

Famille des organostanniques - OTC

Méthode d'analyse dans le biote

Généralités

Nom de la famille de substances

Composés organostanniques (OTC)

Nom des substances individuelles

Composés analysés	Abréviation	Formule de la substance de référence utilisée	N° CAS de la substance de référence utilisée
<i>Cation monobutyle étain</i>	MBT	$C_4H_9SnCl_3$	1118-46-3
<i>Cation dibutyle étain</i>	DBT	$(C_4H_9)_2SnCl_2$	683-18-1
<i>Cation tributyle étain</i>	TBT	$(C_4H_9)_3SnCl$	1461-22-9
<i>Tétributyle étain</i>	TTBT	$(C_4H_9)_4Sn$	1461-25-2
<i>Cation mono-octyle étain</i>	MOT	$C_8H_{17}SnCl_3$	3091-25-6
<i>Cation dioctyle étain</i>	DOT	$(C_8H_{17})_2SnCl_2$	3542-36-7
<i>Cation triphényle étain</i>	TPhT	$(C_6H_5)_3SnCl$	639-58-7
<i>Cation tricyclohexyle étain</i>	TCyT	$(C_6H_{11})_3SnCl$	3091-32-5

Toutes ces substances sont dosées sous la forme de leur organo-cation respectif, les étalons peuvent donc être sous une forme autre que celle de chlorures à partir du moment où la dissociation est complète en solution.

Code SANDRE des substances individuelles

Abréviation	Forme Organostannane	Forme chlorure	Forme Organocation
MBT			2542
DBT		1769	7074
TBT			2879
TTBT	1936		
MOT	2890		
DOT	2888		
TCyT	2885*		
TPhT		1177	6372

* : ce code, ne précise pas la forme, cation ou stannane

Matrice analysée [code SANDRE du (des) support(s)]

Poisson: 4
Mollusque : 30

Principe de la méthode

Extraction solide-liquide des composés organostanniques par de l'acide acétique. Ethylation d'une aliquote, extraction au n-hexane et purification de l'extrait organique contenant les composés dérivés par extraction dispersive sur phase solide. Analyse en chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse à plasma à couplage inductif (GC/ICP/MS).

Acronyme

GC/ICP/MS

Domaine d'application	MBT, DBT, MOT, DOT, TCyT, TPhT : 5 à 100 ng/g poids sec. TBT, TTPT : 5 à 80 ng/g poids sec. Exprimé en concentration d'organo-cation
Paramètres à déterminer en parallèle à l'analyse	Pourcentage d'humidité (déterminé par gravimétrie)
Précautions particulières à respecter lors de la mise en œuvre de la méthode	<p>1) Tous les réactifs utilisés doivent être <u>d'une pureté suffisante</u> pour l'analyse par ICP/MS.</p> <p>2) La verrerie doit être nettoyée à l'eau avec un tensio-actif légèrement alcalin (Labwash extra®) puis rincée à l'eau déminéralisée et séchée. La verrerie doit ensuite être calcinée à 450° C pendant 4 heures au moins.</p> <p>3) En raison de la réactivité élevée de l'agent de dérivation, une pollution de celui-ci par les substances à doser ou par l'une des substances de références est fréquente. Pour la prévenir il convient :</p> <ul style="list-style-type: none"> - d'utiliser la totalité du flacon de réactif pour la préparation de la solution de dérivation. - de ne pas manipuler de substances, solutions ou échantillons contenant les substances à doser sous la même sorbonne que l'agent de dérivation. - d'éviter ou de limiter au maximum l'utilisation de papier d'essuyage ; certains papiers contenant des OTC.
Interférents (préciser la matrice)	Interférents identifiés : Néant. matrices testées : muscle de truite et tissu de moule.

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 :	Muscle de poisson : 102 Tissu de moule : 176
Conditionnement et conservation des échantillons	Conservation sous forme congelée à -20°C en attente de lyophilisation ; conservation sous forme lyophilisée à l'abri de la lumière et à +4°C, dans des flacons en verre ambré.
- Protocole :	
- Nature du contenant de stockage :	Flacon de 100 mL en verre ambré ou protégé de la lumière par une feuille d'aluminium, avec bouchon à visser ; opercule en aluminium entre le col du flacon et le bouchon.
- Lavage du contenant :	Flacons et opercules calcinés 8 heures à 500 °C.
- Résultats de l'étude de stabilité (durée de stabilité, température,...) :	Pas d'étude spécifique.
Filtration :	Sans objet.

