

Novembre 2023

Réf. : MA-87

Alkylbenzènes sulfonates linéaires

Méthode d'analyse dans les eaux – Phase totale

Généralités.....	2
Protocole analytique.....	3
— Prétraitement.....	3
— Analyse.....	4
Références de la méthode.....	9
Paramètres de validation de la méthode.....	9
Contacts.....	14

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.

Généralités

▪ Nom de la famille de substances

Alkylbenzène sulfonate linéaire (LAS)

▪ Nom des substances individuelles

Acide benzène décyl sulfonique	LAS C ₁₀
Acide benzène undécyl sulfonique	LAS C ₁₁
Acide benzène dodécyl sulfonique	LAS C ₁₂
Acide benzène tridécyl sulfonique	LAS C ₁₃
Acide benzène tétradécyl sulfonique	LAS C ₁₄

▪ Code SANDRE des substances individuelles*

Acide benzène décyl sulfonique	[8316]
Acide benzène undécyl sulfonique	[8317]
Acide benzène dodécyl sulfonique	[8318]
Acide benzène tridécyl sulfonique	[8319]
Acide benzène tétradécyl sulfonique	[8320]

*Une attention particulière est à porter au niveau des numéros d'identification de ces composés. Une note de synthèse dédiée¹ est disponible sur le site Aquaref.

▪ Matrice analysée

Eau [3] :

- Eau douce de surface
- Eau souterraine
- Eau résiduaire

▪ Principe de la méthode

Dilution de l'échantillon par du méthanol (1:1, v:v), agitation par vortex et centrifugation. Analyse en chromatographie liquide ultra-haute performance couplée à un spectromètre de masse en tandem (UHPLC-MS/MS) avec ionisation par électrospray en mode négatif (ESI-)

▪ Acronyme : Injection directe / UPLC / MSMS

▪ Domaine d'application

1000 à 20000 ng/L pour la somme des LAS C₁₀₋₁₄ (voir tableau 5 pour les domaines d'application par composé individuel).

▪ Paramètres à déterminer en parallèle à l'analyse

- MES
- La méthode est validée jusqu'à un seuil de 20 mg.L⁻¹ de MES.

¹ J. Beaumont, N. Huynh, A. Assoumani, A. El Masri, B. Bonnaud, B. Lalère – Evaluation de la comparabilité des solutions commerciales d'alkylbenzène sulfonates linéaires (LAS) – Rapport AQUAREF 2023 – 76 p

■ Précautions particulières à respecter lors de la mise en œuvre de la méthode :

De manière similaire aux composés perfluorés, l'analyse des LAS nécessite la mise en place de certaines mesures pour éviter la contamination des échantillons. Les sources de contamination analytique sont nombreuses et mal connues. Par exemple les gants en nitrile sont à proscrire, les gants en latex présentent une moindre contamination mais sont aussi contaminants.

Il est impératif de nettoyer deux fois tout le matériel utilisé (verrerie, bouchons...) au méthanol de qualité LC/MS par passage aux ultrasons, de calciner toute la verrerie à 500°C pendant 8h et d'éviter au maximum de toucher toutes les parties du matériel pouvant être en contact avec l'échantillon (ouvertures des tubes ou des vials, intérieur des bouchons...). Ne pas utiliser de détergents.

Les tubulures et électrovannes du système analytique peuvent être des sources de contamination au cours de l'analyse. Pour diminuer le relargage des LAS pendant la mise en œuvre de la méthode chromatographique, il convient de faire l'analyse de plusieurs blancs analytiques (Eau / Méthanol, 50 :50 v:v) jusqu'à obtenir une réponse stable. Par ailleurs, pour diminuer la contamination provenant du système analytique, l'ajout d'une boucle et d'une colonne sur le chemin fluide entre la sortie du mixer de la pompe UHPLC et l'entrée de l'injecteur permet de décaler l'élution de cette contamination par rapport aux composés d'intérêt.

