

# Journée technique Chloroalcanes à chaines courtes (SCCP)

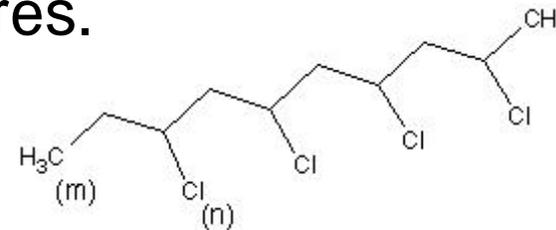
(SCCP)



## Définition

- Mélange de n-alcanes polychlorés.

Formules  $C_X H_{(2X+2)-Y} Cl_Y$



- Longueur de chaîne carbonée comprise entre  $C_{10}$  et  $C_{30}$  avec contenu en chlore entre 40 et 70%
- Chloroalcanes
  - à chaînes courtes ( $C_{10}$ - $C_{13}$ ) (SCCP)
  - à chaînes moyennes ( $C_{14}$ - $C_{17}$ ) (MCCP)
  - à chaînes longue ( $C_{18}$ - $C_{20}$ ) (LCCP)
  - Cires ( $C_{24}$ )

Chloroalcanes  $C_{10}$ - $C_{13}$  sont plus couramment appelés paraffines chlorées à chaîne courte (PCCC) (ou short chain chlorinated paraffins (SCCP))

## Propriétés

- Persistance (comparable aux PCB ou DDT)
- Hydrophobe
- Non volatile
- Généralement associé à la fraction particulaire dans l'environnement
- Log  $K_{ow}$  compris entre 5 et 8 pour les SCCP

## Application industrielle

En variant la longueur de la chaîne carbonée et le pourcentage de chlore, les SCCP offrent une gamme de propriétés très différentes et sont ainsi très employés dans l'industrie.

- Fluide d'usinage de métaux (fluide de refroidissement et lubrification)
- Retardateurs de flamme dans textiles ou caoutchouc
- Imperméabilisants de textiles ou dans des peintures
- Mastics et adhésifs.

## Production

- Introduits dans les années 30
- Production a augmentée depuis
  - 1964: 38-50 kTons
  - 1977: 230 kTons
  - 1985: 300 kTons
- 1992: Signataires de la convention OSPAR décident d'arrêter l'utilisation des SCCP
- Fin 1990s: 50 kTons  
Encore produits massivement en chine: 300 kTons en 2002
- 2002. Directive EU 2002/45/EC réduit leurs applications dans certaines domaines (métaux et cuir)

## Application industrielle

Depuis la DCE, la consommation a très fortement diminuée.

Ils ne sont plus produits en France.

Depuis 2004, ne sont plus utilisés que comme plastifiants et comme retardateurs de flamme dans des peintures et des caoutchoucs.

Des substituts variés existent pour la plupart de leurs usages et les ont remplacés dans la majorité des cas.

La substitution va peut-être devenir difficile pour les usages restants dans la mesure où les paraffines chlorées à chaîne courte semblent être nécessaires pour répondre à certaines normes de sécurité pour lesquelles ces composés intervenaient déjà en remplacement de composés toxiques (ignifugation).

Ces usages résiduels sont toutefois relativement peu importants en tonnage.

## Introduction dans l'environnement

- Durant la production (principal facteur)
  - Le stockage
  - Les transports
  - Provenant des plastiques, peintures
- Dans l'environnement
  - Lavage, ruissellement (objets usuels)
  - Traitement des fluides de coupe usagés pour les ateliers de découpe des métaux, des eaux de lavage des pièces usinées.

## Présence dans l'environnement

Les chloroalcanes à chaînes courtes ( $C_{10}$  à  $C_{13}$ ) sont virtuellement présents dans toutes les matrices.

- Dans l'air (associés aux poussières)
- Les sédiments aquatiques (lac, rivières)
- Eaux de rejets, boues
- Eaux de surface , rivière et lac
- Les biotes terrestres et aquatiques, les mammifères marins
- L'homme (lait maternel)

Du fait de leur stabilité chimique, ils sont transportables à longue distance : ils sont en particulier retrouvés dans les animaux du cercle arctique.

## Comportement dans l'environnement

- Fortement associés aux sédiments et aux matrices biologiques
- Persistants. Difficilement dégradés dans l'environnement par voie abiotique
- Peuvent être dégradés par voie biotique.
  - Durée de demi-vie
    - 1630 jours dans les sédiments d'eaux fraîches
    - 450 jours dans des sédiments marins

## Toxicité dans l'environnement

- Difficile à évaluer précisément à cause de la diversité des mélanges des SCCP
- Plus toxique que les MCCP et LCCP
- Cancérogéniques (catégorie 3 en Europe)
- Toxicité sur les invertébrés d'eau douce (D. Magna, truite, ...)

## Effet sur l'environnement

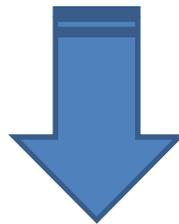
Les chloroalcanes à chaînes courtes ( $C_{10}$  à  $C_{13}$ ) sont donc considérés comme particulièrement nocifs.

Ils font partie des substances à éliminer selon la directive cadre eau. La directive 98/98/CE les classe dans les substances dangereuses pour l'environnement, nocives et *cancérogènes catégorie 3*.

Réglementation

**Substance prioritaire de la DCE**

**NQE fixée à 0.4 µg/L dans les eaux**



**LQ exigible (NQE/3) = 0.13 µg/L**

## Méthode d'analyse

**Méthodes d'extraction:**  
Pas de difficulté particulière.

Méthodes d'extraction identiques aux PCB,  
PBDE, HAP, composés hydrophobes en  
général

Extraction liquide/liquide (hexane, DCM,...)  
pour l'eau, ASE pour sédiments...

## Méthode d'analyse

### Difficulté de l'analyse et de la quantification des SCCP

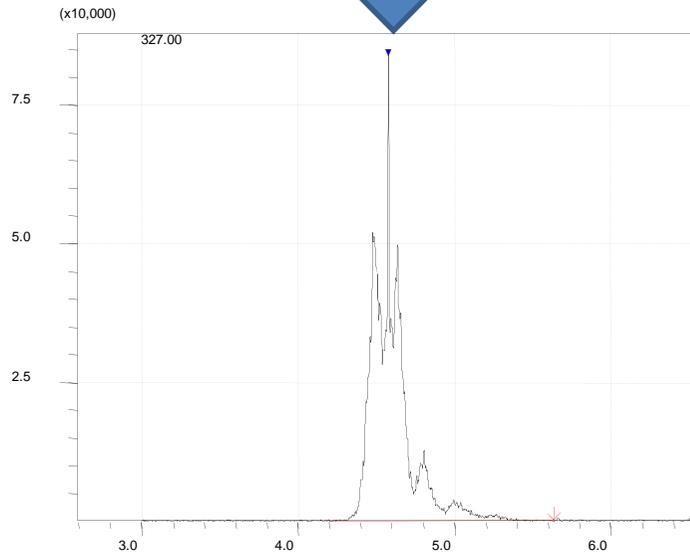
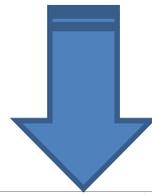


**Mélange complexe de congénères  
avec différents :**

- **Niveaux de chloration**
  - **Longueurs de chaîne**
- Et/ou combinaison des deux**

Méthode d'analyse

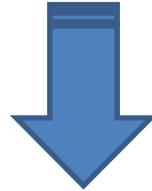
Difficulté pour l'intégration chromatographique des pics



Présence de massifs correspondant aux nombreux congénères

## Méthode d'analyse

### Difficulté pour la quantification



Nombreux travaux dans la littérature afin d'optimiser la quantification des SCCP

Tomy G. T., Stern G. A., Muir D. C. G., Fisk A. T., Cymbalisky C. D., Westmore J. B., Quantifying C10-C13 polychloroalkanes in environmental samples by high-resolution gas chromatography/Electron capture negative ion high-resolution mass spectrometry *Anal. Chem.* (1997) **69** : 2762-2771

INERIS- **Chloroalcanes** Rapport final - DRC-04-59501-CHEN-RNg-05.0111

## Méthode d'analyse

### Norme ISO 12010

*Qualité de l'eau — Détermination des alcanes polychlorés à chaîne courte dans l'eau — Méthode utilisant la chromatographie gazeuse/spectrométrie de masse (CG-SM) et l'ionisation chimique négative (ICN)*



Quantification basée sur un étalonnage multivarié prenant en compte la variation possible de longueur de chaîne et le taux de chloration.

## Méthode d'analyse

### **Journée technique SCCP**

- Présentation de la norme
- Présentation de l'étalonnage multivarié
- Exercice sur cet étalonnage

## Norme ISO 12010

*Qualité de l'eau — Détermination des alcanes polychlorés à chaîne courte dans l'eau — Méthode utilisant la chromatographie gazeuse/spectrométrie de masse (CG-SM) et l'ionisation chimique négative (ICN)*

Eaux de surface, eaux souterraines, eaux de consommation, et eaux de rejets

Applicable aux eaux non filtrées  
(eaux totales, taux MES non spécifié)

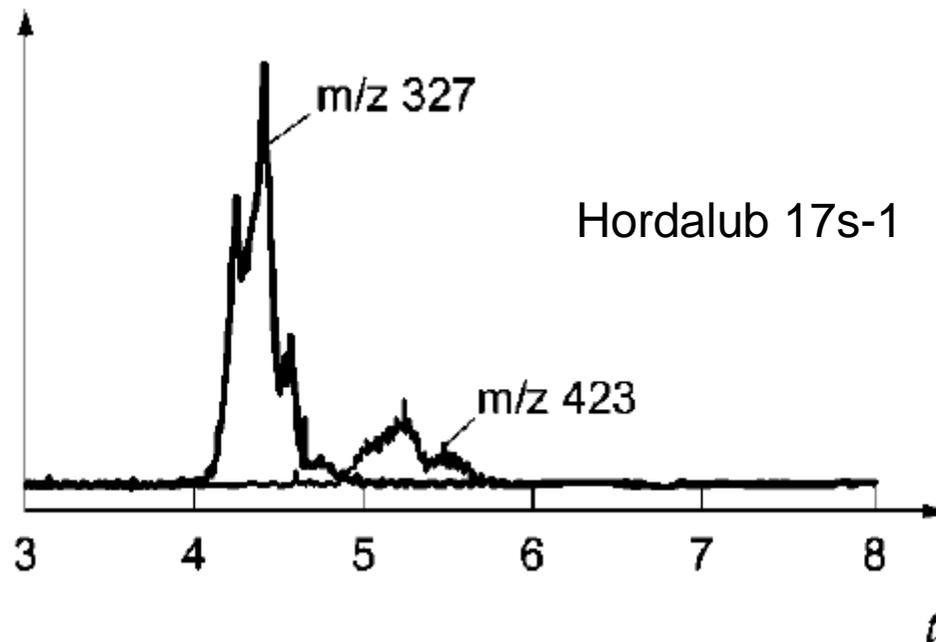
Domaine d'application: 0,1 µg/l to 10 µg/l

## Quantification SCCP

### 4 ions considérés

m/z 327  
 m/z 375  
 m/z 409  
 m/z 423

Représentatif de la majorité des SCCP  
 Elués sous forme de massif chromatographique  
 Temps de rétention légèrement différents



Norme ISO 12010

Etalon interne

Recommandé  
par la norme  
(exemple)

- 1,1,1,3,10,11-Hexachloroundecane
- 1,1,1,3,11,13,13,13-Octachlorotridecane
- 1,2,5,5,6,9,10-Heptachlorodecane

