

## Musc xylène

### Méthode d'analyse dans les eaux – eau brute

#### Généralités

<b>Nom de la famille de substances</b>	Muscs nitrés
<b>Nom des substances individuelles</b>	Musc xylène
<b>Code SANDRE des substances individuelles</b>	6342
<b>Matrice analysée [code SANDRE du support]</b>	Eau : Eau souterraine [3]
<b>Principe de la méthode</b>	Extraction liquide/liquide et analyse par chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse
<b>Acronyme</b>	ELL/CG/SM
<b>Domaine d'application</b>	De 30 à 250 ng/L
<b>Paramètres à déterminer en parallèle à l'analyse</b>	Les MES : la méthode est validée sur une matrice sans MES (eau souterraine - eau de source). Toutefois, compte tenu du type d'extraction effectuée (trois extractions liquide liquide), elle devrait être adaptable à des échantillons d'eau faiblement chargés en MES (moins de 50 mg/L). Cela n'est toutefois pas validé dans le cadre de cette fiche.
<b>Précautions particulières à respecter lors de la mise en œuvre de la méthode</b>	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 le composé (parfums par exemple).
<b>Interférents (préciser la matrice)</b>	Pas d'interférent identifié dans la matrice eau souterraine, en dehors de la contamination possible dans la laboratoire pouvant provenir des muscs présents dans les détergents ou les parfums portés par des opérateurs.

**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

<b>Fraction analysée :</b>	Eau brute
<b>Conditionnement et conservation des échantillons</b>	
- Protocole :	Conservation à l'obscurité et à 4°C, 48 h suivant le prélèvement
- Nature du contenant de stockage :	Prélèvement dans des flacons en verre ambré, neufs à usage unique.
- Lavage du contenant :	Nettoyage des flacons : utilisation d'un détergent exempt d'agent parfumant ; passage au four (500°C – 2 heures).

**- Résultats de l'étude de stabilité :** Pas d'étude de stabilité : le délai de conservation est basé sur les indications les plus restrictives des normes dédiées aux composés organiques

**Pré-traitement des échantillons liquide ou solide** Ajout d'un étalon interne : 50 µL d'une solution à 10 mg/L de musc xylène d-15 (MX-d15) dans l'acétone, 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

**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 mL environ et reprise au cyclohexane jusqu'à un volume final de 1 mL  
Ajout de 50 µL d'une solution à 10 mg/l de tonalide d-3 (AHTN-d3) dans le cyclohexane

**Conservation de l'extrait** Conservation au congélateur (-20°C) avant analyse.

**Volume ou masse finale avant analyse :** 1 mL (cyclohexane)

**Méthode analytique utilisée :**  
Colonne : DB5MS (30 m x 0,25 mm x 0,25 µm)  
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  
Gradient de température :

Température (°C)	Rampe (°C/min)	Plateau (min)
80	/	1
150	10	7
280	5	26
300	30	2

#### Spectrométrie de masse :

mode Impact Electronique (40 à 650 m/z) 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

<b>Equipements <sup>1</sup> (modèles utilisés) :</b>	Equipement Varian : CG 3400 SM Saturn 2000
<b>Type d'étalonnage</b>	Interne
<b>Modèle utilisé Etalons / Traceurs utilisés</b>	Etalonnage linéaire Traceur : musc xylène d-15 (MX-d15) Etalon interne : tonalide d-3 (AHTN-d3)
<b>Domaine de concentration</b>	Gamme : 25 à 250 µg/L dans le cyclohexane
<b>Méthode de calcul des résultats</b>	Utilisation du rendement : correction du résultat avec le rendement moyen obtenu sur l'ensemble de la gamme : 81 ± 17%.
<b>Blancs</b>	Eau de source, suivant toute la procédure. Soustraction du blanc : non Critère : inférieur à la LQ