Il est donc recommandé de faire des blancs de méthode (i.e., des blancs prenant en compte tout le protocole analytique) et des blancs analytiques. En cas de contamination avérée ou suspectée, des blancs matériels seront à faire en complément (e.g., tube et/ou bouchons, vials...) afin d'en identifier la source. Lorsque celle-ci est identifiée, il conviendra de refaire ces blancs régulièrement afin de vérifier qu'aucune contamination n'est apportée dans le processus.

■ Interférents (préciser la matrice)

- Interférents identifiés : pas d'interférents rencontrés

Protocole analytique

— Prétraitement

■ Fraction analysée

Eau :

- Eau brute [23]

■ Conditionnement et conservation des échantillons

Les échantillons sont conservés à 4°C à l'abri de la lumière.

| Nature du contenant de stockage

Flacon en verre ambré ou en verre clair protégé de la lumière par une feuille en aluminium avec bouchon avec membrane en PTFE ou en aluminium.

| Lavage du contenant

Flacons rincés 2 fois par du méthanol de qualité LC/MS puis calcinés 8 heures à 500 °C, et conservés fermés avec leur bouchon (préalablement rincés au méthanol également).

| Résultats de l'étude de stabilité (durée de stabilité, température, ...)

L'étude de stabilité a été réalisée sur une eau de rivière brute (Eau de la Brèche) dopée à 12 µg/L (somme des LAS-C₁₀₋₁₄) et conservée à 4°C dans l'obscurité.

La stabilité a été déterminée selon l'approche pseudo-isochrone de type 1 définie dans le rapport Aquaref associé².

Le critère d'instabilité maximale acceptable (IMA) a été fixé à 20%.

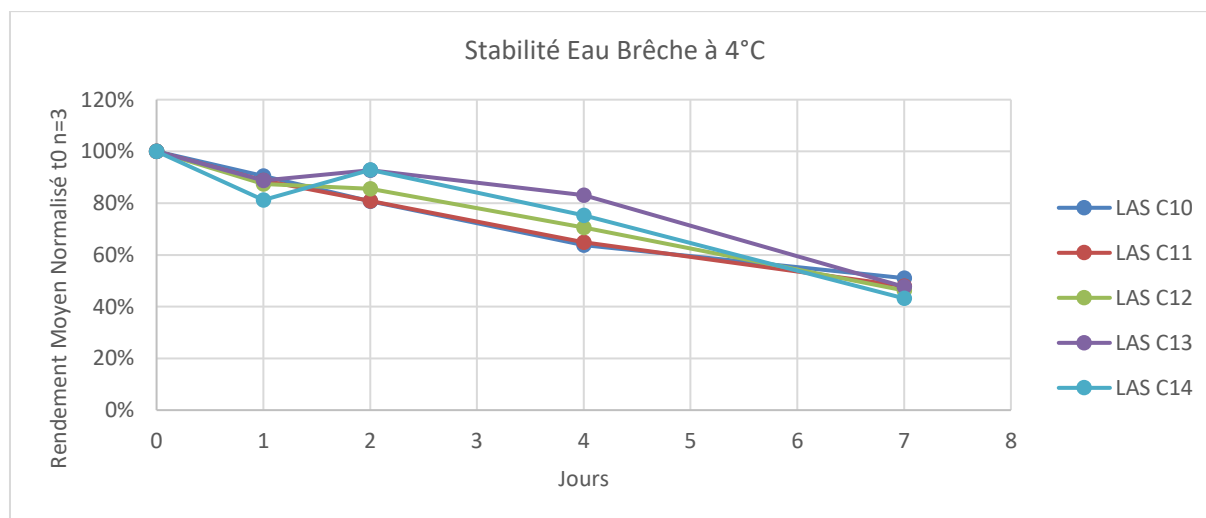


Figure 1 : Stabilité d'un échantillon brut d'eau de rivière

Il est ainsi recommandé d'**extraire les échantillons entre 24h et 48h** après le prélèvement en prenant soin de les stocker à 4°C dans l'obscurité, si besoin.