MA-08

- <sup>13</sup>C<sub>10</sub>-trans Chlordane

## Norme ISO 12010

### Etalon interne

– 1,1,1,3,10,11-Hexachloroundecane

*Problème d'interférence avec analytes. Difficile à intégrer*

– 1,1,1,3,11,13,13,13-Octachlorotridecane

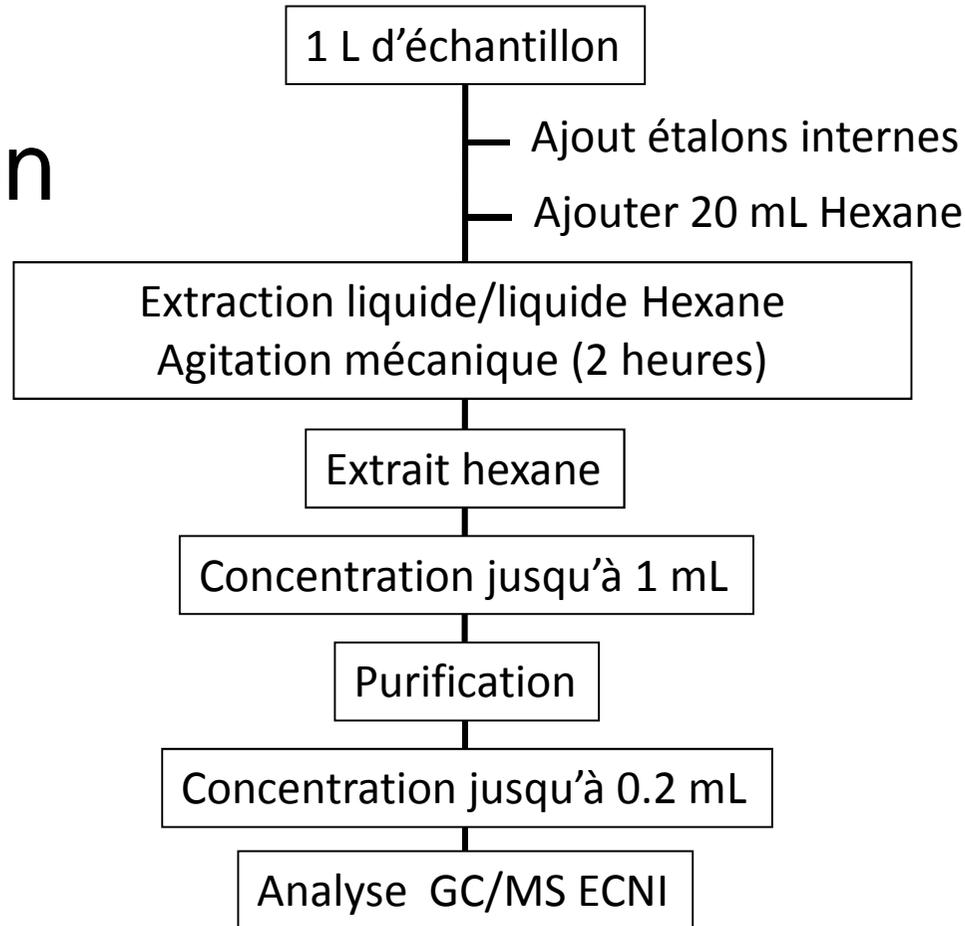
– 1,2,5,5,6,9,10-Heptachlorodecane

*Pas d'interférence avec analytes*

-  $^{13}\text{C}_{10}$ -trans Chlordane

Norme ISO 12010

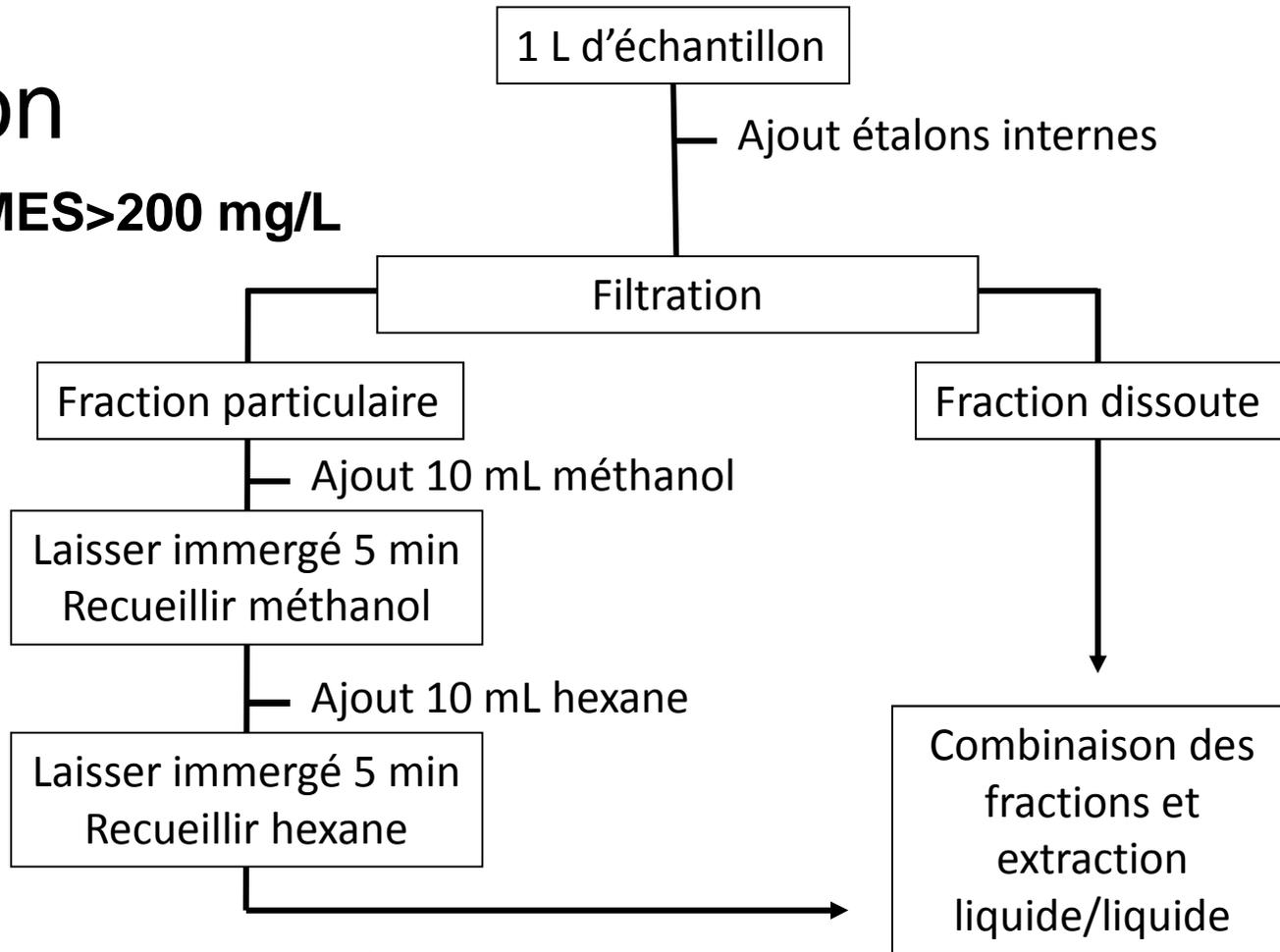
Extraction



Norme ISO 12010

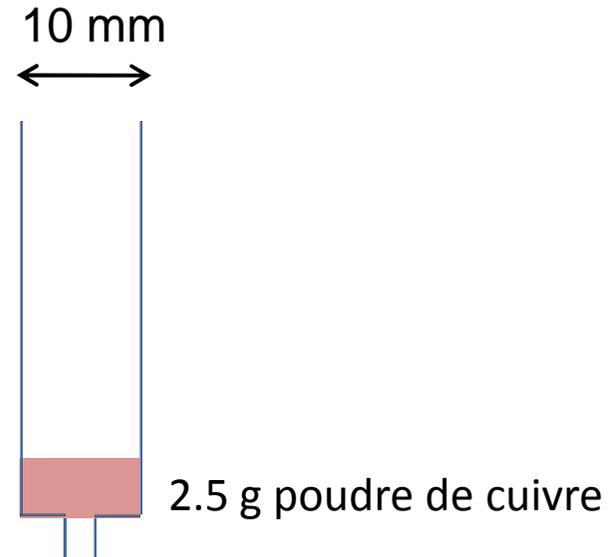
# Extraction

Concentration MES > 200 mg/L



Norme ISO 12010

Purification  
Sur colonne



**Activation de la poudre de cuivre**

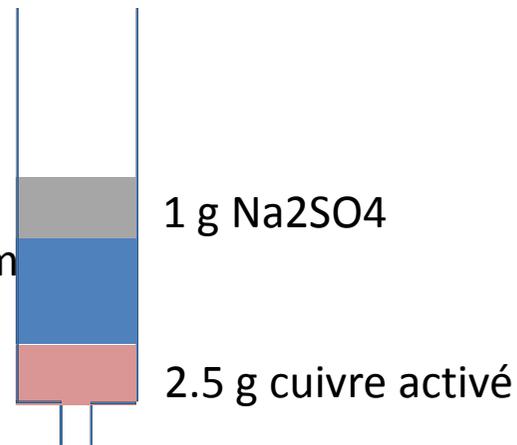
- Rincer la colonne avec 10 ml d'acide chlorhydrique 2N.
- Rincer ensuite la poudre de cuivre avec 25 ml d'eau désionisée et 20 ml d'acétone , successivement.
- Effectuer pour finir trois rinçages de la colonne avec 2 ml de *n*-heptane.

Norme ISO 12010

Purification  
Sur colonne

3 g silicate de magnésium  
activé (Florisil®)

10 mm  
↔



Éta pe	Volume de solvant d'élution		Composition du solvant d'élution (v/v)	Éluat
a	5 x	2 ml	n-heptane/acétone (98:2)	jeter
b	1 x	2 ml	n-heptane/acétone (85:15)	jeter
c	1 x	2 ml	n-heptane/acétone (85:15)	Recueillir et concentrer à 0,2 ml, uniquement à des fins d'optimisation. Jeter si moins de 10 % de l'aire du pic de l'étalon interne sont observés.
d	2 x	2 ml	n-heptane/acétone (50:50)	Recueillir et concentrer à 0,2 ml.
e	1 x	1 ml	n-heptane/acétone (50:50)	Recueillir et concentrer à 0,2 ml, uniquement à des fins d'optimisation. Jeter si moins de 10 % de l'aire du pic de l'étalon interne sont observés.

Norme ISO 12010

Purification

Sur colonne

3 g silicate de magnésium  
activé (Florisil®)

10 mm  
↔



1 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

2.5 g cuivre activé

Points critiques

- Test à effectuer pour mise au point de la méthode  
Vérification des volumes d'élution
- Remplissage de la colonne important (éviter effet de canaux,...)
- Vérifier taux de récupération de l'étalon interne (>80%)

## Fiche Aquaref MA-08

### ***Chloroalcanes à chaîne courte Méthode d'analyse dans les eaux douces et souterraines phase dissoute***

Applicable entre 0.1 et 1 µg/L – taux de MES < 0.05 g/L

Protocole extraction et analyse identique à ISO 12010

Utilisation du  $^{13}\text{C}_{10}$ -trans Chlordane comme étalon interne

[http://www.aquaref.fr/system/files/Fiche\\_MA8-SCCP-modele\\_24-02-2009\\_OAg.pdf](http://www.aquaref.fr/system/files/Fiche_MA8-SCCP-modele_24-02-2009_OAg.pdf)

## Influence des MES

### Programme 2011 Aquaref

#### ANALYSE DE SUBSTANCES PRIORITAIRES ET ÉMERGENTES DANS LES EAUX-

Influence des matières en suspension sur le dosage de polluants organiques dans les eaux de rejet : étude des organoétains, composés perfluorés, et des chloroalcanes à chaînes courtes

DRC-12-118929-01419A

- Méthode applicable à l'eau totale
  - SCCP adsorbés sur la fraction particulaire
  - Interférence possible sur 1 ion mais non sur les autres
- Attention aux interférences

## Analyse des sédiments

- Norme ISO en préparation
- INERIS- Analyse de substances prioritaires dans les sédiments (SCCP), 2011, INERIS-DRC-11-112048-02877A



- Etape d'extraction: pas de difficulté particulière  
Peut être effectuée par ASE, Soxhlet, ultrasons, agitation liquide/solide
- Etape de purification délicate  
Interférences plus nombreuses (notamment en raison de la présence persistante de PCB dans les sédiments)  
Besoin de plus de quantité d'adsorbant pour purifier (10 g de florisil)  
Homogénéité du remplissage de la colonne critique

## Analyse des sédiments

- Analyse de substances prioritaires dans les sédiments (SCCP), 2011, INERIS-DRC-11-112048-02877A

Echantillon sec  
Sédiments (1g)

*Extraction: ASE*

Solvant: DCM/hexane 1/1

Evaporer presque à sec et rediluer dans hexane (5mL)

*Purification*

- Ajouter 1g cuivre activé (enlever le soufre)

- Florisil activé (10g) (enlever PCB)

Colonne chromatographie  
10mm\*30cm

- Elution:
1. 80 ml Hexane (enlever PCB)
  2. 10 mL Hexane/Acétone (85/15)
  3. 20 mL Hexane/Acétone (85/15)
  4. 30 mL Hexane/Acétone (50/50)

Prélever fraction (3et 4)

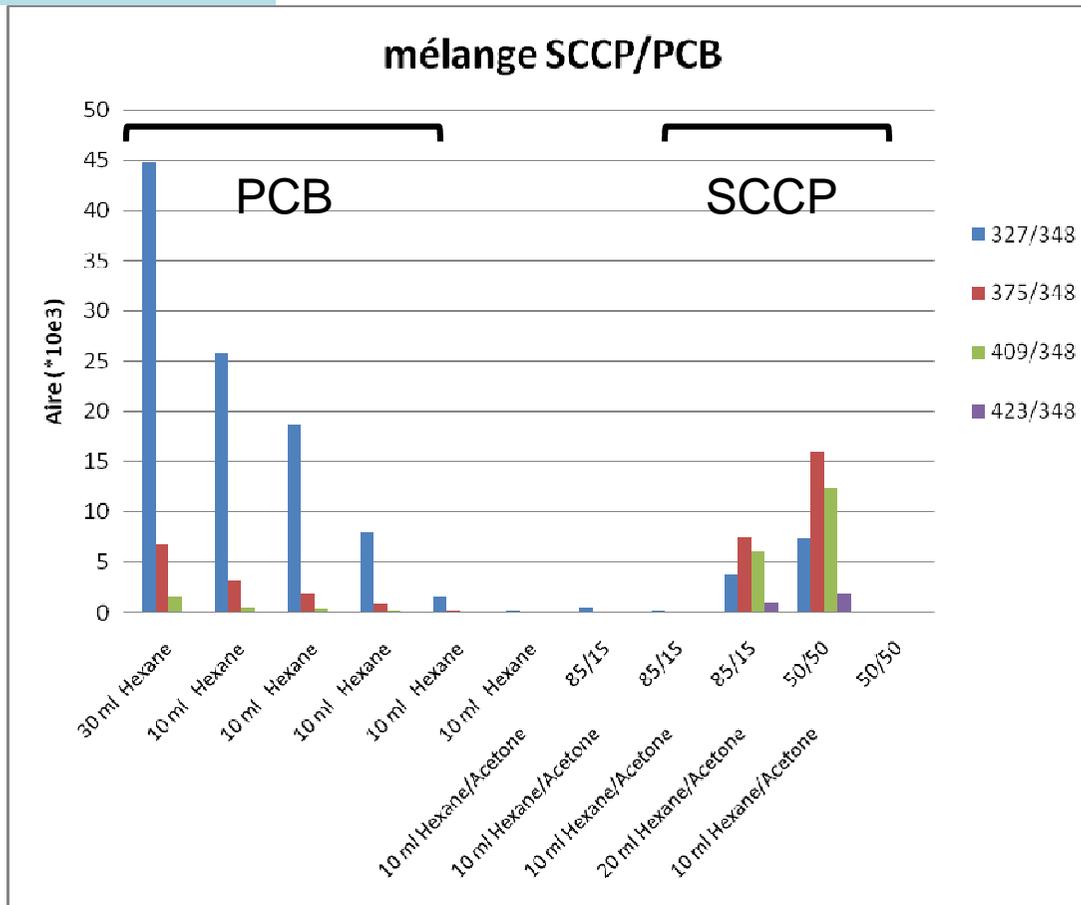
Concentrer à 1mL hexane

Analyse GC-MS

# Analyse des sédiments

- Analyse de substances prioritaires dans les sédiments (SCCP), 2011, INERIS-DRC-11-112048-02877A

- Etape de purification délicate (notamment PCB)



## Analyse des SCCP

### Quantification

SCCP mélange de composés avec différentes longueurs de chaînes et degré de chloration



Quantification avec étalonnage linéaire.

Analyse des SCCP

# Exercice formation SCCP

Basé sur des données obtenues à l'INERIS lors du test de la norme

## Exercice formation SCCP

### Analyse de l'eau

#### 1. Etalonnage :

3 étalonnages linéaires avec 3 solutions de niveaux de chlore différents:

- 49%
- 56%
- 67%

3 niveaux de concentration : 0.15, 0.6 et 1  $\mu\text{g}/\text{mL}$

Le 1,1,1,3,10,11-hexachloroundecane a été utilisé comme étalon interne (0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ).

## Exercice formation SCCP

### Analyse de l'eau

#### Etalonnage :

Les aires suivantes ont été obtenues :

	C (µg/ml)	Cei (µg/ml)	C/Cei	m/z 327	m/z 375	m/z 409	m/z 423	EI (364)
49%	0,15	0,1	1,5	30916	11688	8271	5553	80156
49%	0,6	0,1	6	77728	52418	27306	21406	90403
49%	1	0,1	10	99437	73664	39101	31678	76784
56%	0,15	0,1	1,5	46469	24379	22692	10700	83765
56%	0,6	0,1	6	76649	61164	54267	23369	62764
56%	1	0,1	10	167959	148354	128717	53029	83085
67%	0,15	0,1	1,5	28018	10302	36393	26629	83914
67%	0,6	0,1	6	48912	32047	139361	100600	82895
67%	1	0,1	10	67533	51530	222489	161194	80248

#### Avec Excel

Calculer les rapports d'aires entre les ions considérés (327, 375, 409 et 423) et l'étalon interne

## Exercice formation SCCP

### Rapport des aires ions/ aires de l'EI

	C (µg/ml)	C <sub>ei</sub> (µg/ml)	C/C <sub>ei</sub>	327/364	375/364	409/364	423/364
49%	0,15	0,1	1,5				
49%	0,6	0,1	6				
49%	1	0,1	10				
56%	0,15	0,1	1,5				
56%	0,6	0,1	6				
56%	1	0,1	10				
67%	0,15	0,1	1,5				
67%	0,6	0,1	6				
67%	1	0,1	10				