Pré-traitement des échantillons liquide ou solide	Muscle de poisson : disséquer, broyer/homogénéiser, lyophiliser, broyer. Tissu de moule : même traitement que pour le muscle de poisson
Analyse	
Masse de la prise d'essai (mg)	Le poids sec doit être déterminé juste avant analyse sur une quantité aliquote pour calculer la reprise d'humidité pouvant se produire entre la lyophilisation et l'analyse. Prise d'essai de 1 000 mg de fraction lyophilisée.
Réactifs	<p>Solution d'hydroxyde de sodium 10 M : Dissoudre 40 g de NaOH en pastilles dans 100 mL d'eau ultrapure (Attention : réaction très exothermique).</p> <p>Solution de dérivation à 10% (m/V) : Ajouter 10 mL de THF directement dans le flacon contenant 1 g de Tétrahydrofur borate de sodium. Utiliser la solution de préférence le jour même. Conservation possible 3 mois sous une couche de gaz inerte.</p> <p>Solvants : Acide acétique glacial, n-hexane pureté « pour analyse », Tétrahydrofurane exempt de peroxyde et d'eau</p>
Étalons	<p>Adapter les quantités préparées au nombre d'essais à réaliser.</p> <p>Solutions mères mono-substances : A partir du composé organostannique sous forme chlorure, préparer par pesée dans une fiole de 10 mL une solution de chaque composé à 1 mg/mL en organo-cation dans du méthanol (Cf facteurs de conversion massique ci-dessous). Il est également possible d'utiliser des solutions commerciales multi-composées à 1 mg/mL dans le méthanol.</p> <p>Stabilité 1 an à 4°C à l'abri de la lumière.</p> <p>Solutions filles multi-substances :</p> <p>A partir des solutions mères précédentes et dans des fioles jaugées, préparer comme suit :</p> <ul style="list-style-type: none"> • une solution A contenant les 8 composés à doser (MBT, DBT, TBT, TTBT, MOT, DOT, TCyT, TPhT) : 0,5 mL de chaque solution mère qsp 10 mL de méthanol (conc. 50 µg/mL). • une solution B contenant les 4 étalons internes (MHT, DHT, TPT, TTPT) : 0,1mL de chaque solution mère qsp 10 mL de méthanol (conc. 10 µg/mL). • une solution C contenant l'étalon d'injection (TTPeT) : 0,1 mL de solution mère qsp 10 mL de méthanol (conc. 10 µg/mL). <p>Stabilité 1 semaine à 4°C à l'abri de la lumière des solutions A, B et C.</p> <p><u>Facteurs de conversion massique</u></p>

	Composés	Facteur de Conversion Chlorure vers OrganoCation
Étalons	<i>Trichlorure de monobutyle étain</i>	0.623
	<i>Dichlorure de dibutyle étain</i>	0.767
	<i>Chlorure de tributyle étain</i>	0.891
	<i>Tétrabutyle étain</i>	1.000
	<i>Trichlorure de monoocytyle étain</i>	0.686
	<i>Dichlorure de dioctyle étain</i>	0.830
	<i>Chlorure de triphényle étain</i>	0.908
	<i>Chlorure de tricyclohexyle étain</i>	0.912
Étalons Internes	<i>Trichlorure de monoheptyle étain</i>	0.672
	<i>Dichlorure de diheptyle étain</i>	0.817
	<i>Chlorure de tripropyle étain</i>	0.875
	<i>Tétrapropyle étain (TTPT)</i>	1.000
Étalon injection	<i>Tétrapentyle étain (TTPeT)</i>	1.000

Solutions filles de travail :

Par dilution de la solution **A** dans du méthanol, préparer au moins 5 solutions étalons **A_x** (avec x niveau de solution étalon) couvrant la gamme de travail de 50 à 1000 ng/mL .

(v μ L de A qsp 10mL de méthanol avec $10 \leq v \leq 200$)

Par dilution de la solution d'étalon interne **B** dans du méthanol, préparer une solution **B1** à 1 μ g/mL (1mL de B qsp 10 mL de méthanol).

Les solutions étalons **A_x** et **B1** sont à préparer chaque jour.

Extraction Acide

- Solide / Liquide

Cas des étalons :

Pour chaque solution étalon **A_x** (avec au moins 5 solutions étalons), ajouter dans un flacon en verre de 40 mL:

- 20 mL d'acide acétique glacial
- 100 μ L de solution fille de travail **A_x**
- 40 μ L de solution d'étalon interne **B1**

(Solution **E**)

Cas des échantillons :

- Dans un flacon en verre de 40 mL, ajout de :

- 1000 mg de biote
- 40 μ L de solution d'étalon interne **B1**

- 10 mL d'acide acétique glacial,
- Agitation mécanique pendant 30 min,
- Centrifugation à 3000xg pendant 2 min,
- Récupération du surnageant **S1**,
- Ajout de 10 mL d'acide acétique supplémentaire au biote,
- Agitation mécanique pendant 30 min,
- Centrifugation à 3000xg pendant 2 min,
- Récupération du surnageant **S2**,
- Réunion des surnageants **S1** et **S2** et homogénéisation (Solution **S**).