■ Filtration

Sans objet

■ Pré-traitement des échantillons liquides ou solides

Aucun

— Analyse

■ Volume de la prise d'essai (mL)

Eau : 5 mL

■ Extraction

| Dilution

1. Sous agitation magnétique, prélever 5 mL d'échantillon brut au moyen d'une pipette à dépression.
2. Transférer le liquide dans un tube en verre à vis*.

² Sophie Lardy-Fontan et Béatrice Lalere – Lignes directrices pour la conduite et la validation d'études de stabilité des paramètres physico-chimiques dans le domaine de l'eau – Rapport AQUAREF 2006 –45 p

3. Ajouter à l'aide d'une micro-seringue 50 µL d'une solution de p-n-LAS de C₁₀ à C₁₄ à 100 ng/ml de chaque constituant, préparée dans le méthanol.
4. Ajouter 5 mL de méthanol de qualité LC/MS.
5. Fermer le tube avec le bouchon*
6. Placer le tube dans un agitateur Vortex pour une durée de 10 min.
7. Centrifuger le tube pendant 5 min à 1000 g
8. Prélever 1 mL de surnageant et le transférer dans un vial en verre

*Lors de ces étapes, penser à utiliser des matériels préalablement nettoyés comme décrit dans la partie « Précautions particulières à respecter lors de la mise en œuvre de la méthode »

■ Purification

Sans objet

■ Conservation de l'extrait

Conservation à 4°C à l'abri de la lumière.

Les **extraits** ainsi conservés sont **stables au plus 48 heures**.

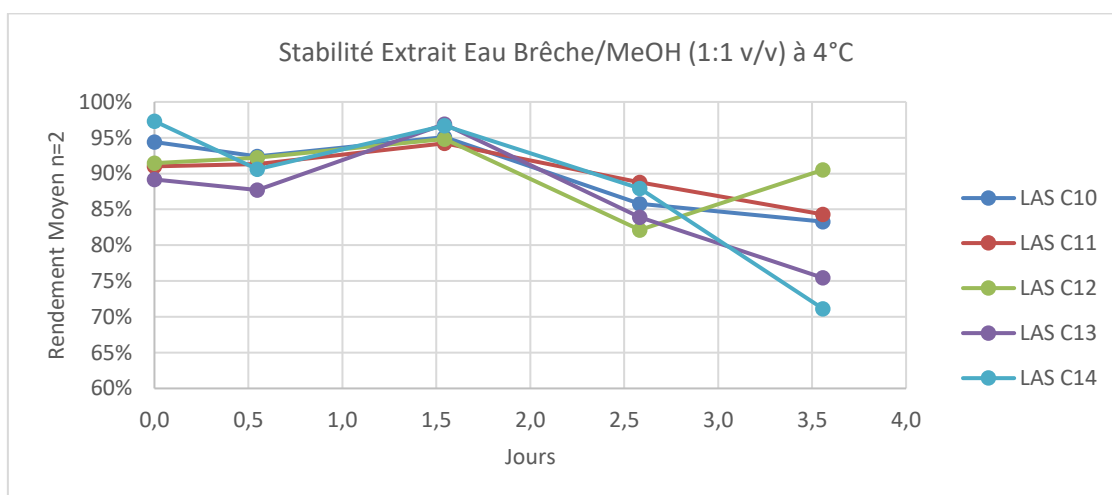


Figure 2 : Stabilité d'un extrait d'eau de rivière

■ Volume ou masse finale avant analyse

10 mL (échantillon/méthanol, 50:50 v:v) en fin de préparation d'échantillon, dont 1 mL prélevé pour mise en vial et analyse.