## Exercice formation SCCP

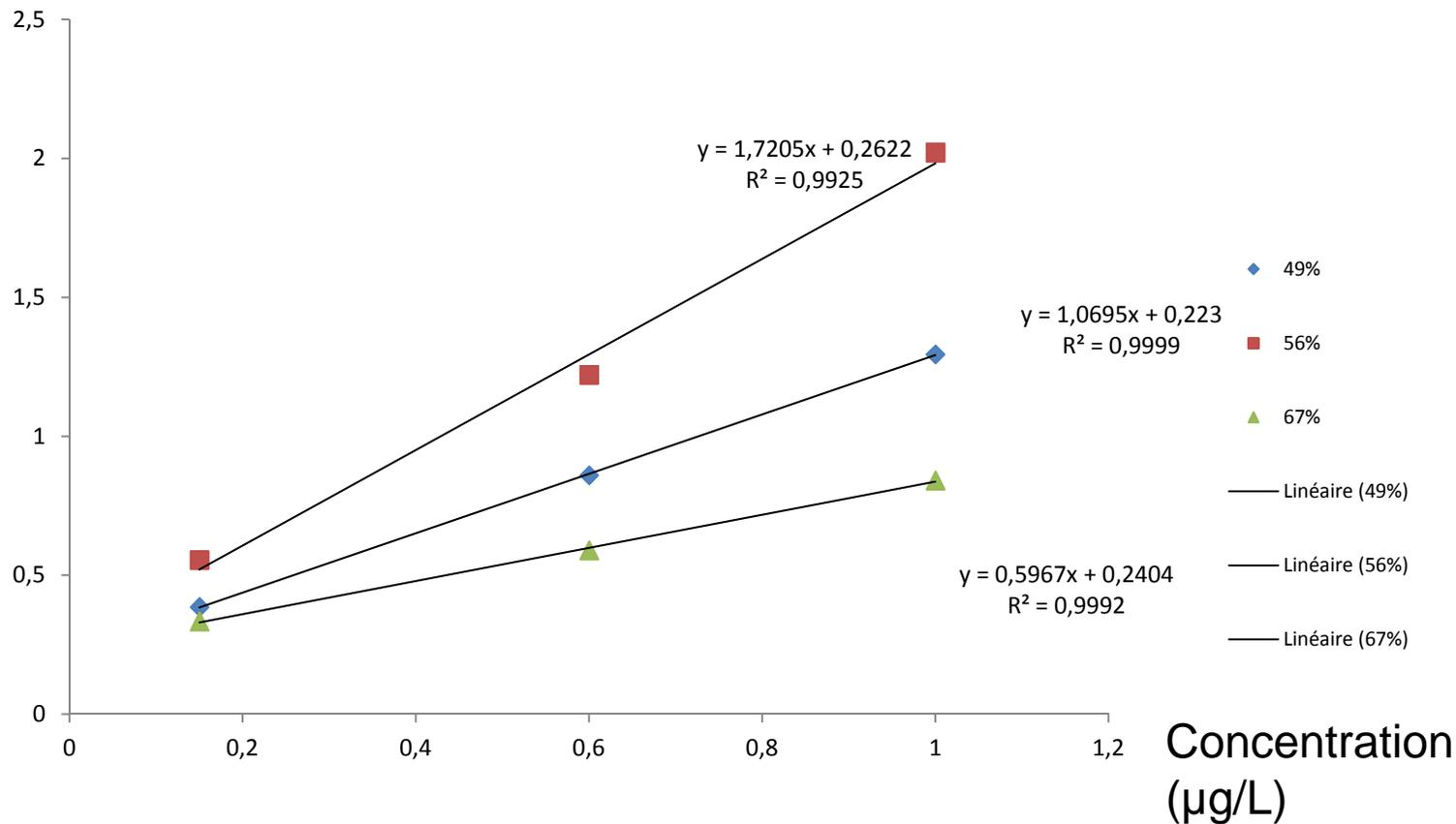
### Rapport des aires ions/ aires de l'EI

	<b>C (µg/ml)</b>	<b>C<sub>ei</sub> (µg/ml)</b>	<b>C/C<sub>ei</sub></b>	<b>327/364</b>	<b>375/364</b>	<b>409/364</b>	<b>423/364</b>
49%	0,15	0,1	1,5	0,39	0,15	0,10	0,07
49%	0,6	0,1	6	0,86	0,58	0,30	0,24
49%	1	0,1	10	1,30	0,96	0,51	0,41
56%	0,15	0,1	1,5	0,55	0,29	0,27	0,13
56%	0,6	0,1	6	1,22	0,97	0,86	0,37
56%	1	0,1	10	2,02	1,79	1,55	0,64
67%	0,15	0,1	1,5	0,33	0,12	0,43	0,32
67%	0,6	0,1	6	0,59	0,39	1,68	1,21
67%	1	0,1	10	0,84	0,64	2,77	2,01

# Exercice formation SCCP

327/364

Rapport aire 327/364



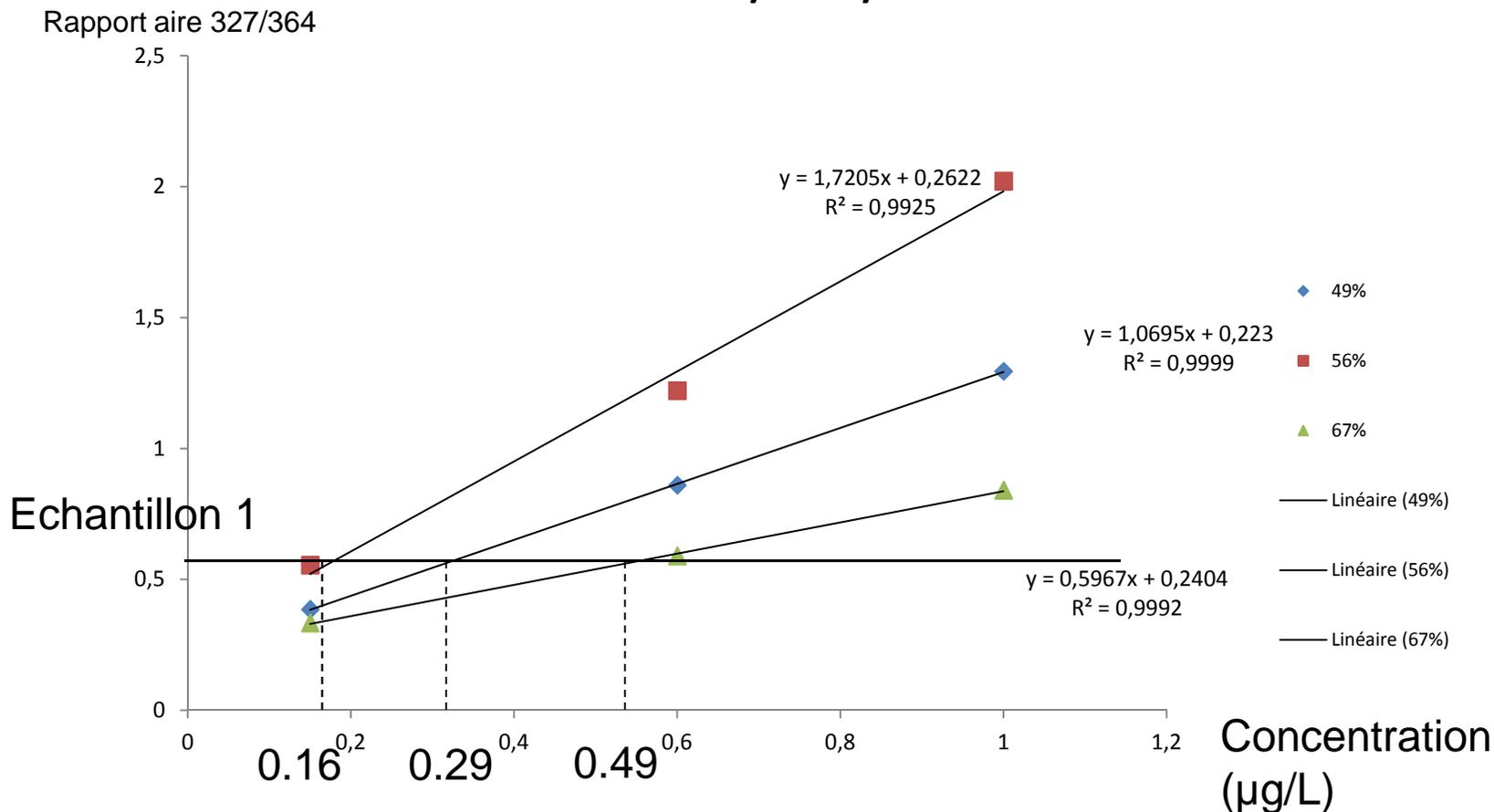
## Exercice formation SCCP

Aires obtenues pour 2 échantillons

	m/z 327	m/z 375	m/z 409	m/z 423	EI (364)
Echantillon 1	35990	10691	18338	54556	67882
Echantillon 2	31393	8203	15091	50150	43318

# Exercice formation SCCP

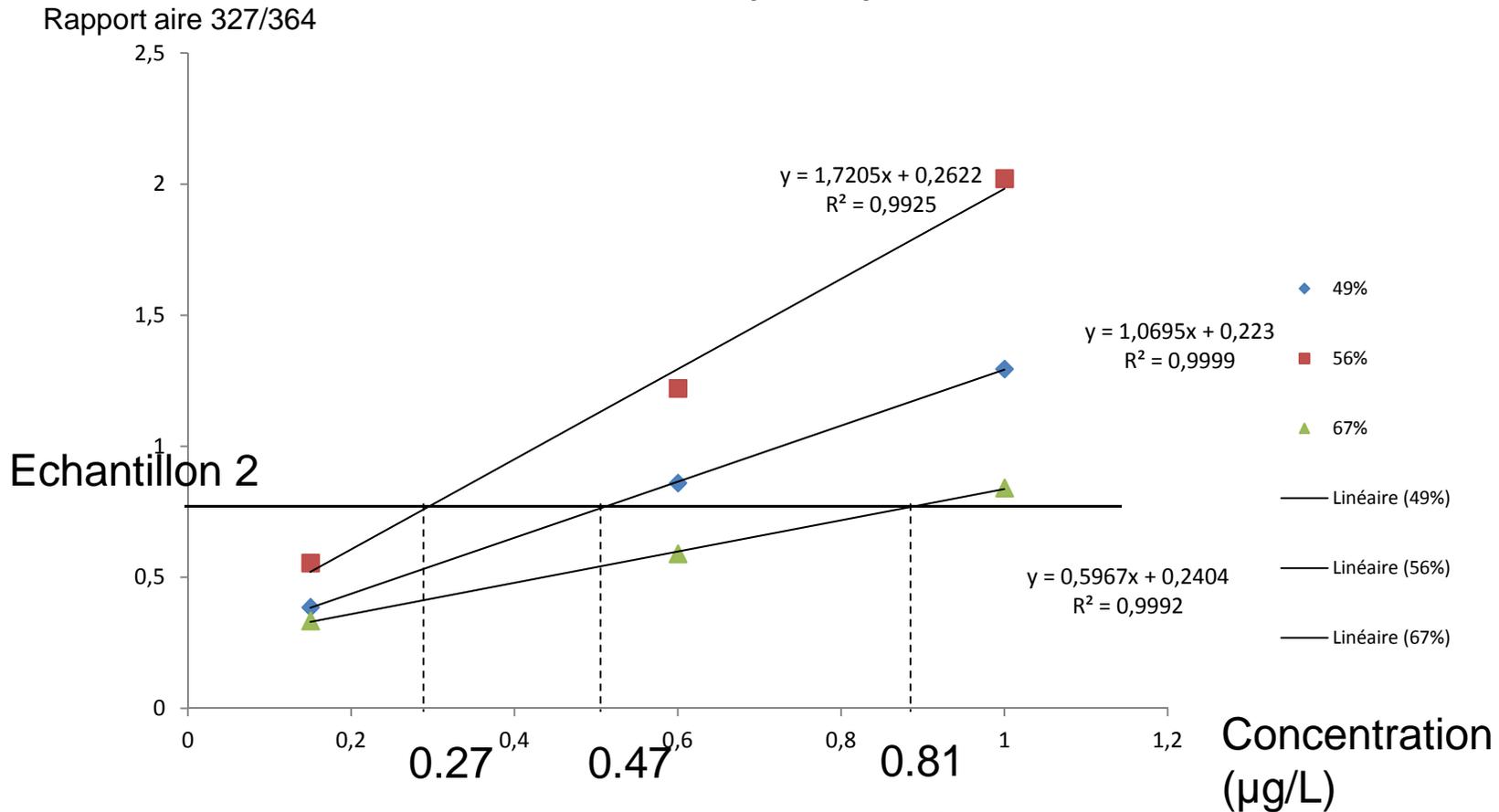
m/z 327/364



Facteur 3 entre étalonnage avec solution à 56% et 67%

# Exercice formation SCCP

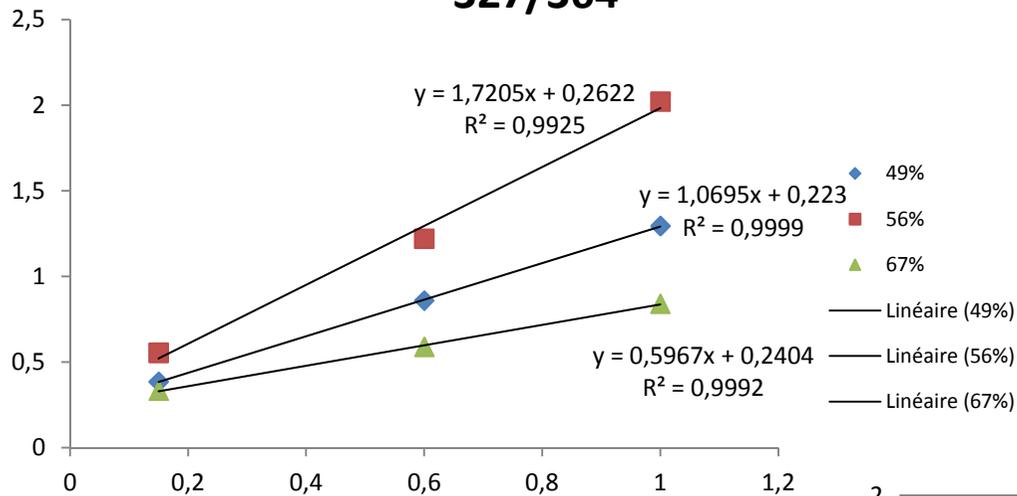
m/z 327/364



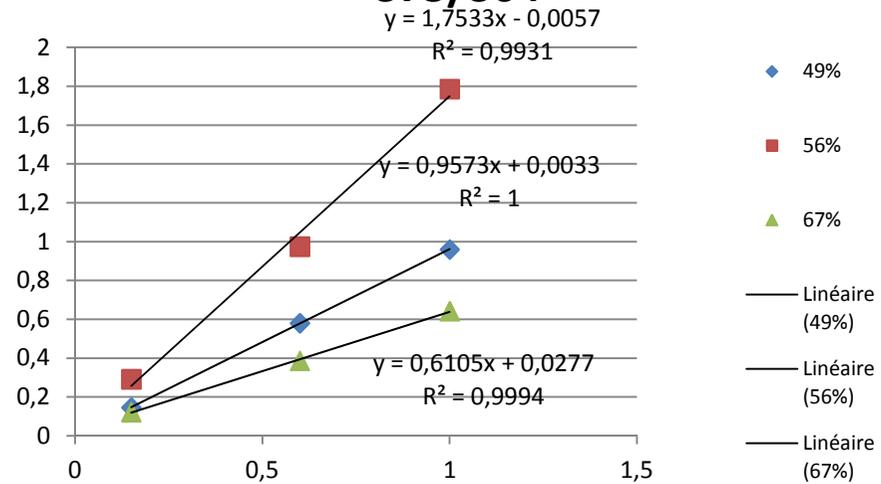
Facteur 3.5 entre étalonnage avec solution à 56% et 67%

