

Chlordécone-5b-hydro

Méthode d'analyse dans les eaux – eau brute

Généralités

Nom de la famille de substances	Pesticide organochloré (métabolite)
Nom des substances individuelles	Chlordécone-5b-hydro
Code SANDRE des substances individuelles	6577
Matrice analysée [code SANDRE du (des) support(s)]	Eau : Eau douce de surface [3] Eau souterraine [3]
Principe de la méthode	Extraction liquide-liquide et analyse en chromatographie phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse en mode tandem
Acronyme	LLE/CG/SM/SM
Domaine d'application	A partir de 30 ng/L
Paramètres à déterminer en parallèle à l'analyse	aucun
Précautions particulières à respecter lors de la mise en œuvre de la méthode	N/A
Interférents (préciser la matrice)	N/A

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 :	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 ou préalablement nettoyés.
- Lavage du contenant :	Nettoyage des flacons : utilisation d'un détergent et 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 traceur : 1 mL d'une solution à 100 µg/L de chlordécone ¹³C dans l'acétone, soit 0,1 µg/L dans l'échantillon.

Analyse**Volume ou masse de la prise d'essai (mL or mg selon la phase analysée)**

1 litre

Extraction

- Liquide / Liquide

Ajuster l'échantillon à pH = 2,5 avec de l'acide sulfurique (dilué au ½).
Ajouter le traceur
Extraction avec 3 fois 60 mL d'un mélange hexane /acétone 85/15 (v/v)
Evaporer à sec et reprendre dans 0,5 mL de cyclohexane

Conservation de l'extrait

Conservation au congélateur (-20°C) avant analyse.

Volume ou masse finale avant analyse :

0,5 mL dans le cyclohexane

Méthode analytique utilisée :

Colonne : Rxi-1ms (30m, 0,25mmID, 0,25µm Df) ; phase stationnaire 100% polydiméthylsiloxane
Injection en LVI (large volume) : 30µl
Débit du split : 100 mL/min
Pression de l'injecteur : 100 kPa
Débit : 1ml/min en hélium

Programmation en température du four :

Température (°C)	Rampe (°C/min.)	Durée (min.)
85	-	0,5
85 à 200	20	-
200 à 260	10	-
260 à 320	20	-
320	-	1,5

Programmation en température de l'injecteur :

Température (°C)	Rampe (°C/min.)	Durée (min.)
90	-	0,2
90 à 105	5	-
105	-	0,2
105 à 300 (splitless 0,9 min)	10	-
300	-	1
300 à 320	10	-
320	-	5

Mode d'ionisation : impact électronique
Analyseur : trappe ionique

Tableau des ions utilisés en spectrométrie de masse :

Composés	Ion précurseur (m/z)	Ions fils de quantification (m/z)
Chlordecone-5b-hydro	272	235 + 237
CB53 (étalon interne)	292	255 + 257
Chlordécone C13 (traceur)	279	244

Equipements¹ (modèles utilisés) :

Equipement Thermo-Fisher :
- Autosampler AS2000
- Four GC : TraceGC
- Trappe d'ion PolarisQ

Type d'étalonnage

Interne

Modèle utilisé

Régression quadratique (pondérée en 1/x)

Étalons / Traceurs utilisés

Étalon interne : CB53. Ajout avant l'injection, de 50 µL dans l'extrait pour obtenir une concentration finale de 50 µg/L.
Traceur : chlordecone C13.

Domaine de concentration

25 à 250 µg/L

Méthode de calcul des résultats

Pas de correction avec le rendement (100%)

Blancs

Eau de source embouteillée, suivant toute la procédure.
Soustraction du blanc : non
Critère : inférieur à la LQ

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

NF T 90-210 (mai 2009)

Domaine de validation

30 à 300 ng/L

Matériaux de référence utilisés

Aucun matériau de référence disponible à la date de l'étude

Blancs analytiques (concentration ou résultat maximum acceptable)

Doit être inférieur à la limite de quantification

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

Rendement

Matrice : eau de source embouteillée

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

matrice / [C](Unité)	R %
Eau de source 30 ng/L	110 ± 9
Eau de source 100 ng/L	101 ± 10
Eau de source 300 ng/L	105 ± 9

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

LQ = 30 ng/L

LD = 10 ng/L

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

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 à 100	25
100 à 300	20

Contacts**Auteurs**

Sébastien BRISTEAU

Institut

BRGM

Contact

s.bristeau@brgm.fr