone) de musc xylène d-15 (MX-d15), soit 500 ng/l dans l'échantillon.
--	---

Analyse

Volume ou masse de la prise d'essai (mL ou mg selon la phase analysée)	1 litre
Dérivation	Aucune
Extraction - Liquide / Liquide	Dichlorométhane : 3 x 60 ml Agitation mécanique 3 x 20 min Concentration par évaporateur rotatif à 5-10 ml Concentration sous courant d'azote à 0,5 environ et reprise au cyclohexane jusqu'à un volume final de 1 ml.
Purification	Aucune
Conservation de l'extrait	Conservation au congélateur avant analyse.
Minéralisation	Sans objet

Volume ou masse finale avant analyse :	1 ml (cyclohexane) – rajouter 50 µl d'une solution à 10 mg/l de tonalide d-3 (AHTN-d3) - (cyclohexane) pour 1 ml d'extrait. (Etalon interne)																															
Méthode analytique utilisée	<p><u>Chromatographie :</u> Mode d'injection : splitless Volume injecté : 1 µl Température d'injecteur : 280°C Type d'insert : simple gooseneck désactivé Siltek Débit colonne : 1 ml/min Température ligne de transfert : 280 °C Colonne : DB5MS (30 m x 0,25 mm x 0,25 µm) Gradient de température :</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Température (°C)</th> <th>Rampe (°C/min)</th> <th>Plateau (min)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>80</td> <td>/</td> <td>1</td> </tr> <tr> <td>150</td> <td>10</td> <td>7</td> </tr> <tr> <td>280</td> <td>5</td> <td>26</td> </tr> <tr> <td>300</td> <td>30</td> <td>2</td> </tr> </tbody> </table> <p><u>Spectrométrie de masse :</u> mode Impact Electronique (40 à 650 m/z)</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Composés</th> <th>Temps de rétention indicatif (min)</th> <th>Ion(s) quantifiant(s) (u.m.a.)</th> <th>Ion(s) qualifiant(s) (u.m.a.)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>MX</td> <td>17,86</td> <td>282 – 297</td> <td>282 – 297</td> </tr> <tr> <td>MX-d15</td> <td>17,60</td> <td>294</td> <td>294</td> </tr> <tr> <td>AHTN-d3</td> <td>17,91</td> <td>261 - 246</td> <td>261 - 246</td> </tr> </tbody> </table>	Température (°C)	Rampe (°C/min)	Plateau (min)	80	/	1	150	10	7	280	5	26	300	30	2	Composés	Temps de rétention indicatif (min)	Ion(s) quantifiant(s) (u.m.a.)	Ion(s) qualifiant(s) (u.m.a.)	MX	17,86	282 – 297	282 – 297	MX-d15	17,60	294	294	AHTN-d3	17,91	261 - 246	261 - 246
Température (°C)	Rampe (°C/min)	Plateau (min)																														
80	/	1																														
150	10	7																														
280	5	26																														
300	30	2																														
Composés	Temps de rétention indicatif (min)	Ion(s) quantifiant(s) (u.m.a.)	Ion(s) qualifiant(s) (u.m.a.)																													
MX	17,86	282 – 297	282 – 297																													
MX-d15	17,60	294	294																													
AHTN-d3	17,91	261 - 246	261 - 246																													
Equipement¹(modèles utilisés) :	<p>Equipement Varian :</p> <ul style="list-style-type: none"> - CG 3400 - SM Saturn 2000 																															
Type d'étalonnage	Interne																															
Modèle utilisé	Etalonnage linéaire																															
Étalons / Traceurs utilisés	<p><u>Traceur</u> : musc xylène d-15 (MX-d15) - 50 µl d'une solution à 10 mg/l (acétone) pour 1 litre d'échantillon. <u>Etalon interne</u> : tonalide d-3 (AHTN-d3) - 50 µl d'une solution à 10 mg/l (cyclohexane) pour 1 ml d'extrait.</p>																															
Domaine de concentration	Étalons : 25 à 250 µg/l dans le cyclohexane																															
Méthode de calcul des résultats																																
Rendement	Utilisation du rendement : correction par le calcul avec le rendement moyen obtenu sur l'ensemble de la gamme : 81 ± 17%.																															