Dérivation & Extraction

- Liquide / Liquide

Éthylation à pH 4,5 :

Pour chaque extrait d'étalon (E) ou d'échantillon (S) en milieu acide,

- Ajout dans un flacon en verre de 40 mL d'une aliquote de 10 mL de solution E ou S
- Ajustement du pH à 4,5 par ajout d'environ 5 mL d'hydroxyde de sodium 10 M (réaction très exothermique (55 °C), plongée de flacon dans un bain d'eau froide après ajout)
- Après retour à 20 °C, vérification du pH et ajustement à 4,5 si nécessaire.

- Ethylation des composés organostanniques par ajout de 1 mL de la solution de tétraéthyle borate de sodium (à 10% dans le THF).
- Légère agitation manuelle pendant 30 s

Extraction liquide/liquide :

- Ajout de 4 mL de n-hexane,
- Extraction liquide/liquide par agitation mécanique pendant 30 min.
- Centrifugation à 3000xg pendant 2 min pour éliminer l'émulsion.
- Récupération du surnageant.
- Transfert de l'extrait organique dans une fiole de 5 mL.
- Ajustement au trait de jauge par n-hexane.
- Conservation possible de l'extrait 24 h à 4 °C à l'abri de la lumière avant purification et analyse.

Purification

Extraction dispersive sur phase solide (Florisil®) :

- Ajout de 500 mg de Florisil® dans un tube en verre 16x100 mm.
- Ajout de 2 mL d'extrait.
- Agitation 30 s au moyen d'un agitateur Vortex.
- Centrifugation à 3000xg pendant 1 min.

Rendement de purification :

	Composés	Moyenne n= 8	Ecart-type
	<i>MBT</i>	94%	8%
	<i>DBT</i>	94%	6%
	<i>TBT</i>	96%	6%
	<i>MOT</i>	98%	6%
	<i>TTBT</i>	100%	7%
	<i>DOT</i>	97%	5%
	<i>TphT</i>	92%	9%
	<i>TcyT</i>	103%	8%
	<i>TPT</i>	96%	6%
	<i>TTPT</i>	97%	5%
	<i>MHT</i>	96%	7%
	<i>DHT</i>	98%	4%

Conservation de l'extrait	Non testée.																				
Volume ou masse finale avant analyse :	<ul style="list-style-type: none"> - Prélèvement de 1 mL de surnageant, - Ajout de 5 µL de la solution C d'étalon d'injection (TTPeT). 																				
Méthode analytique utilisée :	<ul style="list-style-type: none"> ● Conditions chromatographiques : <ul style="list-style-type: none"> ○ Colonne : VF1701-MS (60 m ; 0,25 mm ; 0,25 µm) ○ Gaz vecteur : Hélium à un débit constant de 2 mL/min ○ <u>Liner</u> en verre à chicanes ○ Injecteur: Programmable Temperature Vaporization (PTV). <p style="text-align: center;"><u>Programmation en température:</u></p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Temp °C initiale</th> <th>Rampe °C/min</th> <th>Temp °C Finale</th> <th>Palier min</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>250</td> <td>720</td> <td>350</td> <td>5</td> </tr> <tr> <td>-</td> <td>10</td> <td>250</td> <td>-</td> </tr> </tbody> </table> <p><u>Mode d'injection</u> Pulsed Splitless 75 psi pendant 0,5 min après injection</p> <p><u>Programmation du Split</u> ouverture à 100 mL/min à partir d'1 min après injection.</p> <p><u>Gas Saver</u> à 20 mL/min à partir de 5 min après injection.</p> <p><u>Purge Septum</u> à 3 mL/min.</p> <p><u>Volume d'injection</u> 1 µL</p> <p>-Four : Programmation en température</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Temp °C initiale</th> <th>Rampe °C/min</th> <th>Temp °C Finale</th> <th>Palier min</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>50</td> <td>-</td> <td>-</td> <td>1</td> </tr> </tbody> </table>	Temp °C initiale	Rampe °C/min	Temp °C Finale	Palier min	250	720	350	5	-	10	250	-	Temp °C initiale	Rampe °C/min	Temp °C Finale	Palier min	50	-	-	1
Temp °C initiale	Rampe °C/min	Temp °C Finale	Palier min																		
250	720	350	5																		
-	10	250	-																		
Temp °C initiale	Rampe °C/min	Temp °C Finale	Palier min																		
50	-	-	1																		

-	5	150	0
-	15	290	3,67

Temps d'analyse 34,0 min

-Température des auxiliaires :