### Références de la méthode

<b>La méthode est dérivée de la publication suivante</b>	Simonich S.L., Begley W.M., Debaere G., Eckhoff W.S. (2000) Trace analysis of fragrance materials in wastewater and treated wastewater. Environ Sci Technol 34:959–965
<b>Norme dont est tirée la méthode</b>	/
<b>Niveau de validation selon Norman</b>	Niveau 1

### Paramètres de validation de la méthode

<b>Norme utilisée Domaine de validation</b>	NF T 90-210 (mai 2009) 30 à 250 ng/L dans l'eau								
<b>Matériaux de référence utilisés</b>	Pas de matériau de référence disponible								
<b>Blancs analytiques</b> (concentration ou résultat maximum acceptable)	Doit être inférieur à la limite de quantification								
<b>Rendement</b> - par type de matrice - par niveau de concentration	Matrice : eau de source embouteillée n = 10 répétitions en conditions de fidélité intermédiaire (5 jours x 2 réplicats) <table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <thead> <tr> <th>matrice / [C] (Unité)</th> <th>R % (n=10)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Eau de source 30 ng/L</td> <td>73 ± 13</td> </tr> <tr> <td>Eau de source 100 ng/L</td> <td>87 ± 18</td> </tr> <tr> <td>Eau de source 250 ng/L</td> <td>83 ± 17</td> </tr> </tbody> </table>	matrice / [C] (Unité)	R % (n=10)	Eau de source 30 ng/L	73 ± 13	Eau de source 100 ng/L	87 ± 18	Eau de source 250 ng/L	83 ± 17
matrice / [C] (Unité)	R % (n=10)								
Eau de source 30 ng/L	73 ± 13								
Eau de source 100 ng/L	87 ± 18								
Eau de source 250 ng/L	83 ± 17								
<b>Limite de quantification(LQ) Limite de détection (LD)</b>	LQ = 30 ng/L LD = 10 ng/L Réalisée par dopage dans de l'eau de source, selon NF T 90-210 (mai 2009)								

<sup>1</sup> 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

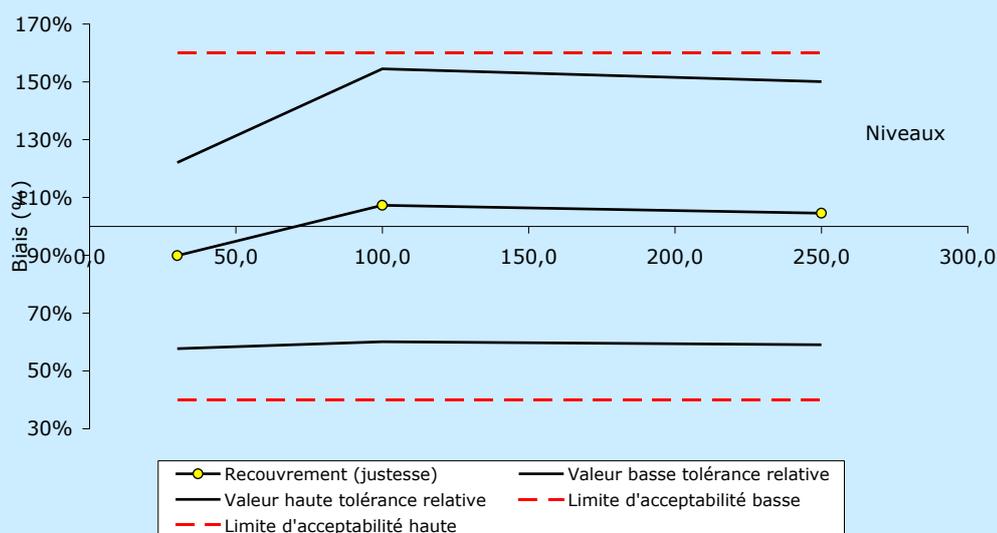
**Incertitudes (%) sur les résultats**

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 embouteillée.

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 :  $k = 2$

Concentration (ng/L)	Incertitude (%)
30	35
100	45
250	45

**MX****Contacts****Auteurs**

Laurence AMALRIC

**Institut**

BRGM

**Contact**

l.amalric@brgm.fr