

Bentazone, Mecoprop
dans eaux potables et eaux souterraines

PROJET

Références de la méthode

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

Généralités

Nom de la famille de substances	Thiadiazinone, aryloxyacide
Nom des substances individuelles	Bentazone, mecoprop
Code(s) SANDRE des substances individuelles	1113, 1214,
Matrice analysée	Eau potable Eau souterraine (MES<250 mg/l)
Acronyme	SPE/DI/LC-MS ²
Principe de la méthode	Extraction sur phase solide suivie d'une détermination par dilution

	isotopique associée à la chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem
Domaine d'application _[MSr1]	A définir à 1 µg de composé / l d'eau (MES <250 mg/l)
Paramètres à déterminer en parallèle à l'analyse	
Précautions particulières à respecter lors de la mise en œuvre de la méthode	

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 : Eau brute
Conditionnement et conservation des échantillons	
- Protocole _[MSr4] :	A 4°C à l'abri de la lumière pendant 72 heures
- Nature du contenant de stockage :	Verre ambré
- Lavage du contenant :	
- Résultats de l'étude de stabilité (durée de stabilité, température,...) :	
Filtration :	
- Type de filtre et méthode de nettoyage :	
- Type de support de filtration :	
Pré-traitement des échantillons liquide ou solide	Extraction sur phase solide dès que possible. Une fois extraits les composés sur la cartouche, séchée sous flux d'azote, sont stables à -20°C pendant plus de six mois.

Analyse

Volume ou masse de la prise d'essai (mL ou mg selon la phase analysée)	Eau : Eau potable : 250 ml Eau souterraine : 250 ml
---	--

Dérivation ^[N7] - Conditions (réactifs, solvants, pH, température et durée)	
Extraction - Liquide / Liquide (préciser la nature et le volume du solvant) - Micro-onde (préciser la nature et le volume du solvant ainsi que les paramètres d'utilisation de l'appareil) - SPE (préciser le type de cartouche, la nature et les volumes des solvants de lavage et d'élution) - PFE ^[MSr8] (T°C, P, solvant d'extraction, nombre de cycles, % de flush) - Micro extraction (support, durée d'exposition, température, sel) - Autre (préciser)	Caractéristiques de la cartouche : Nature : copolymère de divinylbenzène fonctionnalisé par des groupements de vinylpyrrolidone (exemple : OASIS HLB), Volume : 6 cc Surface spécifique : 810 m ² /g Diamètre particules : 30 µm Quantité : 200 mg Extraction automatique <u>Robot</u> : ASPEC GX 274 (GILSON) <u>Conditionnement</u> : 3 ml d'acétonitrile (HPLC grade), 3 ml de méthanol(HPLC grade), 3 ml d'eau ultrapure <u>Percolation échantillon</u> : 250 ml à un débit d'environ 8 ml/min <u>Séchage</u> : flux d'azote à température ambiante (21±3°C) <u>Elution</u> : 6 ml d'acétonitrile
	Eluat évaporé à sec sous flux d'azote à température ambiante (21±3°C) Reprise des analytes par 0,5 ml d'acétonitrile (HPLC grade), et 0,5 ml d'eau ultrapure
Purification (type de purification, paramètres de purification, méthode de concentration)	
Conservation de l'extrait	L'extrait peut être conservé pendant plus de six mois à -20°C
Minéralisation Type d'appareil utilisé Durée et température et de minéralisation : Réactifs utilisés :	