Préchauffage de l'Argon : 290°C

Ligne de transfert : 290°C

Injecteur Torche : 290°C

- **Conditions spectrométriques (sur le matériel utilisé pour cette étude, voir ci-dessous) : ICP/MS**

Paramètres	Critère fixé
<i>ICP RF Power</i>	700 W
<i>Plasma Gas flow</i>	15 L.min ⁻¹
<i>Carrier Gas Flow</i>	1,25 L.min ⁻¹
<i>Make-up Gas Flow</i>	Non
<i>Oxygen</i>	Non
<i>Reaction mode</i>	Off
<i>Acquisition mode</i>	Time resolved analysis (1 point per peak)
<i>Integration mode</i>	0,1 s per mass
<i>Isotopes Sn</i>	118 & 120

Ces conditions sont données à titre indicatif. Elles seront à adapter en fonction du type de matériel utilisé pour le GC et l'ICP/MS et selon la colonne chromatographique utilisée.

**Equipement ¹
(modèles utilisés) :**

Chromatographie en phase gazeuse GC Agilent® 7890A équipé d'un injecteur PTV.
Spectromètre de masse à plasma à couplage inductif ICP-MS Agilent® 7500.

Type d'étalonnage

Interne

Modèle utilisé

Linéaire pondéré 1/x

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

Étalons / Traceurs utilisés

	Composés	Abbrev.	Formule	N° CAS
Étalons Internes	Trichlorure de monoheptyle étain	MHT	$C_7H_{15}SnCl_3$	59344-47-7
	Dichlorure de diheptyle étain	DHT	$(C_7H_{15})_2SnCl_2$	74340-12-8
	Chlorure de tripropyle étain	TPT	$(C_3H_7)_3SnCl$	2279-76-7
	Tétrapropyle étain	TTPT	$(C_3H_7)_4Sn$	2176-98-9
Étalon injection	Tétrapentyle étain	TTPeT	$(C_5H_{11})_4Sn$	3765-65-9

Domaine de concentration

Matrice dopée (milieu acide acétique glacial) :
 MBT, DBT, MOT, DOT, TCyT, TPhT : 5 à 100 ng/mL.
 TBT, TTPT : 5 à 80 ng/mL.
 Exprimé en concentration d'organo-cation.

Méthode de calcul des résultats

L'efficacité de la dérivation dépend entre autres du degré d'alkylation des composés à analyser. Pour s'en affranchir, il est nécessaire d'utiliser un étalon interne ayant le même degré de substitution que l'analyte à doser. Ainsi les composés mono-substitués (MBT, MOT) sont dosés par rapport au monohexyle étain (MHT), les composés di-substitués (DBT, DOT), par le dihexyle étain (DHT), les composés tri-substitués (TBT, TCyT, TPhT) par le tripropyle étain (TPT) et le composé tétra-substitué (TTBT) par le tétrapropyle étain (TTPT).

Le tétrapentyle étain est ajouté avant l'injection. Il ne subit pas tout le processus (extraction, dérivation, purification) et peut être utilisé pour déterminer les taux de récupération des étalons internes.

Le tétrapropyle étain (TTPT) est péralkylé, il ne subit pas la dérivation et est donc un indicateur de l'efficacité de l'extraction. Le tripropyle étain (TPT) de par sa volatilité élevée renseigne sur la perte de composés pendant une étape d'évaporation. Le monohexyle étain (MHT) indique l'achèvement de la dérivation puisqu'il doit être éthylé trois fois. Enfin, le diheptyle étain (DHT), étant le moins volatile, permet de faire ressortir des discriminations chromatographiques.

Il convient de calculer le facteur de réponse relatif (RRF) de chacun des 4 étalons internes par rapport à l'étalon d'injection dans les 7 étalons de la gamme d'étalonnage selon l'équation suivante :

$$RRF = \frac{A_i * m_{TTPeT}}{A_{TTPeT} * m_i}$$

Facteurs de réponse relatifs des étalons internes

où

A_i est l'aire du pic de l'étalon interne i

m_i est la masse de l'étalon interne i

A_{TTPeT} est l'aire du pic de l'étalon d'injection

m_{TTPeT} est la masse de l'étalon d'injection.

De la même manière sont calculés les facteurs de réponse relatifs de chacun des étalons interne dans les échantillons.