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

Blancs	Matrice : eau de source Méthode : toute la procédure Soustraction du blanc : non Critère : inférieur à la LQ
--------	---

Paramètres de validation de la méthode

Norme utilisée	NF T 90-210 (mars 2009)
Modèle utilisé	Régression linéaire
Domaine de validation	30 à 250 ng/l dans l'eau

Matériaux de référence certifiés utilisés	Non disponible
--	----------------

Blancs analytiques	Doit être inférieur à la limite de quantification (30 ng/l)
---------------------------	---

Rendement
- par type de matrice
- par niveau de concentration

/

Substance	matrice / C	R % (n=10)	matrice / C	R % (n=10)	matrice / C	R % (n=10)
Musc xylène	Eau de source 30 ng/l	73 ± 13	Eau de source 100 ng/l	87 ± 18	Eau de source 250 ng/l	83 ± 17

n = 10 répétitions en conditions de fidélité intermédiaire (5 jours x 2 réplicats)

- par molécule

/

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

substances	LQ (unité)	LD (unité)
Musc xylène	30 ng/l	10 ng/l

Réalisée par dopage dans de l'eau de source, selon NF T 90-210 (mars 2009)

Spécificité de la méthode (préciser la matrice)

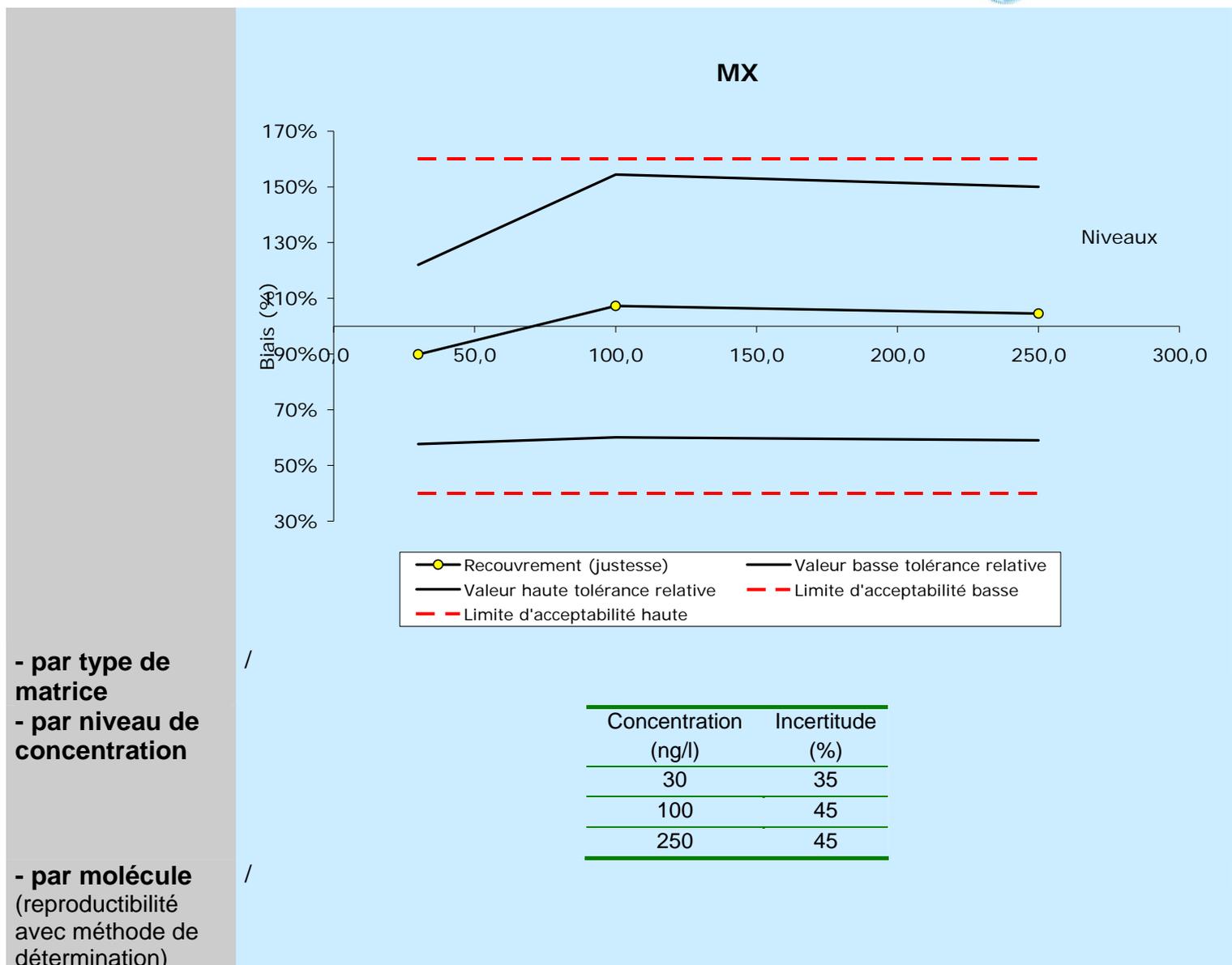
Interférents identifiés : pollution possible lors de l'utilisation par l'opérateur de produits de soin corporel parfumés.

Incertitudes (%) sur les résultats

Méthode d'évaluation : suivant ISO/DIS 11352 en se basant sur les résultats du plan d'expérience de la norme NF T 90-210 (§ 5.2.3 Interprétation des paramètres d'exactitude pour la limite de quantification présumée) avec une eau de source.

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



Contacts

Auteurs Laurence AMALRIC
Institut BRGM
Adresses mail l.amalric@brgm.fr