6 polybromodiphényléthers, 17 polychlorobiphényles
et 8 organochlorés

Méthode d’analyse dans les sédiments
et les matières en suspension

|  |
| --- |
| Généralités |
|  |  |
| **Nom de la famille de substances** |  | Polybromodiphényléthers (PBDEs), Polychlorobiphényles (PCBs), Polychlorobiphényles Indicateurs (PCBs I), Polychlorobiphényles Dioxin-like (PCBs DL), Organochlorés (OCl) |
|  |  |  |
| **Nom des substances individuelles** |  | PBDEs : BDE 28, BDE 47, BDE 99, BDE 100, BDE 153, BDE 154PCBs I : PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 138, PCB 153, PCB 180PCBs DL : PCB 77, PCB 81, PCB 105, PCB 123, PCB 126, PCB 156, PCB 157, PCB 167, PCB 169, PCB 189OCl : Hexachlorobenzène (HCB), Hexachlorobutadiène (HCBD), pp’-DDT, op’-DDT, pp’-DDE, pp’-DDD, γ-Hexachlorocyclohexane (lindane, γ HCH), Pentachlorobenzène (PeCB) |
|  |  |  |
| **Code SANDRE des substances individuelles** |  | BDE 28: 2920BDE 47: 2919BDE 99: 2916BDE 100: 2915BDE 153: 2912BDE 154: 2911 PCB 28: 1239 PCB 52: 1241PCB 101: 1242PCB 118: 1243PCB 138: 1244PCB 153: 1245PCB 180: 1246PCB 77: 1091PCB 81: 5432PCB 105: 1627 | PCB 123: 5434PCB 126: 1089PCB 156: 2032PCB 157: 5435PCB 167: 5436PCB 169: 1090PCB 189: 5437HCB: 1199HCBD: 1652pp'-DDT: 1148op’-DDT: 1147pp’-DDE: 1146pp’-DDD: 1144γ HCH: 1203PeCB: 1888 |
|  |  |  |
| **Matrice analysée** **[code SANDRE du (des) support(s)]** |  | Sédiments [6]Matières en suspension (MES) [7] échantillonnées par trappe à sédiments ou centrifugeuse en continu  |
|  |  |  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Principe de la méthode** |  | * Congélation, lyophilisation, broyage et homogénéisation de l’échantillon
* Dopage avec des traceurs analytiques (BDE 77, PCB 34, PCB 141, PCB 198, PCB 209)
* Extraction par fluide pressurisé (PFE)
* Evaporation
* Purification sur phase solide (SPE)
* Evaporation
* Reprise avec une solution d’isooctane contenant les étalons internes (tétrachloroxylène (TCX) et octachloronaphtalène (OCN)) à 10,5 µg/L
* Ajout de la poudre de cuivre activé
* Dosage par chromatographie gazeuse couplée à un détecteur à capture d’électrons (GC-ECD)
 |
|  |  |  |
| **Acronyme**  |  | PFE/SPE/GC-ECD |
|  |  |  |
| **Domaine d’application** |  | Les limites de quantification sont de l’ordre de 0,5 à 2,5 ng/g poids sec.Les concentrations maximales avoisinent les 250 ng/g. |
|  |  |  |
| Paramètres à déterminer en parallèle à l’analyse  |  | Taux de matière sèche (selon NF EN 12880) |
|  |  |  |
| Précautions particulières à respecter lors de la mise en œuvre de la méthode |  | Toute la verrerie doit être maintenue dans un parfait état de propreté. Pour cela, après lavage à la machine (détergent puis acide acétique utilisé comme neutralisant), toute la verrerie est rincée à l'acétone d’une pureté conforme à l’analyse d’ultra traces.Le sable d’Ottawa doit être calciné dans un four à moufle (450°C pendant 4h) puis rincé à l’acétone afin de s’assurer de l’élimination de tous les interférents possibles. Ce sable est ensuite stocké dans un flacon en verre et placé dans une étuve à 50°C.Etant donné la volatilité de certains organochlorés, il est primordial de ne pas évaporer les extraits à sec.Les extraits et solutions contenant du pp’-DDT doivent être conservés au congélateur afin d’éviter la dégradation du composé en pp’-DDE et pp’-DDD.Les échantillons sont stockés pour une durée illimitée à température ambiante dans un endroit sec et à l’abri de la lumière. Le taux d’humidité est vérifié et doit rester inférieur à 3%. Une matrice de MES de contrôle (matériel de référence interne), stockée dans les mêmes conditions est analysée à chaque série d’analyse pour vérifier la stabilité des échantillons  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |
| **Interférents (préciser la matrice)**  |  | Interférents identifiés : Sur le PeCB lorsque le sable d’Ottawa est mal calciné. Dans ce cas, la quantification du PeCB se fait après soustraction de la concentration de l’interférent ou l’analyse est refaite s’il reste assez d’échantillon.Matrices testées : matrices de la validation soit 2 sédiments (lac et cours d’eau) et 3 MES (cours d’eau) ; et échantillons de MES analysés dans le cadre du programme de recherche « Observatoire des sédiments du Rhône ». |
| ***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 :**  |  | Sédiments : fraction analysée inférieure à *2* mm [code SANDRE 32]MES (matières en suspension) : fraction brute [code SANDRE 41] échantillonnée par trappe à sédiments ou centrifugeuse. |
|  |  |  |
| Conditionnement et conservation des échantillons |  |  |
| - Protocole : |  | Avant pré-traitement : l’échantillon est stocké au congélateur à environ – 20 °C.Après pré-traitement : stocker les échantillons à température ambiante dans un endroit sec et à l’abri de la lumière, pour une durée illimitée.  |
| - Nature du contenant de stockage : |  | Flacons en verre ambré avec bouchon en polypropylène |
| - Lavage du contenant : |  | Lavage à la machine (avec détergent puis acide acétique) Rinçage à l'acétone « pour analyse de résidus ». |
| - Résultats de l’étude de stabilité (durée de stabilité, température,…) : |  | S/O  |
|  |  |  |
| Pré-traitement des échantillons liquide ou solide |  | Sédiments et MES : Tamiser les sédiments sur un tamis < 2 mm en inox. Lyophiliser les sédiments/MES à –60°C sous une pression de 0,035 mbar. Lorsque cela est nécessaire, l’échantillon est broyé afin d’obtenir un échantillon homogène. |
|  |  |  |
| Analyse |
|  |  |  |
| Volume ou masse de la prise d’essai (mL or mg selon la phase analysée)  |  | Sédiments / MES : 1 g lyophilisé (poids sec) |
|  |  |  |
| Extraction |  |  |
| - PFE (T°c, P, solvant d’extraction, nombre de cycles, % de flush) |  | Extraction PFE avec cellule de 11 ml :Placer 1 filtre en cellulose au fond de la cellule PFE ainsi qu’une spatule de sable d’Ottawa. Peser environ exactement 1 g de sédiment/MES lyophilisé dans un tube pyrex et homogénéiser avec du sable d’Ottawa puis transvaser dans la cellule de PFE de 11 mL. Ajouter 100 µL d’une solution de traceurs analytiques (BDE 77, PCB 34, PCB 119, PCB 141, PCB 198, PCB 209) à 1 mg/L dans l’isooctane, pour obtenir une concentration de dopage de 100 ng/g poids sec. Laisser l’ensemble en contact à l’air libre jusqu’à évaporation du solvant (10 min). Rajouter une spatule de sable puis homogénéiser à l’aide d’une petite spatule. Compléter le volume restant de la cellule avec du sable d’Ottawa et tasser le tout. Placer ensuite un filtre en cellulose sur le dessus et refermer la cellule. Le programme d’extraction est le suivant :