Les taux de récupération de chacun des étalons internes dans l'échantillon sont ensuite déterminés en faisant le rapport du RRF de l'étalon interne considéré dans l'échantillon sur le RRF moyen de l'étalon interne considéré obtenu pour l'étalonnage :

$$T_x \text{Récup}_i = \frac{RRF_{i \text{ échantillon}}}{RRF_{i \text{ étalonnage}}} * 100$$

$RRF_{i \text{ échantillon}}$ est le facteur de réponse relatif de l'étalon interne i dans l'échantillon

$RRF_{i \text{ étalonnage}}$ est le facteur de réponse relatif moyen de l'étalon interne i dans l'étalonnage

Ces taux de récupération ne doivent pas intervenir dans le calcul des résultats. Cependant ils permettent de mettre en évidence des erreurs systématiques (mode opératoire, matrice) et peuvent constituer un critère de contrôle qualité.

Il convient que ces taux de récupération soit d'au moins 80% pour chacune des étapes de la méthode (extraction/dérivation et purification) avec un minimum de 50% de récupération totale (Cf NF ISO 23161 : 2009-11 paragraphe 9 et annexe A3)

On peut aussi utiliser des matériaux de référence certifiés pour déterminer l'efficacité de la méthode.

Matrice : Les teneurs en OTC dans le blanc doivent être inférieures aux LQ/3.

Soustraction du blanc :
Non

Rendement calculé à partir de matériaux de référence certifiés (MRC)

Blancs

Références de la méthode

La méthode est dérivée de la publication suivante

Norme dont est tirée la méthode

Le traitement des échantillons est inspiré de la norme NF ISO 23161 (11/2009) Qualité du sol : « Dosage d'une sélection de composés organostanniques-Méthode par chromatographie en phase gazeuse » avant analyse en couplage GC/ICP/MS, développé dans le cadre de la fiche méthode MA-33

Niveau de validation selon Norman

Niveau 1

Paramètres de validation de la méthode

Norme utilisée

Norme NF T 90-210 (mai 2009)

Domaine de validation

MBT, DBT, MOT, DOT, TCyT, TPhT : 5 à 100 ng/g poids sec.
TBT, TTPT : 5 à 80 ng/g poids sec (en dopants ajoutés).

Matériaux de référence utilisés

ERM CE-477 Tissu de moule

Blancs analytiques

(concentration ou résultat maximum acceptable)

Blancs méthodes et échantillons analysés inférieurs à la LQ/3.

Rendement

Matrice testée : muscle de truite et tissu de moule

Détermination suivant NF T90-210 (2009) réalisée par ajout d'une quantité connue de chacun des 8 composés dans les biotes

Nombre d'essais par niveau de concentration : 2 répétitions/jour pendant 5 jours.

Mono-substitués :

Valeur des niveaux (ng/g poids sec exprimée en dopant ajouté)	MBT		MOT	
	Rdt (n=10)	Ecart type (n=10)	Rdt (n=10)	Ecart type (n=10)
5(LQ)	79%	9%	90%	12%
10	79%	5%	100%	9%
20	74%	4%	95%	3%
40	77%	4%	99%	5%
60	79%	4%	101%	4%
80	79%	3%	104%	4%
100	82%	6%	108%	5%

- par molécule de même degré de substitution**Di-Substitués :**

Valeur des niveaux (ng/g poids sec exprimée en dopant ajouté)	DBT		DOT	
	Rdt (n=10)	Ecart type (n=10)	Rdt (n=10)	Ecart type (n=10)
5(LQ)	97%	5%	103%	7%
10	95%	4%	100%	3%
20	89%	2%	94%	2%
40	95%	1%	100%	2%
60	95%	2%	99%	2%
80	94%	2%	98%	3%
100	93%	4%	99%	3%

Tri-substitués :

Valeur des niveaux (ng/g poids sec exprimée en dopant ajouté)	TBT		TCyT		TPhT	
	Rdt (n=10)	Ecart type (n=10)	Rdt (n=10)	Ecart type (n=10)	Rdt (n=10)	Ecart type (n=10)
5(LQ)	111%	4%	106%	6%	90%	5%
10	109%	3%	109%	3%	93%	3%
20	106%	2%	109%	3%	93%	3%
40	104%	2%	109%	5%	94%	4%
60	101%	2%	106%	5%	91%	4%
80	101%	3%	107%	5%	93%	3%
100	-	-	106%	5%	92%	3%

Tétra-substitué :

Valeur des niveaux (ng/g poids sec exprimée en dopant ajouté)	TTBT	
	Rdt (n=10)	Ecart type (n=10)
5(LQ)	102%	3%
10	101%	2%
20	98%	2%
40	99%	1%
60	98%	1%
80	98%	1%
100	-	-

Détermination réalisée sur 0,5 g de matériau certifié ERM CE-477 (moule) avec application des rendements moyens déterminés ci-dessus.
Nombre d'essais : 2 répétitions/jour pendant 5 jours.