# Exercice formation SCCP

327/364

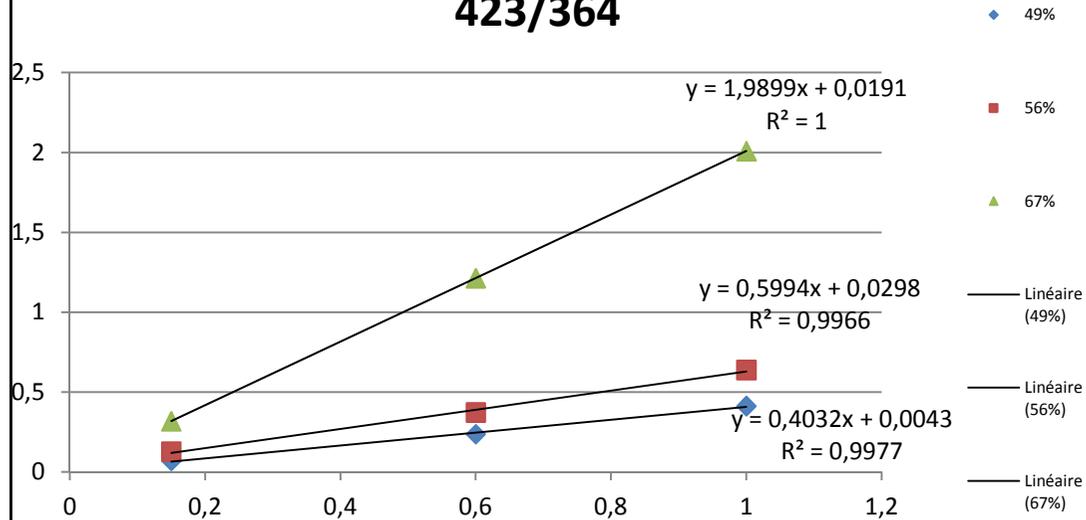


375/364

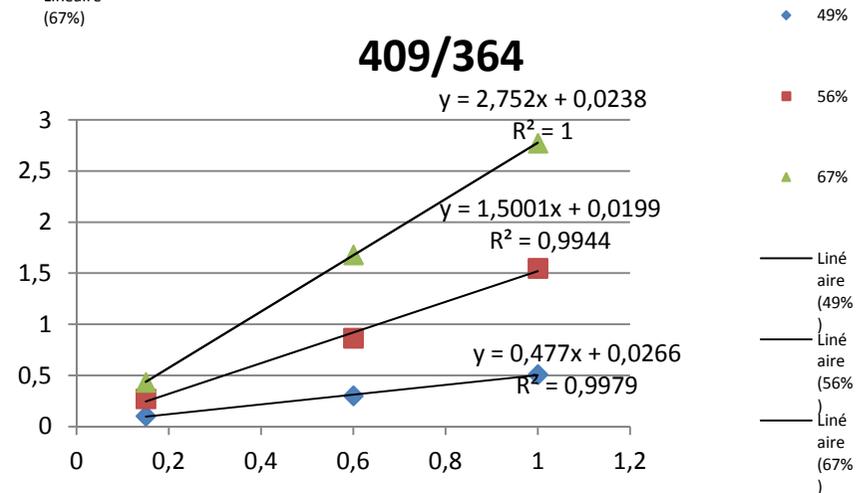


# Exercice formation SCCP

423/364



409/364



## Exercice formation SCCP

### Bilan résultats calculs concentration SCCP

	Ech.1	Ech, 2
Etalonnage linéaire « monochlore »	49%	0,29
	56%	0,16
	67%	0,49

Ech, 2

Ech.1

0,47

0,29

49%

0,27

0,16

56%

0,81

0,49

67%

Valeurs en µg/L

## Exercice formation SCCP

Les pentes sont différentes selon l'utilisation de solution avec des pourcentages de chlore différents

- Si une seule solution est utilisée pour l'étalonnage, elle ne peut pas refléter les différences de réponse obtenues avec différents niveaux de chlore dans les échantillons.



L'étalonnage linéaire « mono-chlore » est limité.

## Analyse des SCCP

### Quantification

SCCP mélange de composés avec différentes longueurs de chaînes et degré de chloration

1 ion représente majoritairement certains congénères du mélange mais non la totalité.

Nécessaire de considérer plusieurs ions pour refléter la complexité (et la réponse) des différents congénères composant les mélanges commerciaux

Etalonnage multivarié    Régression linéaire multiple

## Norme ISO 12010

### Solutions de calibration

- Préparation de mélanges synthétiques qui ressemblent aux mélanges techniques produits commercialement

Solutions d'étalon individuel comprenant

- Différentes longueurs de chaines (entre C<sub>10</sub> et C<sub>13</sub>)
  - Différentes teneurs en Chlore (entre 44 et 70%)
- Utilisation de mélanges disponibles commercialement

# Norme ISO 12010

## Table de préparation des gammes étalons

### Préparation au minimum de 3 solutions

- Préparation à partir de solutions individuelles (plus fiable)
- Achat de solutions commerciales (composition non complètement maîtrisée)

Standard solutions			Synthetic mixed standard solutions, which resemble technical mixtures					
<i>n</i> -alkane chain length	Chlorine content % of the individual C-number mixtures	Mean number of chlorines in the molecules (calculated)	Hordalub 17 -s1	SCCP 51,5 % -s1	Hordalub 80 -s1	Cereclor 60 -s1	Hordalub 500 -s1	Cereclor 70 -s1
<b>Chlorine content calculated %</b>			49,0	51,5	56,0	59,0	62,0	66,7
Composition in ng/ml								
C <sub>10</sub>	44,82	3,22	500					
C <sub>10</sub>	50,18	3,97	500	500	500			
C <sub>10</sub>	55,00	4,79		500	500			
C <sub>10</sub>	60,09	5,86				1 000	900	
C <sub>10</sub>	65,02	7,16				500	300	2 000
C <sub>11</sub>	45,50	3,63	1 200					
C <sub>11</sub>	50,21	4,37	2 600	2 500	500	700		
C <sub>11</sub>	55,20	5,31		1 000	2 000	1 300	400	
C <sub>11</sub>	60,53	6,55			1 900	1 200	2 500	
C <sub>11</sub>	65,25	7,94					2 500	3 200
C <sub>12</sub>	45,32	3,93	1 000					
C <sub>12</sub>	50,18	4,76	2 400	2 500	500			
C <sub>12</sub>	55,00	5,74		1 500	2 500	2 000	1 000	
C <sub>12</sub>	65,08	8,59			200	1 500	1 700	
C <sub>12</sub>	69,98	10,62						3 100
C <sub>13</sub>	44,90	4,19		500				
C <sub>13</sub>	50,23	5,16	1 800	1 000				
C <sub>13</sub>	55,03	6,22			1 000	400		
C <sub>13</sub>	59,98	7,56			400	1 300	700	
C <sub>13</sub>	65,18	9,34				100		1 700
<b>Sum of SCCP (ng/ml)</b>			10 000	10 000	10 000	10 000	10 000	10 000

# Norme ISO 12010

Préparation des solutions d'étalonnage

3 niveaux **minimums** (0,15 ; 0,6 et 1,0 µg/l) pour chaque solution préparée

**9 points d'étalonnage minimums**

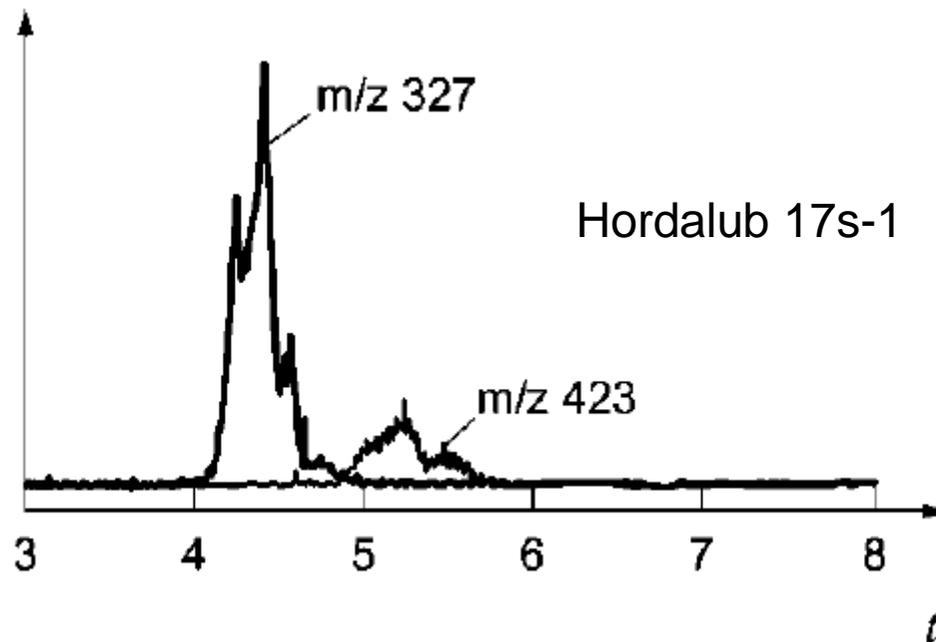
Mixture	Hordalub 17 -s1	SCCP 51,5 % -s1	Hordalub 80 -s1	Cereclor 60 -s1	Hordalub 500 -s1	Cereclor 70 -s1	Internal Standard
	µg/ml	µg/ml	µg/ml	µg/ml	µg/ml	µg/ml	1,1,1,10,11,13-Hexachloro-decane µg/ml
Sum of SCCPs µg/ml							
0,15	0,15						0,1
0,15		0,15					0,1
0,15			0,15				0,1
0,15				0,15			0,1
0,15					0,15		0,1
0,15						0,15	0,1
0,6	0,6						0,1
0,6		0,6					0,1
0,6			0,6				0,1
0,6				0,6			0,1
0,6					0,6		0,1
0,6						0,6	0,1
1,0	1,0						0,1
1,0		1,0					0,1
1,0			1,0				0,1
1,0				1,0			0,1
1,0					1,0		0,1
1,0						1,0	0,1

## Quantification SCCP

### 4 ions considérés

m/z 327  
 m/z 375  
 m/z 409  
 m/z 423

Représentatif de la majorité des SCCP  
 Elués sous forme de massif chromatographique  
 Temps de rétention légèrement différents



## Calibration SCCP

$$\rho_{\text{SCCPsum}} = b_1 \cdot \frac{A_1}{A_{IS}} + b_2 \cdot \frac{A_2}{A_{IS}}$$

$b_1, b_2$ : coefficient de régression ( $\mu\text{g/mL}$ )

$A_1, A_2$ : Aire des analytes selon les ions considérés (ex: m/z 327, m/z 423)

$A_{IS}$ : surface du pic de l'étalon interne (m/z 486)

3 modèles:

**Rapport quantifiant: m/z 327 et m/z 423**

Rapport qualifiant: m/z 375 et m/z 423

Rapport qualifiant: m/z 327 et m/z 409

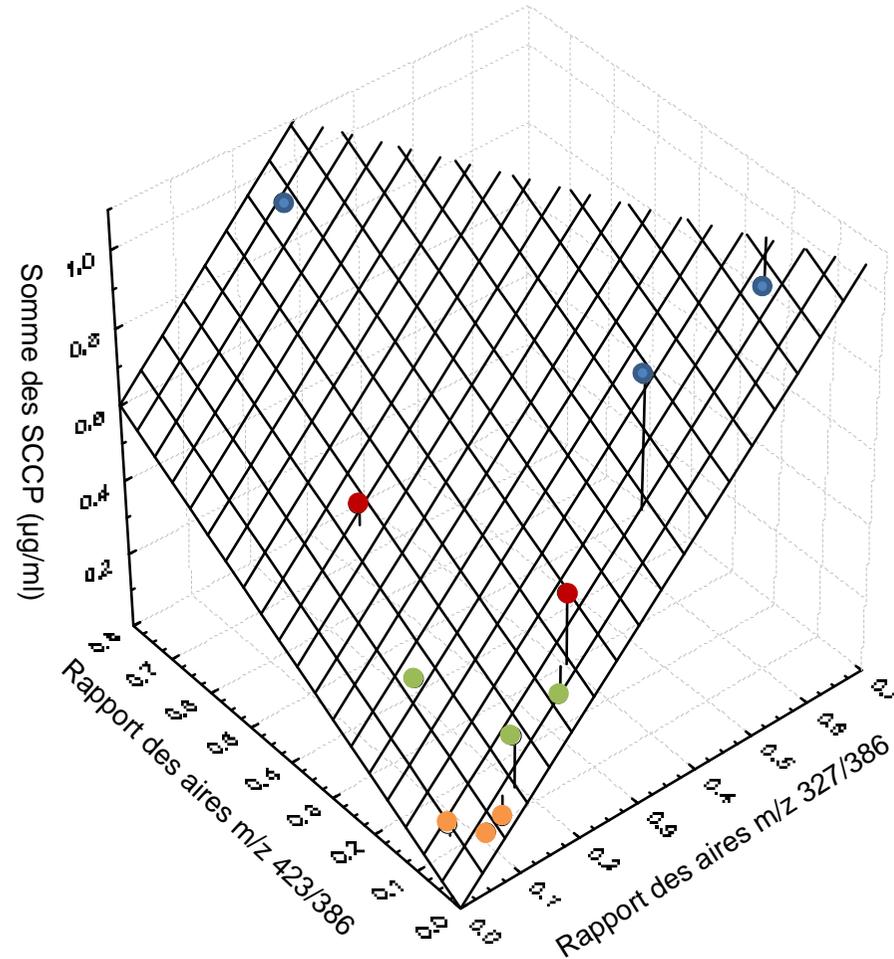
Détermination de  $b_1$  et  $b_2$  pour chacun des ions et des modèles