Volume_[MSr10] 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	<p>LC :</p> <p>§ Colonne : phase inverse greffée C18 (exemple :SymmetryShield RP18 de Waters), 250 mm de longueur, 3 mm de diamètre interne et 5µm du diamètre de particules,</p> <p>§ Eluant A : eau acidifiée à 0,005 % avec de l'acide acétique, éluant B : acétonitrile acidifié à 0,05 % avec de l'acide acétique.</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Gradient</th> <th>% A</th> <th>% B</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>T = 0 min</td> <td>80</td> <td>20</td> </tr> <tr> <td>T = 10 min</td> <td>50</td> <td>50</td> </tr> <tr> <td>T = 15 min</td> <td>50</td> <td>50</td> </tr> <tr> <td>T = 30 min</td> <td>20</td> <td>80</td> </tr> <tr> <td>T = 35 min</td> <td>20</td> <td>80</td> </tr> <tr> <td>T = 36 min</td> <td>10</td> <td>90</td> </tr> <tr> <td>T = 45 min</td> <td>10</td> <td>90</td> </tr> <tr> <td>T = 47 min</td> <td>50</td> <td>50</td> </tr> <tr> <td>T = 50 min</td> <td>80</td> <td>20</td> </tr> <tr> <td>T = 70 min</td> <td>80</td> <td>20</td> </tr> </tbody> </table> <p>§ Débit : 0,3 ml/min, § Volume d'injection : 20 µl.</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Composés</th> <th>Transition de quantification</th> <th>Transition de confirmation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Bentazone</td> <td>239 > 132</td> <td>239 > 196</td> </tr> <tr> <td>Bentazone D6</td> <td>245 > 132</td> <td>245 > 181</td> </tr> <tr> <td>Mécoprop</td> <td>213 > 141</td> <td>213 > 105</td> </tr> <tr> <td>Mécoprop D3</td> <td>216 > 144</td> <td>216 > 108</td> </tr> </tbody> </table>	Gradient	% A	% B	T = 0 min	80	20	T = 10 min	50	50	T = 15 min	50	50	T = 30 min	20	80	T = 35 min	20	80	T = 36 min	10	90	T = 45 min	10	90	T = 47 min	50	50	T = 50 min	80	20	T = 70 min	80	20	Composés	Transition de quantification	Transition de confirmation	Bentazone	239 > 132	239 > 196	Bentazone D6	245 > 132	245 > 181	Mécoprop	213 > 141	213 > 105	Mécoprop D3	216 > 144	216 > 108
Gradient	% A	% B																																															
T = 0 min	80	20																																															
T = 10 min	50	50																																															
T = 15 min	50	50																																															
T = 30 min	20	80																																															
T = 35 min	20	80																																															
T = 36 min	10	90																																															
T = 45 min	10	90																																															
T = 47 min	50	50																																															
T = 50 min	80	20																																															
T = 70 min	80	20																																															
Composés	Transition de quantification	Transition de confirmation																																															
Bentazone	239 > 132	239 > 196																																															
Bentazone D6	245 > 132	245 > 181																																															
Mécoprop	213 > 141	213 > 105																																															
Mécoprop D3	216 > 144	216 > 108																																															
Equipement ¹(modèles utilisés) :	Surveyor LC / TSQ Quantum Discovery max (Thermo Fischer Scientific)																																																
Type d'étalonnage	Dilution Isotopique																																																
Modèle utilisé	Modèle linéaire																																																
Etalons / Traceurs utilisés	Molécules marquées (cf. tableau ci dessus)																																																
Domaine de concentration	De à <i>définir</i> à 0,25 µg de composé / ml de solvant de reprise																																																
Méthode de calcul des résultats																																																	
Rendement	Utilisation du rendement : non Vérification d'intervalle de conformité : oui Correction par le calcul : non Etalonnage en matrice : non																																																
Blancs_[MSr15]	Blanc : oui Appareillage : oui Réactifs : oui Méthode : oui																																																

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

Matrice (préciser) : eau ultrapure

Soustraction du blanc : non

Paramètres de validation de la méthode

Norme utilisée ^[MSr16]	Guide EURACHEM et XP T 90-210 (Partie 5.1)		
Modèle utilisé	Linéaire		
Domaine de validation	A <i>définir</i> à 1 µg de composé / l d'eau		
Matériaux de référence certifiés utilisés			
Blancs analytiques (concentration ou résultat maximum acceptable)	Blancs réactifs, réalisés avec 250 ml d'eau ultrapure doivent être inférieurs à <i>définir</i> µg de composé / l d'eau (limites de détection)		
Rendement - par type de matrice	Quel que soit le type de matrice, le niveau de concentration et la molécule, le rendement doit être de l'ordre de 95 ± 5 %		
- par niveau de concentration			
- par molécule (si moyenne préciser le nombre de répétitions et l'écart-type)			
Limite de détection (LD) Limite de quantification (LQ) ^[MSr18] (indiquez la méthode de détermination en précisant la matrice testée)	Evaluation par rapport signal/bruit puis confirmation par dopage d'eau potable		
	Composé	LD en µg/l d'eau	LQ en µg/l d'eau
	Bentazone		
	Mécoprop		
Spécificité de la méthode (préciser la matrice)	Interférents identifiés : néant Validée par la technique SM ² : vérification entre la transition de quantification et la transition de confirmation. matrice testée : eau potable et eau souterraine		
Incertitudes (%) sur les résultats - par type de matrice	évaluation : NF ENV 13005 (GUM) Facteur d'élargissement : k = 2 En cours		
- par niveau de concentration			
- par molécule (reproductibilité avec méthode de détermination)			

Contacts

Auteurs	Béatrice LALERE, Véronique LE DIOURON, Sophie LARDY-FONTAN
Institut	Laboratoire national de métrologie et d'essais
Adresses mail	Beatrice.lalere@lne.fr