|  |  |
| --- | --- |
| **Durée (min)** | **Etape** |
| 5 | Préchauffage |
|
| 5 | Chauffage à 80°C |
|
| 2 | Phase statique avec cyclohexane/ acétone (90/10 v/v) à 80°C et 100 bars pendant 2 minutes puis vidange (50% du volume de la cellule). Cycle répété 3 fois |
|
| 1 | Purge |

Ajouter 25 µL de dodécane à l’extrait et évaporer sous pression réduite sur système Syncore® (Büchi), puis finir l’évaporation sous courant d’azote (jusqu’au volume résiduel de dodécane). Reprendre l’échantillon dans 1 mL de cyclohexane. |
|  |  |  |
| Purification(type de purification, paramètres de purification, méthode de concentration) |  | Sur cartouches Florisil®, 1 g, 6 mL.Conditionnement : 8 mL de cyclohexane (5% DCM) puis 8 mL de cyclohexane.Percolation : Déposer l’extrait de 1 mL sur la cartouche. Rincer le tube contenant l’extrait avec 0,5 mL de cyclohexane puis disposer sur la cartouche.Elution : 2 \* 2,5 mL de cyclohexane (5% DCM) Ajouter 25 µL de dodécane à l’extrait.Evaporer l’extrait sous azote jusqu’au volume de dodécane résiduel (environ 50 µL). Reprendre avec 950 µL d’une solution d’étalons interne (TCX + OCN) à 10,5 µg/L dans l’isooctane, de façon à obtenir une concentration finale de 10 ng/g poids sec. Mettre en contact l’échantillon avec environ 2,5 g de poudre de cuivre activé et, après agitation, laisser 24h au réfrigérateur. Récupérer la fraction liquide par pipetage |
|  |  |  |
| Conservation de l’extrait |  | 2 mois au congélateur  |
|  |  |  |
| Volume ou masse finale avant analyse : |  | 1 mL |
|  |  |  |
| 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 |  | Colonne 1 : Colonne RTX-5 (Restek®) 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm + 10 m de colonne de garde.Température injecteur : 280°CTempérature détecteur : 300°CProgrammation de température

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Température (°C) | Rampe (°C/min.) | Durée (min.) |
| 80 |  | 1,0 |
| 150 | 20 | 5,0 |
| 220 | 20 | 0,0 |
| 260 | 2 | 0,0 |
| 300 | 20 | 5,0 |

Temps d’analyse : 40 minVolume d’injection : 2 µLMode d’injection : splitless (split au bout de 0,75 min)Ordre d’élution :

|  |
| --- |
| HCB |
| PeCB |
| TCX |
| HCBD |
| Gamma HCH |
| PCB 34 |
| PCB 28 |
| PCB 52 |
| PCB 101 |
| PCB 119 |
| pp’-DDE + PCB 81 |
| PCB 77 |
| PCB 123 |
| PCB 118 |
| BDE 28 |
| pp’-DDD |
| op’-DDT |
| PCB 153 |
| PCB 105 |
| PCB 141 |
| pp’-DDT |
| PCB 138 |
| PCB 126 |
| PCB 167 |
| PCB 156 |
| PCB 157 |
| PCB 180 |
| BDE 47 |
| PCB 169 |
| PCB 198 |
| BDE 77 |
| PCB 189 |
| BDE 100 |
| BDE 99 |
| OCN |
| PCB 209 |
| BDE 154 |
| BDE 153 |

Colonne 2 : Colonne RTX-PCB (Restek®) 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm + 10 m de colonne de garde.Température injecteur : 280°CTempérature détecteur : 300°CProgrammation de température

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Température (°C) | Rampe (°C/min.) | Durée (min.) |
| 80 |  | 1,0 |
| 240 | 20 | 0,0 |
| 280 | 2 | 0,0 |
| 300 | 20 | 10,0 |

Temps d’analyse : 40 minVolume d’injection : 2 µLMode d’injection : splitless (split au bout de 0,75 min)Ordre d’élution :

|  |
| --- |
| HCB |
| PeCB |
| TCX |
| HCBD |
| Gamma HCH |
| PCB 34 |
| PCB 28 |
| PCB 52 |
| PCB 101 |
| PCB 119 |
| pp’-DDE |
| PCB 81 |
| PCB 77 |
| PCB 123 |
| op’-DDT |
| PCB 118 |
| BDE 28 |
| PCB 153 |
| pp’-DDD |
| PCB 141 |
| PCB 105 |
| pp’-DDT+ PCB 138 |
| PCB 126 |
| PCB 167 |
| PCB 156 |
| PCB 157 + PCB 180 |
| BDE 47 |
| PCB 198 |
| PCB 169 |
| BDE 77 |
| PCB 189 |
| BDE 100 |
| BDE 99 |
| PCB 209 |
| OCN |
| BDE 154 |
| BDE 153 |