- par molécule certifiée

Composés	Concentration certifiée (ng/g)	Conc moyenne mesurée (ng/g)	Rdt moyen % (n=10)	Ecart Type (%)
MBT	2200	1661	72%	5%
DBT	1540	1204	79%	4%
TBT	1500	1739	116%	2%

Limite de quantification(LQ)
Limite de détection (LD)
(indiquez la méthode de détermination en précisant la matrice testée)

LQ : Détermination suivant NF T90-210 (2009) réalisée par ajout d'une quantité connue de chacun des 8 composés dans les biotes
Nombre d'essais à la LQ : 2 répétitions/jour pendant 5 jours.

Composés	LQ (ng/g poids sec exprimée en dopant ajouté)
<i>MBT</i>	5
<i>DBT</i>	5
<i>TBT</i>	5
<i>MOT</i>	5
<i>TTBT</i>	5
<i>DOT</i>	5
<i>TphT</i>	5
<i>TcyT</i>	5

Le plan d'expérience a été effectué avec des LQ présumées de 5 ng/g car une dispersion importante est observée à ce niveau pour les formes monosubstitués. Pour le dosage d'autres espèces, notamment le TBT, la LQ pourrait être améliorée d'un facteur estimé à 2 sur la base du signal obtenu à 5 ng/g. Le volume d'injection (1 μ L pour cette étude avec injecteur PTV) pourrait également être optimisé afin d'obtenir une meilleure LQ.

Incertitudes (%) sur les résultats

Estimation des incertitudes réalisée à partir des données de fidélité intermédiaire par interpolation à différents niveaux de concentration couvrant le domaine de la méthode.

Facteur d'élargissement : $k = 2$

Nombre d'essais par niveau de concentration : 2 répétitions/jour pendant 5 jours.

Matrice : muscle de truite

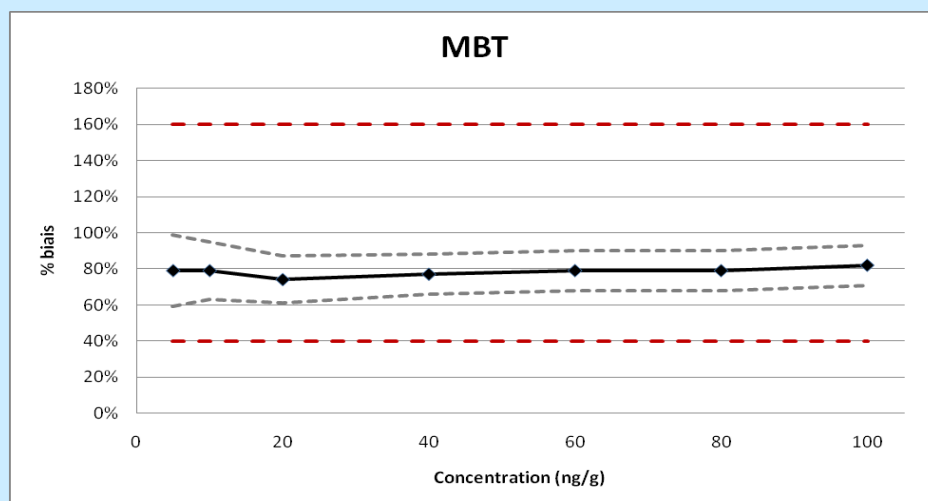
Valeur des niveaux : (ng/g poids sec exprimé en dopant ajouté)

En noir trait plein : recouvrement (justesse)

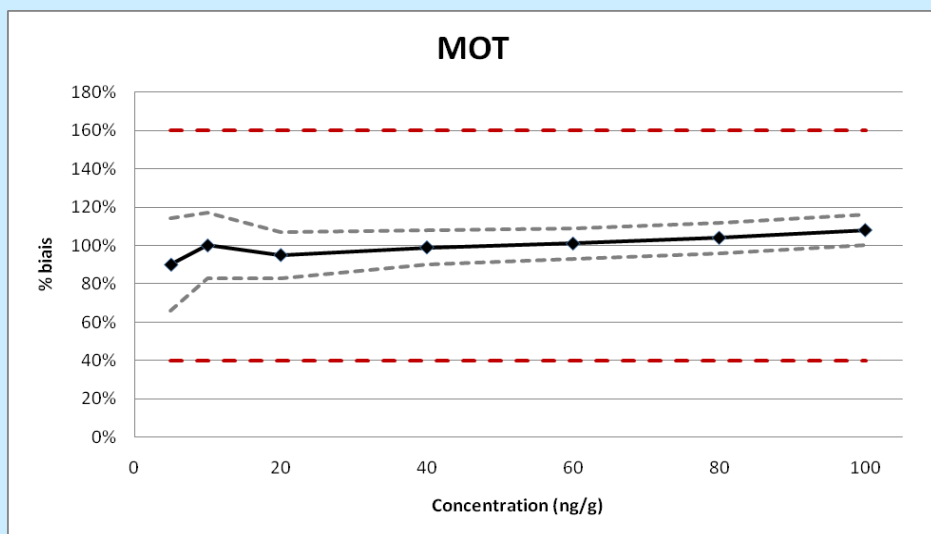
En gris trait hachuré : Valeur haute et basse de reproductibilité