■ Méthode analytique utilisée

- Configuration matérielle :
 - Installation d'une boucle 1000 µL + Colonne de décalage Macherey-Nagel® Nucleodur C8 Gravity 50 mm x 2 mm x 1,8 µm entre la sortie du mixer de la pompe binaire et l'entrée du passeur d'échantillon
 - Installation de ligne de solvant en peek.
- Passeur d'échantillon :
 - Seringue 100 µL, aiguille 30 µL, boucle d'extension 50 µL
 - Purge et Wash : Mélange MeOH/Eau LC/MS 90:10 (v:v)
 - Pré et Post-injection wash : 6 sec
 - Température échantillon : 20°C
 - Volume injecté :30 µL

• Chromatographie

- Colonne Phenomenex® Kinetex C18 150 mm x 2,1 mm x 2,6 µm
- Température 30°C
- Gradient de solvant :
 - A = Eau LC/MS Biosolve + 2 mM acétate d'ammonium + 0,1% acide acétique
 - B = Méthanol LC/MS Biosolve

Tableau 1 : Exemple de gradient de solvant

Temps min	Débit mL/min	%A	%B	Courbe
0	0,200	80	20	-
1	0,200	80	20	6
2	0,200	10	90	6
10	0,200	1	99	6
15	0,200	1	99	6
15,5	0,200	80	20	6
25	0,200	80	20	6

• Spectromètre de Masse

- Ionisation : Electrospray en mode négatif ESI-
- Tension de Capillaire : 2,5 kV
- Température Source : 120°C
- Température désolvatation : 400°C
- Gaz de désolvatation : Azote
- Débit gaz de cône : 150 L/h
- Débit gaz de désolvatation : 1000 L/h
- Paramètres MRM : gaz de collision Argon = 0,15 mL/min

Tableau 2 : Exemple de transitions spectrométriques

Nom*	Temps de rétention (min)	Parent (m/z)	Fils (m/z)	Cône (V)	Collision(V)
p-n-LAS C10 (EI)	6,17	297	169,9	74	32
LAS C10 q	5,75-6,07	297	118,9	74	52
LAS C10 Q		297	182,9	74	38
p-n-LAS C11 (EI)	6,52	311	169,9	74	32
LAS C11 q	5,95-6,42	311	118,9	74	54
LAS C11 Q		311	182,9	74	40
p-n-LAS C12 (EI)	6,93	325	169,9	52	36
LAS C12 q	6,20-6,85	325	118,9	52	52
LAS C12 Q		325	182,9	52	36
p-n-LAS C13 (EI)	7,42	339	169,9	78	36
LAS C13 q	6,50-7,30	339	118,9	78	56
LAS C13 Q		339	182,9	78	42
p-n-LAS C14 (EI)	8,00	339	169,9	88	38
LAS C14 q	6,85-7,84	339	118,9	88	52
LAS C14 Q		339	182,9	88	42

*Q transition de quantification, q transition de qualification, EI étalon interne

A noter que cette configuration et ces paramètres permettent la séparation indispensable entre les homologues de LAS et leur forme linéaire utilisée comme étalon interne. Il est

nécessaire de s'assurer de cette séparation chromatographique car les LAS et leur forme linéaire répondent aux mêmes transitions spectrométriques. Malgré des abondances relatives différentes les transitions communes peuvent induire des erreurs de quantification en cas de co-élution. (Cf note de synthèse Aquaref sur les étalons commerciaux¹).