Temps total d’analyse : 80 min |
|  |  |  |
| **Equipements [[1]](#footnote-1)(modèles utilisés) :** |  | GC-ECD (CP 3800 Varian). |
|  |  |  |
| **Type d’étalonnage**  |  | Interne |
|  |  |  |
| **Modèle utilisé** |  | Quadratique |
| **Etalons / Traceurs utilisés** |  | Etalons internes (OCN et TCX)Traceurs de méthode (PCB 34, PCB 119, PCB141, PCB 198, PCB 209 et BDE 77) |
| **Domaine de concentration**  |  | De 0,5 à 250 ng/g poids sec |
|  |  |  |
| **Méthode de calcul des résultats** |  | Compte tenu que la quantification de certains composés (pp’ DDE et PCB 81 sur RTX-5 et pp’-DDT, PCB 138, PCB 157 et PCB 180 sur RTX-PCB) n’est réalisable que sur l’une des deux colonnes (coélution), les deux colonnes sont susceptibles d’être utilisées pour donner un résultat de concentration. Le résultat de concentration pour chaque molécule correspond à la moyenne des concentrations obtenues sur la première et la deuxième colonne. Dans le cas de coélution, la concentration est évaluée que sur l’une des deux colonnes ; et on « confirme » ce résultat en vérifiant que la somme des concentrations individuelles est égale à la concentration des coélués. Ces résultats de concentration sont exprimés en ng/g de poids sec. |
| Rendement |  | Utilisation du rendement : chaque résultat est corrigé par le rendement du traceur qui lui est associé selon la matrice de corrélation réalisée sur l’ensemble des résultats de validation. Le tableau ci-dessous reprend chaque substance et son traceur associé.

|  |  |
| --- | --- |
| **Substance** | **Traceur** |
| HCB | PCB 34 |
| PeCB | PCB 34 |
| HCBD | PCB 34 |
| γ HCH | PCB 34 |
| PCB 28 | PCB 34 |
| PCB 52 | PCB 34 |
| PCB 101 | PCB 119 |
| PCB 77 | PCB 119 |
| PCB 123 | PCB 119 |
| PCB 118 | PCB 141 |
| BDE 28 | PCB 141 |
| pp’-DDD | PCB 119 |
| op’-DDT | PCB 141 |
| PCB 153 | PCB 141 |
| PCB 105 | PCB 141 |
| pp’-DDT | PCB 198 |
| PCB 138 | PCB 141 |
| PCB 126 | PCB 141 |
| PCB 167 | PCB 198 |
| PCB 156 | PCB 209 |
| PCB 157 | BDE 77 |
| PCB 180 | PCB 198 |
| BDE 47 | PCB 198 |
| PCB 169 | BDE 77 |
| PCB 189 | PCB 209 |
| BDE 100 | PCB 209 |
| BDE 99 | PCB 209 |
| BDE 154 | PCB 209 |
| BDE 153 | PCB 209 |
| PCB 81 | PCB 119 |
| pp’-DDE | PCB 119 |

Pour la confirmation des résultats, nous acceptons un pourcentage de différence relative (RPD) de 25% pour une concentration supérieure à 3 LQ et de 40% entre la LQ et 3 LQ.  |
| Blancs |  | Un blanc appareillage (i.e. injection d’une solution d’isooctane) est effectué à chaque série d’analyses afin de vérifier la propreté de l’appareillage utilisé. La concentration mesurée est généralement <LQ.Un blanc méthode est réalisé à chaque série d’extraction. Pour ce faire, mettre du sable d’Ottawa dans une cellule PFE puis appliquer la totalité du protocole. La concentration mesurée est généralement <LQ.Soustraction du blanc : effectuée si la contamination présente une concentration supérieure à la LQ (cas rare). |
|  |  |  |
| 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  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |
| Paramètres de validation de la méthode |
|  |  |  |
| **Norme utilisée** |  | Adaptation de la NF T90-210 (mai 2009)  |
| **Domaine de validation** |  | 0,5 à 250 ng/g (0,5 à 200 ng/g pour PeBC, HCBD, γ HCH, PCB 28 et PCB 123) |
|  |  |  |
| Matériaux de référence utilisés |  | Un même échantillon de MES du Rhône (matériel de référence interne, cours d’eau : Bourbre) est extrait et analysé pour chaque série d’analyse. Cet échantillon sert à l’établissement de cartes de contrôle. |
|  |  |  |
| Blancs analytiques (concentration ou résultat maximum acceptable) |  | *Généralement < LQ* |
|  |  |  |
| Rendement |  |  |
| - par niveau de concentration |  | Pour n=10, i.e. 2 sédiments et 3 MES, chacun en duplicat.Les rendements affichés sont corrigés du rendement du traceur. **Pour la colonne RTX-5 :**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Substances | Dopage à 50 ng/g  | Dopage à 200 ng/g |
| Rendement (%) | CV% | Rendement (%) | CV% |
| BDE 28 | 99 | 17 | 100 | 7 |
| BDE 47 | 110 | 7 | 111 | 4 |
| BDE 99 | 104 | 7 | 105 | 2 |
| BDE 100 | 106 | 4 | 109 | 2 |
| BDE 153 | 105 | 11 | 112 | 6 |
| BDE 154 | 106 | 8 | 109 | 4 |
| PCB 28PCB 52PCB 101 | 92101106 | 14126 | 97111111 | 61517 |
| PCB 118PCB 138PCB 153PCB 180PCB 77PCB 105PCB 123PCB 126PCB 156PCB 157PCB 167PCB 169PCB 189HCBHCBDpp’-DDTop’-DDTpp’-DDDPeCBγ HCH | 110921271091089795111109104107959334641131081096677 | 111320512111811158125958111378187 | 116961071121161009511010610410310197371031071001018898 | 20317151634133425342495793 |