En rouge trait hachuré : Limite haute et basse d'acceptabilité

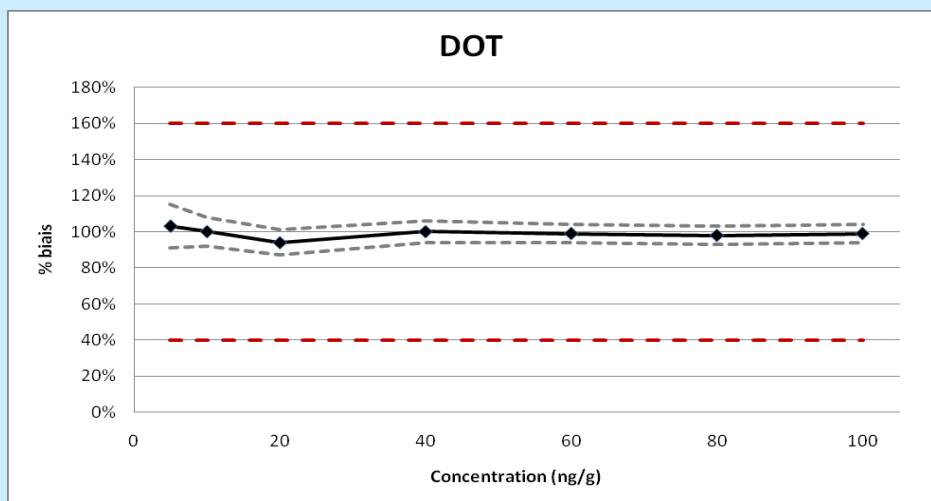
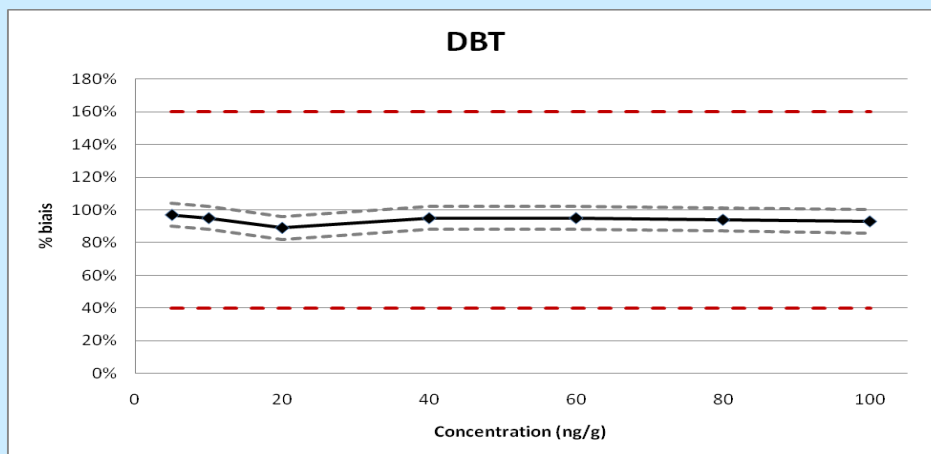
Mono-substitués :