# Calibration SCCP

Rapport quantifiant:  
m/z 327 et m/z 423

Combinaison donnant les  
meilleurs résultats

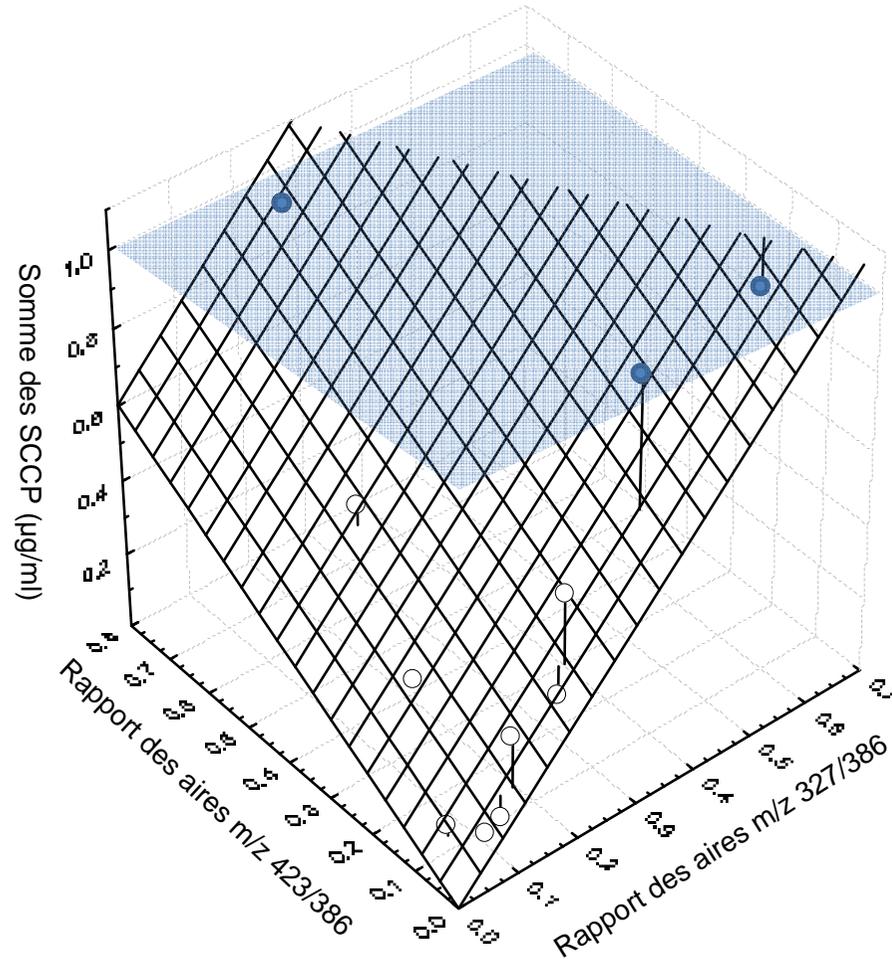
Détermination *b1* et *b2*



# Calibration SCCP

Rapport quantifiant:  
m/z 327 et m/z 423

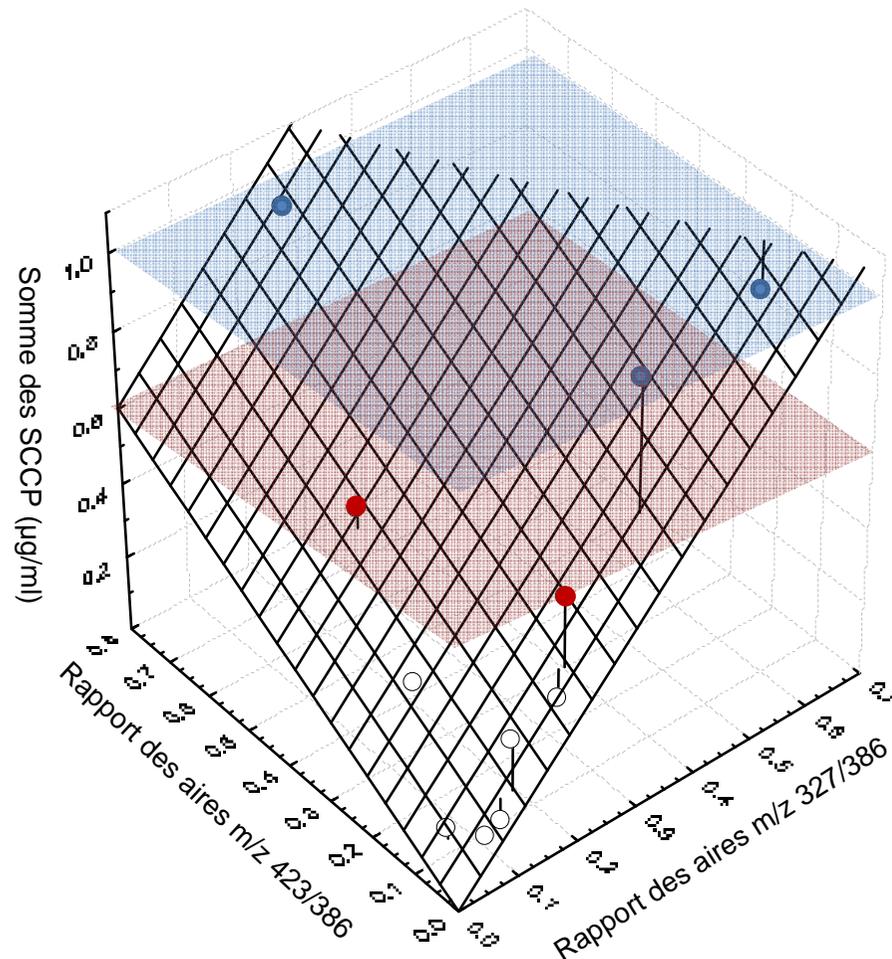
Niveau 1  
1.0 µg/mL



# Calibration SCCP

Rapport quantifiant:  
m/z 327 et m/z 423

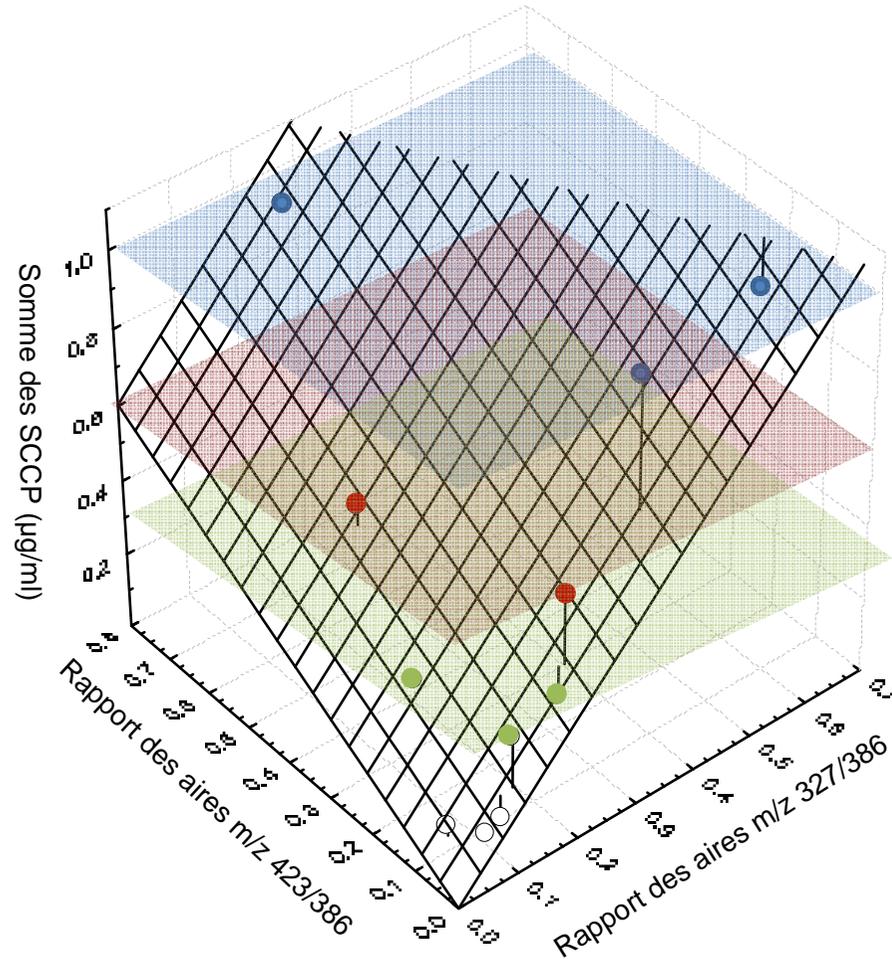
Niveau 2  
0.6 µg/mL



# Calibration SCCP

Rapport quantifiant:  
m/z 327 et m/z 423

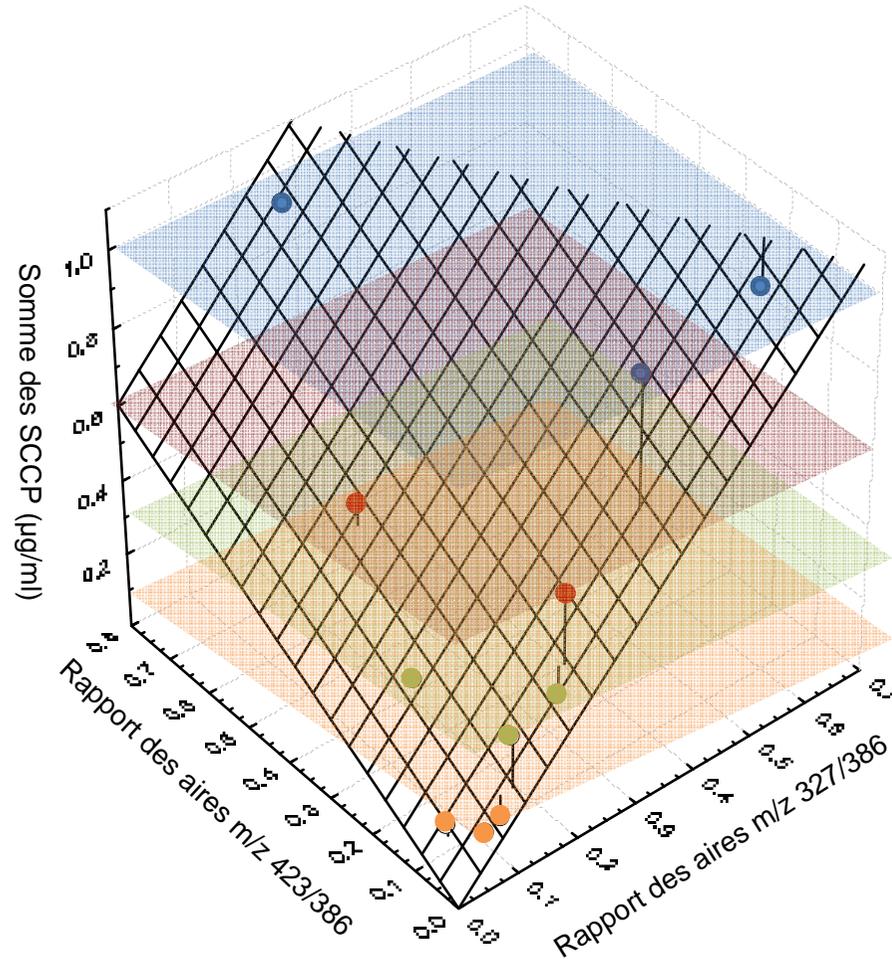
Niveau 3  
0.3 µg/mL



# Calibration SCCP

Rapport quantifiant:  
m/z 327 et m/z 423

Niveau 4  
0.15 µg/mL



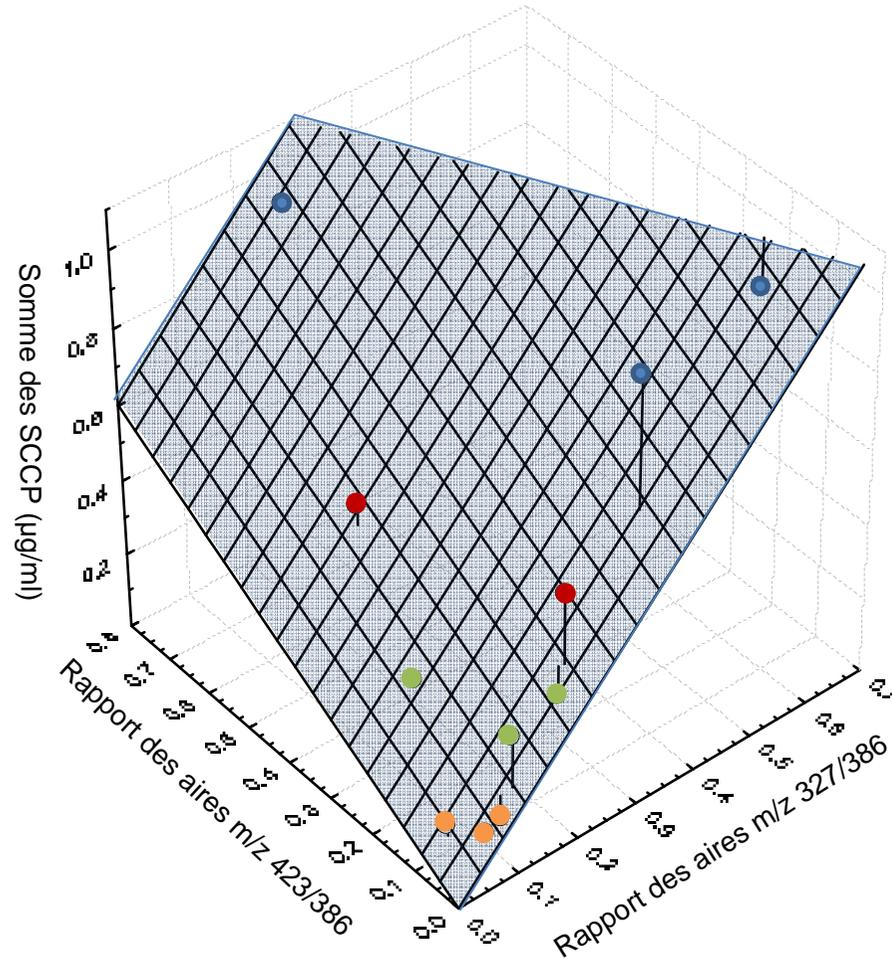
# Calibration SCCP

Rapport quantifiant:  
m/z 327 et m/z 423

Combinaison donnant les  
meilleurs résultats

$$\rho_{SCCPsum} = b_1 \cdot \frac{\text{Aire } m/z327}{\text{Aire } EI} + b_2 \cdot \frac{\text{Aire } m/z423}{\text{Aire } EI}$$

Détermination *b1* et *b2*



# Calibration SCCP

Fiche de calcul  
norme ISO 12010

ou

Calcul dans  
Excel®  
de  $b_1$  et  $b_2$

réalisé à l'aide de la  
fonction  
« DROITEREG »

Modèle 1 ions 327 et 423				
Y	X1	X2	nb pt	
C(µg/ml)	A327/A364	A423/A364	9	
49%	0,15	0,38569789	0,069277409	
56%	0,15	0,55475437	0,127738316	
67%	0,15	0,33388946	0,317336797	
49%	0,6	0,85979448	0,236784178	
56%	0,6	1,22122554	0,372331273	
67%	0,6	0,59004765	1,213583449	
49%	1	1,2950224	0,412559908	
56%	1	2,02153217	0,638249985	
67%	1	0,84155366	2,008698036	
Formules de calcul				
v1= nb pt - df				
v2=df				
v1 calculé 2				
v2 calculé 7				
Valeur critique de F (ne doit pas être en dessous)trouvé dans la table de distribution de F selon v1 et v2.				
Valeur critique de F (ne doit pas être en dessous)trouvé dans la table de distribution de F selon v1 et v2.				
degrés de liberté (df)				
Déviation standard de la concentration prévue				
F trouvé par calcul matriciel 93,02450956				
Calcul de la Loi F 9,08E-06 0,001%				
modèle correc				

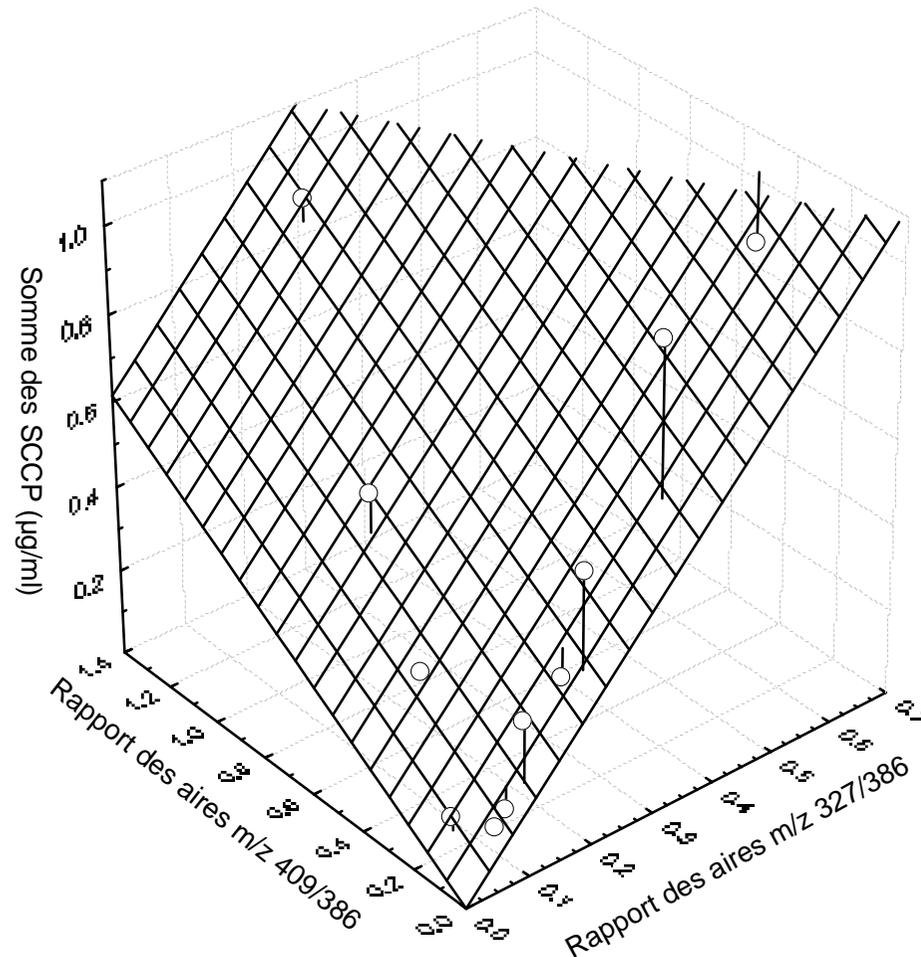
## Calibration SCCP

Rapport qualifiant:  
m/z 327 et m/z 409

Détermination *b1* et *b2*

Critère d'acceptation:

Pas plus de 50% de  
différence avec le  
résultat trouvé avec  
m/z 327 et m/z 423