 |
|  |  | Rendements des traceurs :

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Traceurs | Dopage à 50 ng/g | Dopage à 200 ng/g |
| Rendement (%) | CV (%) | Rendement (%) | CV (%) |
| PCB 34 | 105 | 20 | 109 | 21 |
| PCB 119 | 99 | 15 | 102 | 16 |
| PCB 141 | 95 | 13 | 97 | 13 |
| PCB 198 | 84 | 10 | 86 | 9 |
| PCB 209 | 77 | 8 | 78 | 6 |
| BDE 77 | 85 | 10 | 84 | 7 |

**Pour la colonne RTX-PCB :**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Substances | Dopage à 50 ng/g | Dopages à 200 ng/g |
| Rendement (%) | CV (%) | Rendement (%) | CV (%) |
| BDE 28 | 107 | 6 | 111 | 5 |
| BDE 47 | 109 | 9 | 110 | 4 |
| BDE 99 | 109 | 5 | 106 | 4 |
| BDE 100 | 107 | 9 | 107 | 4 |
| BDE 153 | 113 | 4 | 112 | 6 |
| BDE 154 | 111 | 6 | 110 | 5 |
| PCB 28 | 99 | 11 | 103 | 6 |
| PCB 52 | 101 | 17 | 110 | 11 |
| PCB 101 | 102 | 16 | 102 | 8 |
| PCB 118 | 106 | 14 | 103 | 8 |
| PCB 153 | 100 | 11 | 103 | 8 |
| PCB 77 | 108 | 13 | 106 | 8 |
| PCB 81 | 114 | 9 | 109 | 8 |
| PCB 105 | 109 | 14 | 103 | 7 |
| PCB 123 | 108 | 15 | 104 | 6 |
| PCB 126 | 101 | 10 | 102 | 7 |
| PCB 156 | 96 | 17 | 92 | 8 |
| PCB 167 | 103 | 7 | 102 | 7 |
| PCB 169 | 96 | 17 | 92 | 8 |
| PCB 189 | 117 | 15 | 105 | 13 |
| HCB | 22 | 71 | 44 | 63 |
| HCBD | 67 | 17 | 116 | 17 |
| op’-DDT | 107 | 13 | 104 | 8 |
| pp’-DDD | 100 | 11 | 103 | 8 |
| pp’-DDE | 96 | 9 | 110 | 7 |
| PeCB | 61 | 21 | 96 | 15 |
| γ HCH | 73 | 12 | 111 | 7 |

Rendements des traceurs :

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Traceurs | Dopage à 50 ng/g | Dopage à 200 ng/g |
| Rendement (%) | CV (%) | Rendement (%) | CV (%) |
| PCB 34 | 77 | 13 | 84 | 7 |
| PCB 119 | 80 | 14 | 84 | 7 |
| PCB 141 | 80 | 13 | 83 | 7 |
| PCB 198 | 76 | 14 | 77 | 8 |
| PCB 209 | 74 | 11 | 78 | 7 |
| BDE 77 | 86 | 21 | 88 | 13 |