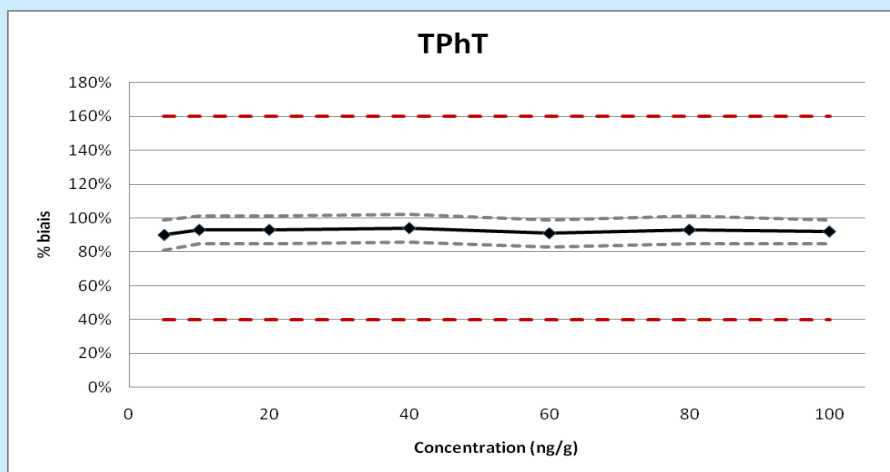
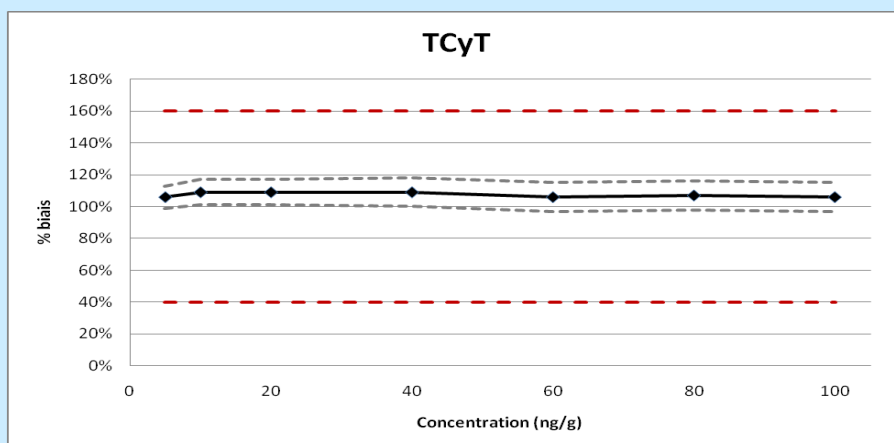
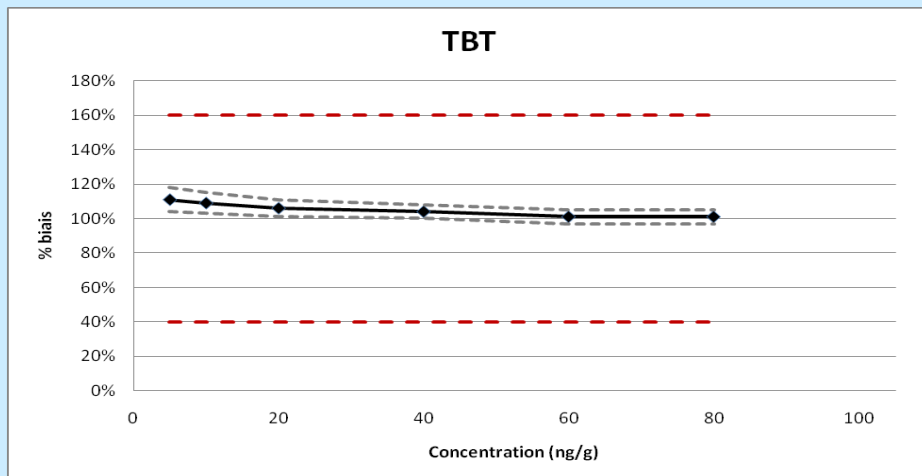
- par molécule



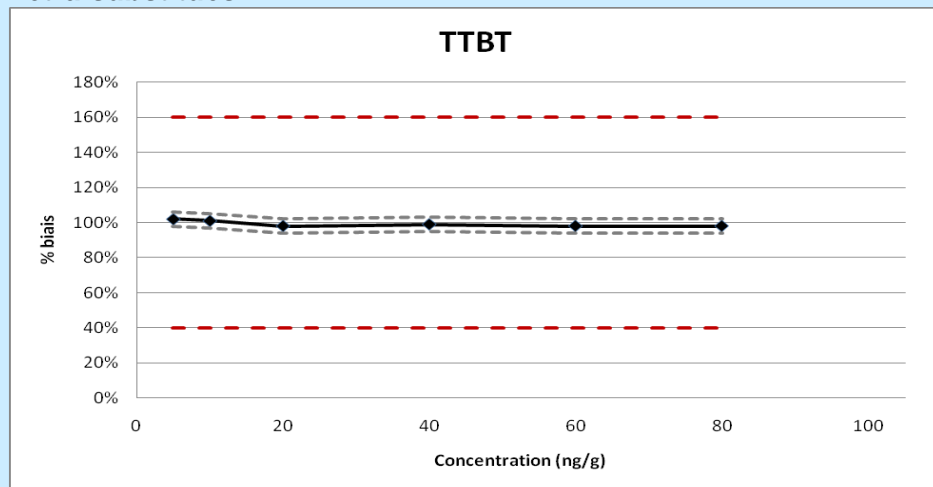
Di-Substitués :



Tri-substitués :



Tétra-substitués :



Contacts

Auteurs

Jérôme BEAUMONT ; Claudine CHATELLIER ; François LESTREMAU

Institut

INERIS

Contact

Jerome.BEAUMONT@ineris.fr ; claudine.chatellier@ineris.fr ; Francois.lestremou@ineris.fr