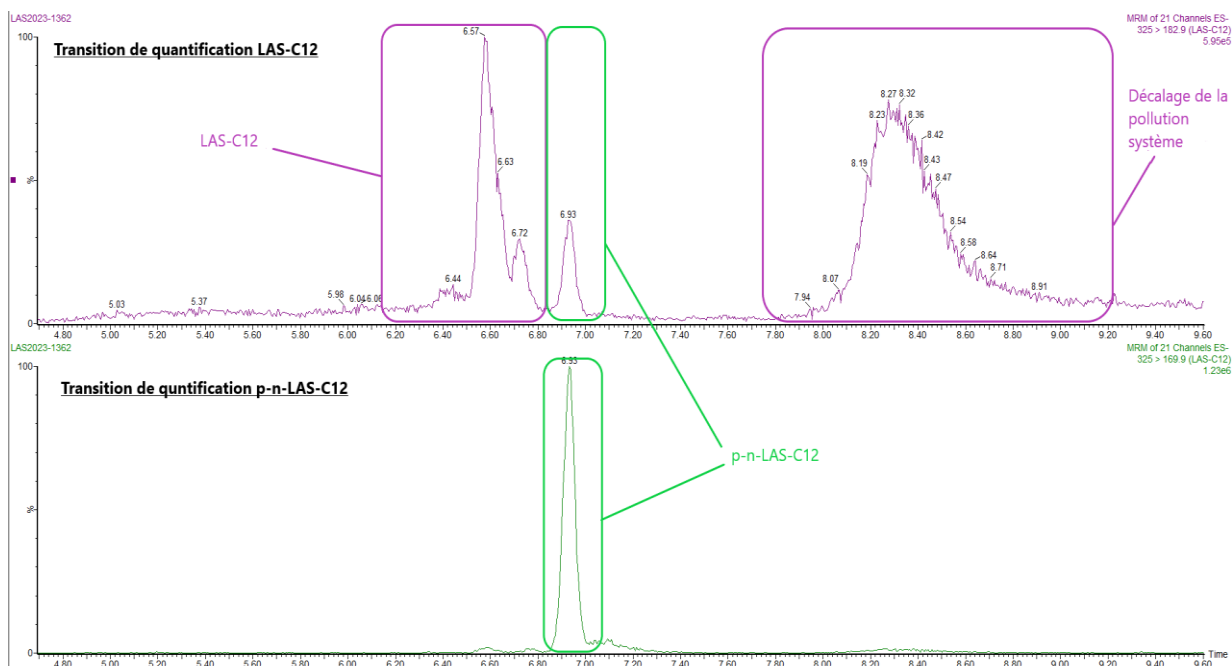


Figure 3 : Séparation chromatographique du LAS-C12 et du p-n-LAS-C12

■ Equipements³ (modèles utilisés)

Système de chromatographie liquide ultra haute performance couplé à un spectromètre de masse en tandem : Acquity UHPLC/ Xevo TQ-XS (Waters®)

■ Type d'étalonnage

Interne

■ Modèle utilisé

Modèle linéaire pondéré 1/x

■ Etalons / Traceurs utilisés :

- L'étalon utilisé est un mélange technique d'homologues et d'isomères sous forme acide obtenu auprès de Thermoscientific® (Ref 325905000) dont le profil isomérique a été déterminé en faisant le ratio de la réponse des transitions de quantification de chaque homologue. Le profil isomérique est le suivant :

³ 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

Tableau 3 : Profil isomérique de l'étalon utilisé

Longueur de chaîne alkyl	Profil isomérique				
	C10	C11	C12	C13	C14
Ratio calculé	10,8%	41,4%	33,4%	14,1%	0,4%

- A noter que ce profil peut légèrement varier d'un instrument de mesure à l'autre, comme expliqué dans la note de synthèse Aquaref sur les étalons commerciaux¹. D'autres étalons sont disponibles, cependant il est impératif de déterminer le profil isomérique du mélange technique utilisé.
- La solution mère est préparée dans un mélange méthanol/eau (8:2 v:v) de qualité LCMS à une concentration de l'ordre du mg/mL. Les dilutions suivantes sont réalisées dans le méthanol et la gamme d'étalonnage dans un mélange méthanol/eau (1:1 v:v).
- Chaque composé homologue présente une forme totalement linéaire (p-n-LAS) associée qui est utilisée comme étalon interne correspondant (pas présent naturellement). Une solution contenant les 5 composés linéaire est préparée dans le méthanol à 100 ng/mL