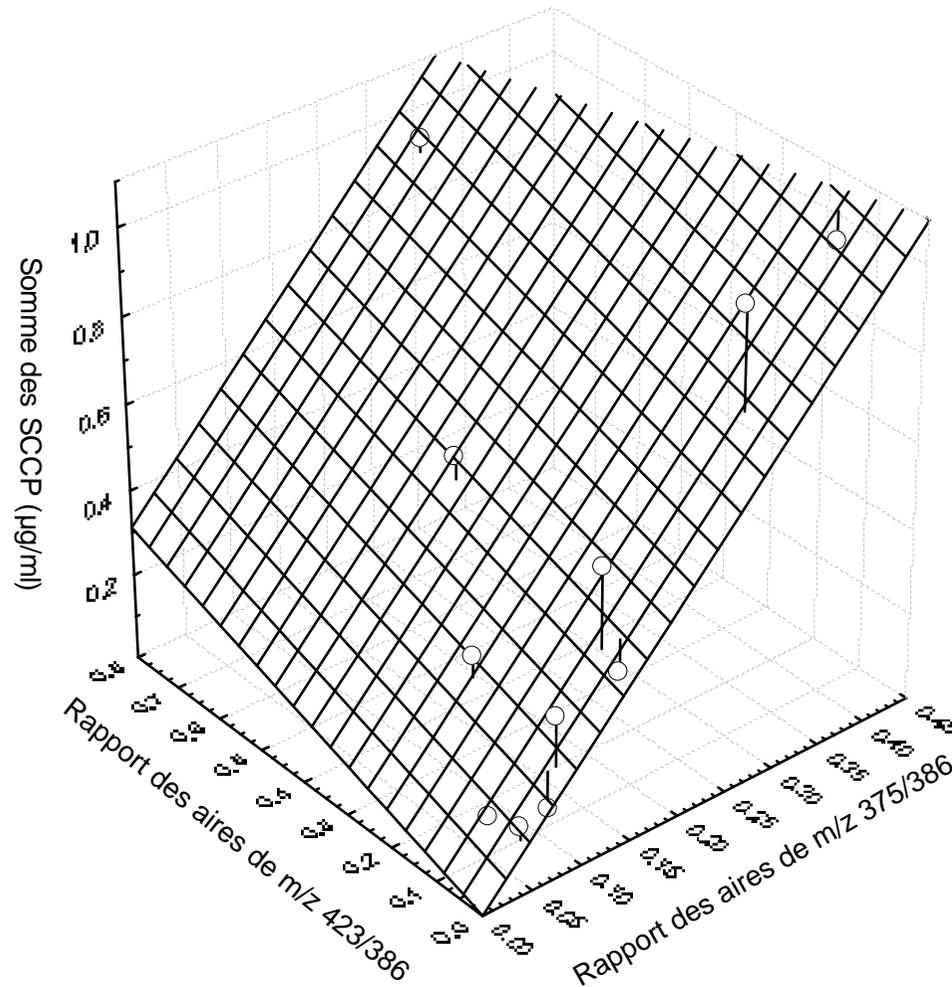
# Calibration SCCP

Rapport qualifiant:  
m/z 375 et m/z 423

Détermination *b1* et *b2*

Critère d'acceptation:

Pas plus de 60% de  
différence avec le  
résultat trouvé avec  
m/z 327 et m/z 423



# Norme ISO 12010

## Préparation des solutions d'assurance qualité

Utiliser au moins 2 des ces solutions pour vérifier l'étalonnage

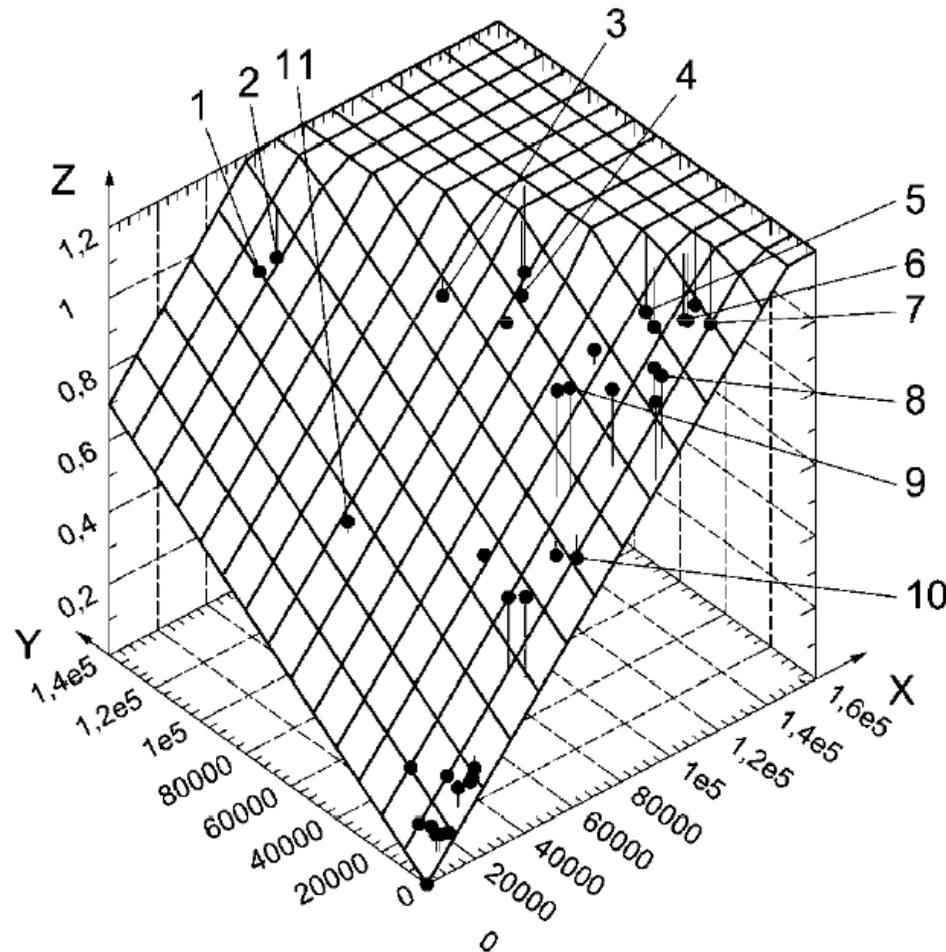
(d'autres solutions peuvent également être utilisées)

		SCCP 51,5 % -s2	SCCP 55,5 % -s2	SCCP 63 % -s2	Hordalub 17 -s2	Hordalub 80 -s2	Hordalub 500 -s2	Cereclor 60 -s2
	Calculated mean chlorine content in %	51,45	55,77	63,22	49,07	55,91	61,87	59,07
<i>n</i> -alkane chain length	Chlorine content % of the individual C-number mixtures according to the manufacturer	Composition (ng/ml)						
C <sub>10</sub>	44,82				50			
C <sub>10</sub>	50,18	50			50			
C <sub>10</sub>	55	50	100			100		
C <sub>10</sub>	60,09			50			90	150
C <sub>10</sub>	65,02			50			20	
C <sub>11</sub>	45,5	200	200		100			
C <sub>11</sub>	50,21				280	50		
C <sub>11</sub>	55,2	150				250		200
C <sub>11</sub>	60,53		150	200		140	350	120
C <sub>11</sub>	65,25			300			200	
C <sub>12</sub>	45,32	150	100		100			
C <sub>12</sub>	50,18	150	50	50	240	50		
C <sub>12</sub>	55					250	100	200
C <sub>12</sub>	65,08	100	200	100		20	170	150
C <sub>12</sub>	69,98			50				
C <sub>13</sub>	44,9	50						
C <sub>13</sub>	50,23	100	50		180			
C <sub>13</sub>	55,03		100			100		
C <sub>13</sub>	59,98		50	100		40	70	170
C <sub>13</sub>	65,18			100				
Sum of SCCPs (ng/ml)		1 000	1 000	1 000	1 000	1 000	1 000	990

## Quantification SCCP

Solutions d'étalonnage et solutions d'assurance qualité

- 1 Cereclor 70 -s2, 1 µg/ml
- 2 Cereclor 70 -s1, 1 µg/ml
- 3 Sediment -s2, 1 µg/ml
- 4 Cereclor 60 -s2, 1 µg/ml
- 5 Hordalub 80 -s2, 1 µg/ml
- 6 Hordalub 500 -s1, 1 µg/ml
- 7 Zebra mussels -s2, 1 µg/ml
- 8 Perch -s2, 1 µg/ml
- 9 Hordalub 17 -s2, 1 µg/ml
- 10 Hordalub 500 -s1, 0,6 µg/ml
- 11 Cereclor 70 -s1, 0,6 µg/ml
- X peak area *m/z* 327
- Y peak area *m/z* 423
- Z sum of SCCP in µg/ml



## Quantification SCCP

### Analyse d'échantillon

$$\rho_{\text{SCCPsum}} = \left( b_1 \cdot \frac{A_1}{A_{IS}} + b_2 \cdot \frac{A_2}{A_{IS}} \right) \cdot \rho_{IS, \text{sample}} / \rho_{IS, \text{calibration solution}}$$

$b_1, b_2$ : coefficient de régression ( $\mu\text{g/mL}$ )

$A_1, A_2$ : Aire des analytes selon les ions considérés (ex: m/z 327, m/z 423)

$A_{IS}$ : surface du pic de l'étalon interne (ex: m/z 486)

$\rho_{IS, \text{sample}}$ : Concentration de l'étalon interne dans l'échantillon

$\rho_{IS, \text{calibration solution}}$ : Concentration de l'étalon interne dans les solutions de calibration

## Norme ISO 12010

### Feuille de calcul de la norme ISO 12010

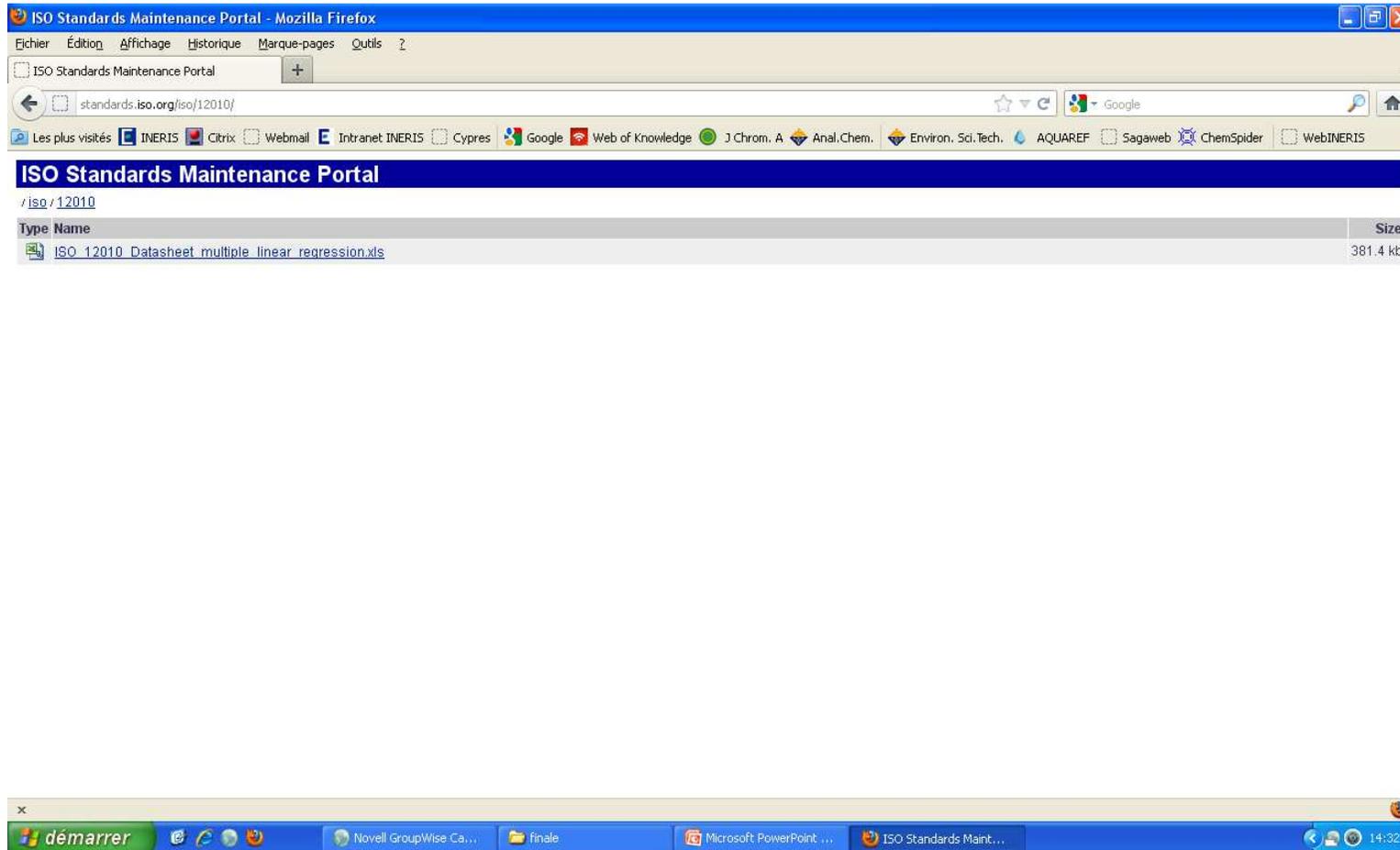
<http://www.naw.din.de/cmd?level=tpl-artikel&menuid=47225&cmsareaid=47225&cmsrubid=96894&menurubricid=96894&cmstextid=96896&3&languageid=de>

<http://standards.iso.org/iso/12010/>

#### Renseigner le fichier

- Points d'étalonnage
- Solutions de vérification
- Echantillons

# Norme ISO 12010



# Norme ISO 12010

NA 119 Normenausschuss Wasserwesen (NAW): Calibration ISO 12010 - Mozilla Firefox

Fichier Édition Affichage Historique Marque-pages Outils ?

www.naw.din.de/cmd?level=tpl-artikel&menuid=47225&cmsareaid=47225&cmsrubid=96894&menurubricid=96894&cmstextid=96896&38/languageid=de

Les plus visités INERIS InfoView Webmail Intranet de l'INERIS Cypres Google Web of Knowledge J Chrom. A Anal.Chem. Environ. Sci.Tech. AQUA

English Version Kontakt Warenkorb Livelink

**DIN** NA 119 Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

	<a href="#">Normen erarbeiten</a>	<a href="#">Normen kaufen</a>	<a href="#">Normen anwenden</a>
--	-----------------------------------	-------------------------------	---------------------------------

**Aktuelles**

- Arbeitskreise
- Ringversuche
- NA 119-01-03 AA**
- Publikationen
- Meldungen
- Normen des NA
- Spezifikationen des NA
- Projekte des NA
- Nationale Gremien
- Europäische Gremien
- Internationale Gremien
- Wir über uns

[Startseite](#) > **Calibration ISO 12010**

## Calibration ISO 12010

Example spread sheet for the calibration according to ISO/CD 12010

**Downloads**

- ↓ [Calibration ISO 12010 \(88.1 KB\)](#)