La variabilité des performances obtenues pour HCB s’explique par la volatilité de cette substance (perte lors de l’étape d’évaporation). Le résultat rendu pour HCB est donc qualitatif. |
| - par molécule(si moyenne préciser le nombre de répétitions et l’écart-type) |  |  |
|  |  |  |
| **Limite de quantification(LQ)** **Limite de détection (LD)** (indiquez la méthode de détermination en précisant la matrice testée) |  | Limites de quantification validées selon la norme NF T90-210 (mai 2009) par le dopage d’une matrice « blanche » de sédiment et vérification du test d’exactitude (LQ +/- 60 % × LQ).

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Substance | LQ (ng/g p.s.) | n |
| HCB\* | 0.5 | 5 |
| PeCB\* | 0.5 | 5 |
| PCB 28\* | 0.5 | 5 |
| PCB 101 | 0.5 | 5 |
| PCB 118\* | 0.5 | 5 |
| BDE 28\* | 0.5 | 5 |
| PCB 153 | 0.5 | 5 |
| PCB 105\* | 0.5 | 5 |
| PCB 138\* | 0.5 | 5 |
| PCB 126 | 0.5 | 5 |
| PCB 167 | 0.5 | 5 |
| PCB 156 | 0.5 | 5 |
| PCB 157 | 0.5 | 5 |
| PCB 180 | 0.5 | 5 |
| BDE 47 | 0.5 | 5 |
| PCB 169 | 0.5 | 5 |
| PCB 189 | 0.5 | 5 |
| BDE 100 | 0.5 | 5 |
| BDE 99 | 0.5 | 5 |
| BDE 154 | 0.5 | 5 |
| pp’ DDE | 0.5 | 5 |
| PCB 81 | 0.5 | 5 |
| γ HCH | 1 | 3 |
| PCB 52 | 1 | 3 |
| PCB 77 | 1 | 3 |
| PCB 123 | 1 | 3 |
| pp’ DDD | 1 | 3 |
| op’ DDT | 1 | 3 |
| pp’ DDT | 1 | 3 |
| BDE 153 | 1 | 3 |

(\*) Pour ces molécules, la composante de fidélité n’a pas pu être évaluée selon la T90-210 compte tenu de leur stabilité.Pour l’HBCD : la limite de quantification n’a pas pu être évaluée car la matrice n’est pas blanche pour ce composé. Néanmoins, la LQ analytique est estimée à 0.5 ng/g p.s. (10x bruit de fond). |
|  |  |  |
| **Incertitudes (%) sur les résultats** |  |  |
| **- par type de matrice** |  | La fidélité est évaluée et présentée dans la rubrique « rendement ». Il s’agit des CV associés à l’analyse d’échantillons en duplicat pour 5 matrices différentes (2 sédiments et 3 MES) dans des conditions de fidélité intermédiaire. |
| **- par niveau de concentration**  |  |  |
| **- par molécule** (reproductibilité avec méthode de détermination) |  | L’incertitude est évaluée pour quelques molécules suite à la participation au test d’aptitude « Proficiency testing 13CS3 » de Quality Consult en mai 2013 (13 participants) :Incertitudes élargies avec un facteur k=2 observées dans cet essai d’aptitude

|  |  |
| --- | --- |
| **Substance** | **Incertitude** |
| pp’ DDD | 11 % |
| pp’ DDE | 13 % |
| op’ DDT | 19 % |
| pp’ DDT | 22 % |
| γ HCH | 19 % |
| PCB 28 | 14 % |
| PCB 52 | 6 % |
| PCB 101 | 10 % |
| PCB 118 | 9 % |
| PCB 138 | 13 % |
| PCB 153 | 8 % |
| PCB 180 | 12 % |

Ces données d’incertitude seront complétées par la suite à partir des cartes de contrôle de concentrations d’une matrice interne de référence (MES de la Bourbre). |
|  |  |  |
| **Contacts** |
|  |  |  |
| **Auteurs** |  | E. Lionard et C. Miège |
|  |  |  |
| **Institut** |  | Irstea |
|  |  |  |
| **Contact**  |  | cecile.miege@irstea.fr |

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 [↑](#footnote-ref-1)