**Druckansicht**

**Suche im NA 119**

Alle Bereiche

Suchen

**Livelink NA 119**

**Ansprechpartner**

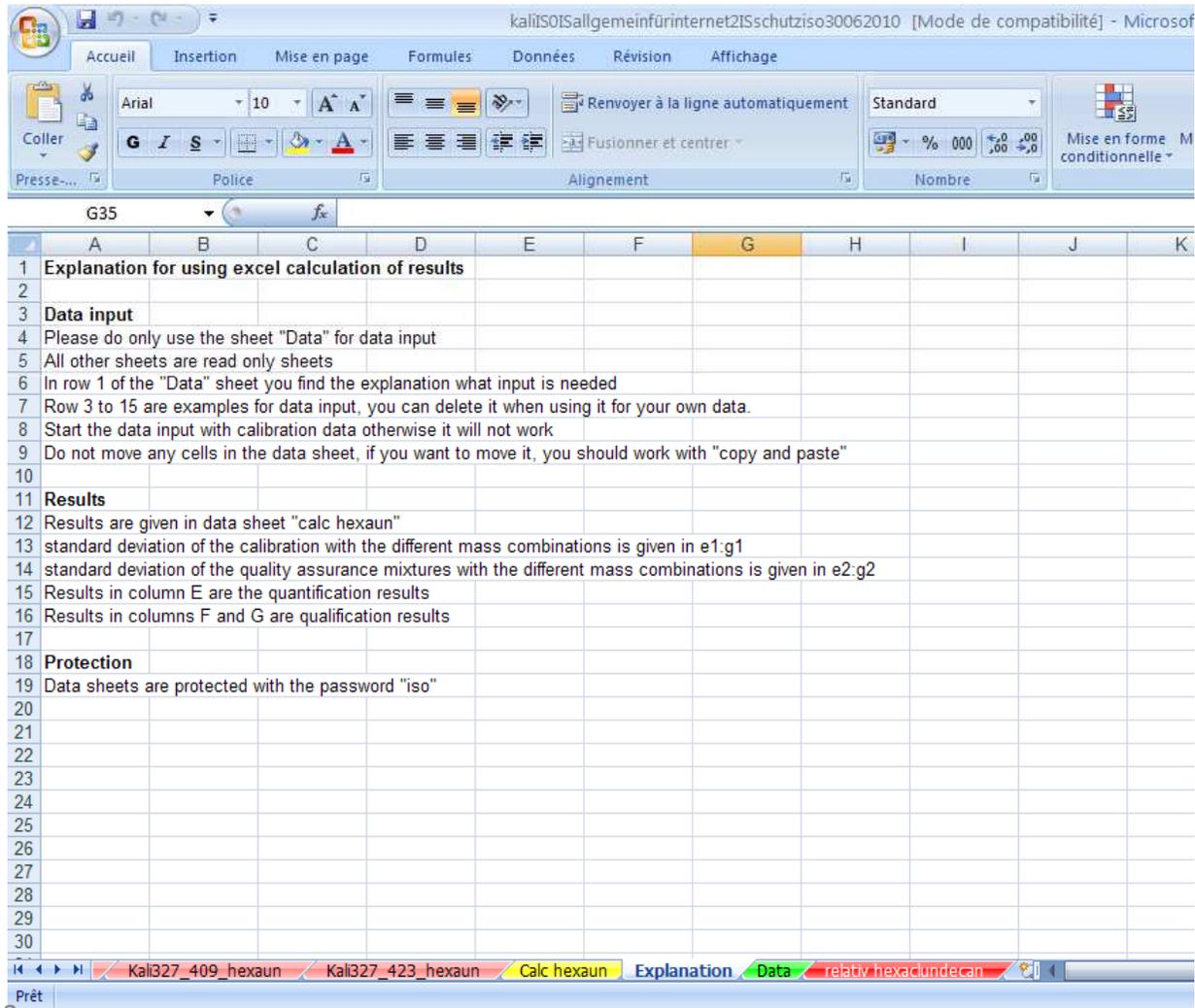
**Dipl.-Ing. Petra Scharf**

[Nachricht senden](#)

**Publikationen**

- [Jahresbericht 2011](#)
- [NAW Imagebroschüre](#)

# Norme ISO 12010



# Norme ISO 12010

Microsoft Excel interface showing a data sheet for input. The spreadsheet contains the following data:

Chromatogram	Sample name	Quality assurance concentrations	Calibration concentrations	Peak areas of the internal standard 1,1,1,3,10,11-Hexachlorun decane m/z 364	Peak areas of the m/z values 327	375	409	423
06100902.D	SCCP 015_0_0_01_01_001		0,15	67457	53164	24995	11912	14453
06100903.D	SCCP 0_015_0_01_01_001		0,15	67429	68377	42534	28204	18072
06100904.D	SCCP 0_0_015_01_01_001		0,15	53334	41182	26976	85692	49209
06100905.D	SCCP 05_0_0_01_01_001		0,5	68512	128664	92210	36954	34775
06100906.D	SCCP 0_05_0_01_01_001		0,5	71831	200170	143515	102193	48041
06100907.D	SCCP 0_0_05_01_01_001		0,5	57188	92248	88480	306458	154026
06100908.D	SCCP 1_0_0_01_01_001		1	61967	214821	164336	68379	51894
06100909.D	SCCP 0_1_0_01_01_001		1	80651	381683	287273	193706	87263
06100910.D	SCCP 0_0_1_01_01_001		1	65727	167660	185117	623410	312818
06180902.D	SCCP KS Horda/Cere 1µg/ml		1	97478	271485	252992	480540	262697
06230954.D	SCCP Z-2009-9324+IS 01_01_001			203398	69486	70773	76802	179563
06230956.D	SCCP Z-2009-9727+IS 01_01_001			746155	229359	451216	434211	1116599
06230958.D	SCCP Z-2009-9862+IS 01_01_001			155813	77629	285879	303071	719361

## Points d'étalonnage

Chromatogram	Sample name	Quality assurance concentrations	Calibration concentrations	Peak areas of the internal standard 1,1,1,3,10,11-Hexachloron decane m/z	Peak areas of the m/z values
				364	327 375 409 423
06100902.D	SCCP 015_0_0_01_01_001		0,15	67457	53164 24995 11912 14453
06100903.D	SCCP 0_015_0_01_01_001		0,15	67429	68377 42534 28204 18072
06100904.D	SCCP 0_0_015_01_01_001		0,15	53334	41182 26976 85692 49209
06100905.D	SCCP 05_0_0_01_01_001		0,5	68512	128664 92210 36954 34775
06100906.D	SCCP 0_05_0_01_01_001		0,5	71831	200170 143515 102193 48041
06100907.D	SCCP 0_0_05_01_01_001		0,5	57188	92248 88480 306458 154026
06100908.D	SCCP 1_0_0_01_01_001		1	61967	214821 164336 68379 51894
06100909.D	SCCP 0_1_0_01_01_001		1	80651	381683 287273 193706 87263
06100910.D	SCCP 0_0_1_01_01_001		1	65727	167660 185117 623410 312818
06180902.D	SCCP KS Horda/Cere 1µg/ml			97478	51485 252992 480540 262697
06230954.D	SCCP Z-2009-9324+IS 01_01_001			203398	59486 70773 76802 179563
06230956.D	SCCP Z-2009-9727+IS 01_01_001			746155	229459 451216 434211 1116599
06230958.D	SCCP Z-2009-9862+IS 01_01_001			155813	77619 285879 303071 719361

Ajouter concentrations utilisées pour la calibration

Indiquer les aires obtenues correspondantes

# Norme ISO 12010

## Solution(s) de vérification

1	Data sheet for input		Input of the calibration concentrations	Input of concentration values into the first rows	Peak areas of the internal standard	Peak areas of the m/z values			
2	Chromatogram	Sample name	Quality assurance concentrations	Calibration concentrations	1,1,1,3,10,11-Hexachlorun decane m/z	327	375	409	423
3	06100902.D	SCCP 015_0_0_01_01_001		0,15	67457	53164	24995	11912	14453
4	06100903.D	SCCP 0_015_0_01_01_001		0,15	67429	68377	42534	28204	18072
5	06100904.D	SCCP 0_0_015_01_01_001		0,15	53334	41182	26976	85692	49209
6	06100905.D	SCCP 05_0_0_01_01_001		0,5	68512	128664	92210	36954	34775
7	06100906.D	SCCP 0_05_0_01_01_001		0,5	71831	200170	143515	102193	48041
8	06100907.D	SCCP 0_0_05_01_01_001		0,5	57188	92248	88480	306458	154026
9	06100908.D	SCCP 1_0_0_01_01_001		1	61967	214821	164336	68379	51894
10	06100909.D	SCCP 0_1_0_01_01_001		1	80651	381683	287273	193706	87263
11	06100910.D	SCCP 0_0_1_01_01_001		1	65727	167660	185117	623410	312818
12	06180902.D	SCCP KS Hords/Cere 1ug/ml			97474	271485	252992	480540	262697
13	06230954.D	SCCP Z-2009-9324+IS 01_01_001			203398	69486	70773	76802	179563
14	06230956.D	SCCP Z-2009-9727+IS 01_01_001			746155	21159	451216	434211	1116599
15	06230958.D	SCCP Z-2009-9862+IS 01_01_001			155813	77689	285879	303071	719361

Ajouter concentration(s) utilisée(s)

Indiquer les aires obtenues correspondantes

# Norme ISO 12010

## Echantillons

Chromatogram	Sample name	Quality assurance concentrations	Calibration concentrations	1,1,1,3,10,11-Hexachlorun decane m/z 364	327	375	409	423
06100902.D	SCCP 015_0_0_01_01_001		0,15	67457	53164	24995	11912	14453
06100903.D	SCCP 0_015_0_01_01_001		0,15	67429	68377	42534	28204	18072
06100904.D	SCCP 0_0_015_01_01_001		0,15	53334	41182	26976	85692	49209
06100905.D	SCCP 05_0_0_01_01_001		0,5	68512	128664	92210	36954	34775
06100906.D	SCCP 0_05_0_01_01_001		0,5	71831	200170	143515	102193	48041
06100907.D	SCCP 0_0_05_01_01_001		0,5	57188	92248	88480	306458	154026
06100908.D	SCCP 1_0_0_01_01_001		1	61967	214821	164336	68379	51894
06100909.D	SCCP 0_1_0_01_01_001		1	80651	381683	287273	193706	87263
06100910.D	SCCP 0_0_1_01_01_001		1	65727	167660	185117	623410	312818
06180902.D	SCCP KS Horda/Cere 1µg/ml		1	97478	271485	252992	480540	262697
06230954.D	SCCP Z-2009-9324+IS 01_01_001			203398	69486	70773	76802	179563
06230956.D	SCCP Z-2009-9727+IS 01_01_001			746155	229359	451216	434211	1116599
06230958.D	SCCP Z-2009-9862+IS 01_01_001			155813	77629	285879	303071	719361

Indiquer les aires obtenues correspondantes

## Norme ISO 12010

Microsoft Excel - kaliISOISallgemeinfürinternet2ISschutziso30062010 [Mode de compatibilité] - Microsoft Excel

Formule dans D18: =SI(ESTNUM(Data!D15);Data!D15;"")

	A	B	C	D	E	F	G	H
1	Quantification with 1,1,1,3,10,11-Hexachlorundecane m/z 364			sy Calibr.	0,117	0,125	0,099	
2				s Assurance	0,188	0,209	0,148	
3					<b>Mass combination for quantification</b>	<b>Mass combination for qualification</b>	<b>Mass combination for qualification</b>	
4					423	409	423	
5	<b>Chromatogram</b>	<b>Sample name</b>		<b>Assurance concentration</b>				
6	06100902.D	SCCP 015_0_0_01_01_001		0,150	0,181	0,173	0,117	
7	06100903.D	SCCP 0_015_0_01_01_001		0,150	0,233	0,230	0,196	
8	06100904.D	SCCP 0_0_015_01_01_001		0,150	0,241	0,229	0,177	
9	06100905.D	SCCP 05_0_0_01_01_001		0,500	0,432	0,417	0,417	
10	06100906.D	SCCP 0_05_0_01_01_001		0,500	0,633	0,645	0,617	
11	06100907.D	SCCP 0_0_05_01_01_001		0,500	0,570	0,563	0,538	
12	06100908.D	SCCP 1_0_0_01_01_001		1,000	0,788	0,774	0,817	
13	06100909.D	SCCP 0_1_0_01_01_001		1,000	1,071	1,094	1,097	
14	06100910.D	SCCP 0_0_1_01_01_001		1,000	0,946	0,932	0,975	
15	06180902.D	SCCP KS Horda/Cere 1µg/ml	1,000		0,812	0,791	0,852	
16	06230954.D	SCCP Z-2009-9324+IS 01_01_001			0,148	0,088	0,129	
17	06230956.D	SCCP Z-2009-9727+IS 01_01_001			0,196	0,089	0,222	
18	06230958.D	SCCP Z-2009-9862+IS 01_01_001			0,511	0,186	0,677	
19	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000	
20	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000	
21	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000	
22	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000	

Calc hexaun

Norme ISO 12010

Points d'étalonnage

	A	B	C	D	E	F	G	H
1	Quantification with 1,1,1,3,10,11-Hexachlorundecane m/z 364							
2				Assurance	0,117	0,125	0,099	
3				Calibration	0,188	0,209	0,148	
4				Assurance	Mass combination for quantification	Mass combination for qualification	Mass combination for qualification	
5	Chromatogram	Sample name	Assurance concentration	Calibration concentration	423	409	423	
6	06100902.D	SCCP 015_0_0_01_01_001		0,150	0,181	0,173	0,117	
7	06100903.D	SCCP 0_015_0_01_01_001		0,150	0,233	0,230	0,196	
8	06100904.D	SCCP 0_0_015_01_01_001		0,150	0,241	0,229	0,177	
9	06100905.D	SCCP 05_0_0_01_01_001		0,500	0,432	0,417	0,417	
10	06100906.D	SCCP 0_05_0_01_01_001		0,500	0,633	0,645	0,617	
11	06100907.D	SCCP 0_0_05_01_01_001		0,500	0,570	0,563	0,538	
12	06100908.D	SCCP 1_0_0_01_01_001		1,000	0,788	0,774	0,817	
13	06100909.D	SCCP 0_1_0_01_01_001		1,000	1,071	1,094	1,097	
14	06100910.D	SCCP 0_0_1_01_01_001		1,000	0,946	0,932	0,975	
15	06180902.D	SCCP KS Horda/Cere 1µg/ml	1,000		0,812	0,791	0,852	
16	06230954.D	SCCP Z-2009-9324+IS 01_01_001			0,148	0,088	0,129	
17	06230956.D	SCCP Z-2009-9727+IS 01_01_001			0,196	0,089	0,222	
18	06230958.D	SCCP Z-2009-9862+IS 01_01_001			0,511	0,186	0,677	
19	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000	
20	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000	
21	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000	
22	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000	

# Exercice formation SCCP

$$\rho_{SCCPsum} = b_1 \cdot \frac{A_1}{A_{IS}} + b_2 \cdot \frac{A_2}{A_{IS}}$$



	A	B	C	D	E	F	G
1							
2	Chron					423	327
3	06100				bi	0,291185475	0,464610385
4	06100			0,12773832	sb	0,076147031	0,062121821
5	06100			0,3173368	r²/sy	0,96373978	0,14657483
6	06100905.D	SCCP 05_0_0_01_01_001	0,85979448	0,23678418		93,02450956	7
7	06100906.D	SCCP 0_05_0_01_01_001	1,22122554	0,37233127		3,997110735	0,150389265
8	06100907.D	SCCP 0_0_05_01_01_001	0,59004765	1,21358345			
9	06100908.D	SCCP 1_0_0_01_01_001	1,2950224	0,41255991			
10	06100909.D	SCCP 0_1_0_01_01_001	2,02153217	0,63824998			
11	06100910.D	SCCP 0_0_1_01_01_001	0,84155368	2,00869804		Test	
12	06180902.D	SCCP KS Horda/Cere 1µg	2,78508997	2,69493629		0,127738316	
13	06230954.D	SCCP Z-2009-9324+IS 01	2,65092366	4,01841431		0,317336797	
14	06230956.D	SCCP Z-2009-9727+IS 01	3,6235745	5,7886329		0,236784178	
15	06230958.D	SCCP Z-2009-9862+IS 01	0,49821902	4,61682273		0,372331273	
16	0	0	0	0		1,213583449	
17	0			0		38016	
18	0			0			

Coefficient de régression b1 et b2

Ecart type des coefficients

Kali327\_423\_hexaun

# Exercice formation SCCP

$$\rho_{SCCPsum} = b_1 \cdot \frac{A_1}{A_{IS}} + b_2 \cdot \frac{A_2}{A_{IS}}$$



	A	B	C	D	E	F	G
1							
2	Chron					423	327
3	06100				bi	0,291185475	0,464610385
4	06100			0,12773832	sb	0,076147031	0,062121821
5	06100			0,3173368	r <sup>2</sup> /sy	0,96373978	0,14657483
6	06100905.D	SCCP 05_0_0_01_01_001	0,85979448	0,23678		93,02450956	7
7	06100906.D	SCCP 0_05_0_01_01_001	1,22122554	0,37233	r <sup>2</sup>	3,997110	
8	06100907.D	SCCP 0_0_05_01_01_001	0,59004765	1,21358345		F	Degré de liberté
9	06100908.D	SCCP 1_0_0_01_01_001	1,2950224	0,41255991			
10	06100909.D	SCCP 0_1_0_01_01_001	2,02153217	0,63824998			
11	06100910.D	SCCP 0_0_1_01_01_001	0,84155368	2,00869804		Test	
12	06180902.D	SCCP KS Horda/Cere 1µg	2,78508997	2,69493629		0,127738316	
13	06230954.D	SCCP Z-2009-9324+IS 01	2,65092366	4,01841431		0,317336797	
14	06230956.D	SCCP Z-2009-9727+IS 01	3,6235745	5,7886329		0,236784178	
15	06230958.D	SCCP Z-2009-9862+IS 01	0,49821902	4,61682273		0,372331273	
16	0	0	0	0		1,213583449	
17	0			0		38016	
18	0			0			

Coefficient de régression b1 et b2

Ecart type des coefficients

r<sup>2</sup>

F

Degré de liberté

# Norme ISO 12010

## Solutions de vérification

	A	B	C	D	E	F	G	H
1	Quantification with 1,1,1,3,10,11-Hexachlorundecane m/z 364			sy Calibr.	0,117	0,125	0,099	
2				s Assurance	0,188	0,209	0,148	
3					<b>Mass combination for quantification</b>	<b>Mass combination for qualification</b>	<b>Mass combination for qualification</b>	
4					423	409	423	
			Assurance concentration	calibration concentration				
5	<b>Chromatogram</b>	<b>Sample name</b>			327	327	375	
6	06100902.D	SCCP 015_0_0_01_01_001		0,150	0,181	0,173	0,117	
7	06100903.D	SCCP 0_015_0_01_01_001		0,150	0,233	0,230	0,196	
8	06100904.D	SCCP 0_0_015_01_01_001		0,150	0,241	0,229	0,177	
9	06100905.D	SCCP 05_0_0_01_01_001		0,500	0,432	0,417	0,417	
10	06100906.D	SCCP 0_05_0_01_01_001		0,500	0,633	0,645	0,617	
11	06100907.D	SCCP 0_0_05_01_01_001		0,500	0,570	0,563	0,538	
12	06100908.D	SCCP 1_0_0_01_01_001		1,000	0,788	0,774	0,817	
13	06100909.D	SCCP 0_1_0_01_01_001		1,000	1,071	1,094	1,097	
14	06100910.D	SCCP 0_0_1_01_01_001		1,000	0,946	0,932	0,975	
15	06180902.D	SCCP KS Horda/Cere 1µg/ml	1,000		0,812	0,791	0,852	
16	06230954.D	SCCP Z-2009-9324+IS 01_01_001			0,148	0,088	0,129	
17	06230956.D	SCCP Z-2009-9727+IS 01_01_001			0,196	0,089	0,222	
18	06230958.D	SCCP Z-2009-9862+IS 01_01_001			0,511	0,186	0,677	
19	0,000	0,000			0,000	0,000	0,000	
20	0,000	0,000			0,000	0,000	0,000	
21	0,000	0,000			0,000	0,000	0,000	
22	0,000	0,000			0,000	0,000	0,000	

# Norme ISO 12010

## Echantillons

	A	B	C	D	E	F	G	H
1	Quantification with 1,1,1,3,10,11-Hexachlorundecane m/z 364			sy Calibr.	0,117	0,125	0,099	
2				s Assurance	0,188	0,209	0,148	
3					<b>Mass combination for quantification</b>	<b>Mass combination for qualification</b>	<b>Mass combination for qualification</b>	
4					423	409	423	
5	<b>Chromatogram</b>	<b>Sample name</b>	<b>Assurance concentration</b>	<b>calibration concentration</b>	327	327	375	
6	06100902.D	SCCP 015_0_0_01_01_001		0,150	0,181	0,173	0,117	
7	06100903.D	SCCP 0_015_0_01_01_001		0,150	0,233	0,230	0,196	
8	06100904.D	SCCP 0_0_015_01_01_001		0,150	0,241	0,229	0,177	
9	06100905.D	SCCP 05_0_0_01_01_001		0,500	0,432	0,417	0,417	
10	06100906.D	SCCP 0_05_0_01_01_001		0,500	0,633	0,645	0,617	
11	06100907.D	SCCP 0_0_05_01_01_001		0,500	0,570	0,563	0,538	
12	06100908.D	SCCP 1_0_0_01_01_001		1,000	0,788	0,774	0,817	
13	06100909.D	SCCP 0_1_0_01_01_001		1,000	1,071	1,094	1,097	
14	06100910.D	SCCP 0_0_1_01_01_001		1,000	0,946	0,932	0,975	
15	06180902.D	SCCP KS Horda/Cere 1µg/ml	1,000		0,812	0,791	0,852	
16	06230954.D	SCCP Z-2009-9324+IS 01_01_001			0,148	0,088	0,129	
17	06230956.D	SCCP Z-2009-9727+IS 01_01_001			0,196	0,089	0,222	
18	06230958.D	SCCP Z-2009-9862+IS 01_01_001			0,511	0,186	0,677	
19	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000	
20	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000	
21	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000	
22	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000	

Analyse des SCCP

# Exercice formation SCCP

Basé sur des données obtenues à l'INERIS lors du test de la norme

## Exercice formation SCCP

### Etalonnage :

L'étalonnage a été établi sur 3 niveaux : 0.15, 0.6 et 1 µg/mL avec des solutions contenant chacune 49, 56 et 67% de Chlore.

Le 1,1,1,3,10,11-hexachloroundecane a été utilisé comme étalon interne (0.1 µg/mL).

Les aires suivantes ont été obtenues :

	C (µg/ml)	Cei (µg/ml)	C/Cei	m/z 327	m/z 375	m/z 409	m/z 423	EI (364)
49%	0,15	0,1	1,5	30916	11688	8271	5553	80156
49%	0,6	0,1	6	77728	52418	27306	21406	90403
49%	1	0,1	10	99437	73664	39101	31678	76784
56%	0,15	0,1	1,5	46469	24379	22692	10700	83765
56%	0,6	0,1	6	76649	61164	54267	23369	62764
56%	1	0,1	10	167959	148354	128717	53029	83085
67%	0,15	0,1	1,5	28018	10302	36393	26629	83914
67%	0,6	0,1	6	48912	32047	139361	100600	82895
67%	1	0,1	10	67533	51530	222489	161194	80248

## Exercice formation SCCP

Aires obtenues pour 2 échantillons

	m/z 327	m/z 375	m/z 409	m/z 423	EI (364)
Echantillon 1	35990	10691	18338	54556	67882
Echantillon 2	31393	8203	15091	50150	43318

# Exercice formation SCCP

Microsoft Excel - kaliISOISallgemeinfürinternet2ISschutziso30062010\_ex2

Accueil Insertion Mise en page Formules Données Révision Affichage

Coller Presse-... Police Alignement Nombre Style Cellules

1 Data sheet for input		Input of the calibration concentrations Input of concentration values into the first rows		Peak areas of the internal standard 1,1,1,3,10,11 Hexachlorun decane m/z 364		Peak areas of the m/z values 327 375 409 423			
2 Chromatogram	Sample name	Quality assurance concentrations	Calibration concentrations						
3	06100902.D Solution 49%_015		0,15		80156	30916	11688	8271	5553
4	06100903.D Solution 56%_015		0,15		83765	46469	24379	22692	10700
5	06100904.D Solution 67%_015		0,15		83914	28018	10302	36393	26629
6	06100905.D Solution 49%_06		0,6		90403	77728	52418	27306	21406
7	06100906.D Solution 56%_06		0,6		62764	76649	61164	54267	23369
8	06100907.D Solution 67%_06		0,6		82895	48912	32047	139361	100600
9	06100908.D Solution 49%_1		1		76784	99437	73664	39101	31678
10	06100909.D Solution 56%_1		1		83085	167959	148354	128717	53029
11	06100910.D Solution 67%_1		1		80248	67533	51530	222489	161194
12									
13	06230954.D echantillon 1				67882	35990	10691	18338	54556
14	06230956.D echantillon 2				43318	31393	8203	15091	50150
15									
16									
17									
18									
19									
20									
21									
22									
23									
24									
25									
26									
27									
28									

Kali375\_423\_hexaun Kali327\_409\_hexaun Kali327\_423\_hexaun Calc hexaun Explanation Data

## Exercice formation SCCP

Microsoft Excel - kalISOISallgemeinfürinternet2ISschutziso30062010\_ex2

Accueil Insertion Mise en page Formules Données Révision Affichage

Coller Presse-... Police Arial 10 Renvoyer à la ligne automatiquement Fusionner et centrer

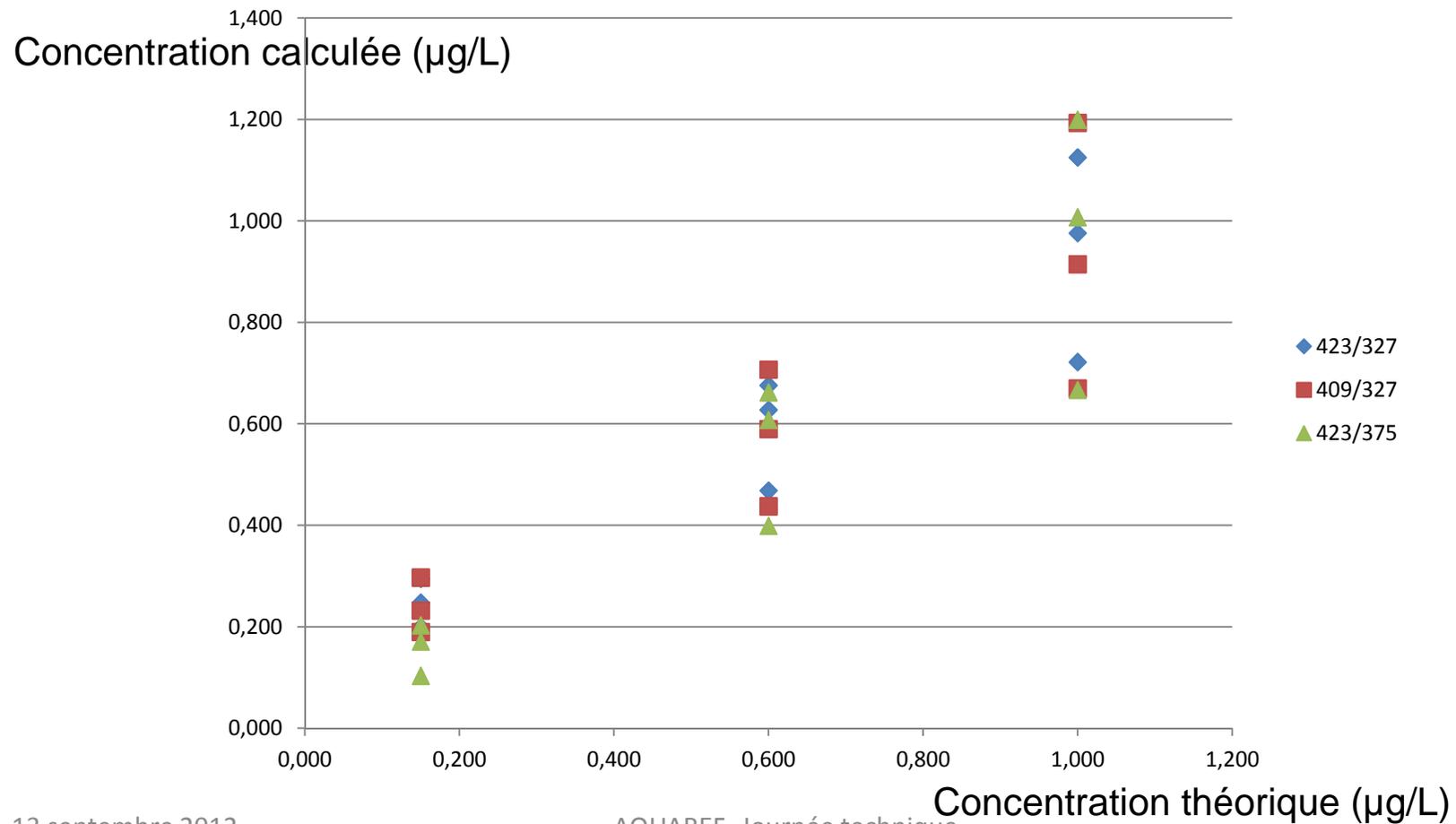
Nombre Mise en forme conditionnelle Mettre sous forme de tableau Style

	A	B	C	D	E	F	G
1	Quantification with 1,1,1,3,10,11-Hexachlorundecane m/z 364			sy Calibr.	0,147	0,178	0,169
2				s Assurance	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
3					Mass combination for quantification	Mass combination for qualification	Mass combination for qualification
4					423	409	423
5	<b>Chromatogram</b>	<b>Sample name</b>	<b>Assurance concentration</b>	<b>calibration concentration</b>	327	327	375
6	06100902.D	Solution 49%_015		0,150	0,199	0,190	0,104
7	06100903.D	Solution 56%_015		0,150	0,295	0,297	0,203
8	06100904.D	Solution 67%_015		0,150	0,248	0,232	0,171
9	06100905.D	Solution 49%_06		0,600	0,468	0,437	0,399
10	06100906.D	Solution 56%_06		0,600	0,676	0,707	0,662
11	06100907.D	Solution 67%_06		0,600	0,628	0,590	0,608
12	06100908.D	Solution 49%_1		1,000	0,722	0,670	0,667
13	06100909.D	Solution 56%_1		1,000	1,125	1,193	1,199
14	06100910.D	Solution 67%_1		1,000	0,976	0,915	1,007
15	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000
16	06230954.D	echantillon 1			0,480	0,286	0,348
17	06230956.D	echantillon 2			0,674	0,387	0,480
18	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000
19	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000
20	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000
21	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000
22	0,000		0,000		0,000	0,000	0,000

Kal327\_409\_hexaun Kal327\_423\_hexaun Calc hexaun Explanation Data relatif\_hexaclundecan

## Exercice formation SCCP

Valeur théorique/ valeur calculée pour les points d'étalonnage



## Exercice formation SCCP

	En µg/L	423/327	409/327	423/375
Solution 49%_015	0,150	0,199	0,190	0,104
Solution 56%_015	0,150	0,295	0,297	0,203
Solution 67%_015	0,150	0,248	0,232	0,171
Solution 49%_06	0,600	0,468	0,437	0,399
Solution 56%_06	0,600	0,676	0,707	0,662
Solution 67%_06	0,600	0,628	0,590	0,608
Solution 49%_1	1,000	0,722	0,670	0,667
Solution 56%_1	1,000	1,125	1,193	1,199
Solution 67%_1	1,000	0,976	0,915	1,007
	0,000	0,000	0,000	0,000
echantillon 1		0,480	60% 0,286	72% 0,348
echantillon 2		0,674	57% 0,387	71% 0,480



Critères de qualification validés

## Exercice formation SCCP

### Bilan résultats calculs concentration SCCP

	Ech.1	Ech, 2
Etalonnage linéaire « monochlore »	49%	0,29
	56%	0,16
	67%	0,49
	Multivarié	0,48

Ech, 2

49%

0,29

0,47

56%

0,16

0,27

67%

0,49

0,81

Multivarié

0,48

0,67

Valeurs en µg/L