■ **Domaine de concentration :**

Gamme d'étalonnage préparée de 1023 à 20 457 ng/L du mélange LAS C₁₀-C₁₄ dans un mélange méthanol/eau 50:50 (v:v), soit, en concentrations individuelles en tenant compte de la proportion de chaque constituant du mélange :

Tableau 4 : Domaine de concentration

	Domaine de concentration (ng/L)
LAS C ₁₀	110 – 2207
LAS C ₁₁	423 – 8466
LAS C ₁₂	341 – 6830
LAS C ₁₃	144 – 2878
LAS C ₁₄	4 – 76

■ **Méthodes de calcul des résultats**

Des contrôles qualité : blancs et échantillons dopés sont mis en œuvre à chaque série d'analyses

| **Rendement :**

- Utilisation du rendement : non

| **Blancs :**

- Appareillage : Mélange méthanol/eau 1:1 (v:v) qualité LC/MS
- Méthode : Eau LC/MS
- Soustraction du blanc : non

■ **Blancs analytiques (concentration ou résultat maximum acceptable)**

Les blancs d'appareillage et de méthode doivent être mis en œuvre lors de chaque série de dilution et d'analyse sur une eau de qualité LC/MS. Les valeurs typiques de blanc sont inférieures aux LQ. En cas de contamination des blancs instrumentaux, les extraits sont réinjectés. En cas de contamination du blanc méthode (> LQ), la série analytique est invalidée.

Références de la méthode

- **La méthode est dérivée de la publication suivante**

Sans objet

- **Norme dont est tirée la méthode**

Sans objet

- **Niveau de validation selon Norman**

Niveau 1

Paramètres de validation de la méthode

- **Norme utilisée**

- NF T 90-210 (2018) Caractérisation des performances initiales de la méthode
- NF ISO 11352 (2013) pour la détermination de l'incertitude de mesure. Les valeurs d'incertitudes ont été estimées à l'aide du logiciel MUKit, il s'agit d'incertitudes relatives élargies pour un niveau de confiance de 95% ($k = 2$)

- **Domaine de validation** : De 15 à 8500 ng/L en fonction des homologues

Tableau 5 : Domaine de validation

Substances	Domaine de validation ng/L
LAS C ₁₀	221-2207
LAS C ₁₁	847-8466
LAS C ₁₂	683-6830
LAS C ₁₃	288-2878
LAS C ₁₄	15-76

- **Matériaux de référence utilisés**

Pas de matériau de référence disponible.

La validation a été réalisée sur des eaux de surface, des eaux souterraines, des eaux potables et un effluent de STEP industrielle dont les propriétés sont fournies dans le tableau ci-dessous.

Tableau 6 : Caractérisation des eaux

	Evian	Source	Oise	Brèche	Thérain	Nonette	Réseau	STEP
pH	7,2	7,3	8,2	8,0	8,1	8,0	7,5	8,3
Conductivité (µS/cm)	575	580	606	663	667	774	582	Non réalisé
MES (mg/L)	< 2,5	< 2,5	7,4	20,0	15,4	< 2,5	< 2,5	9,0
DCO (mg/L)	2,4	2,4	6,5	11,6	9,3	6,3	2,4	19,4
DBO (mg/L)	< 0,2	< 0,2	2,5	5,8	4,2	1,2	1,3	4,0
COT (mg/L)	0,6	0,7	2,4	4,0	3,1	1,8	1,3	5,3
Cl ⁻ (mg/L)	10,0	13,4	23,6	18,7	26,1	42,5	Non réalisé	
NO ₃ ⁻ (mg/L)	3,8	0,05	14,5	25,6	15,5	11,0		
PO ₄ ³⁻ (mg/L)	< 0,01	< 0,01	0,15	0,03	0,14	0,27		
SO ₄ ²⁻ (mg/L)	14,0	37,6	37,8	9,50	57,7	67,2		
Na ⁺ (mg/L)	6,5	15,5	13,3	8,59	24,7	21,3		
NH ₄ ⁺ (mg/L)	< 0,05	< 0,05	0,10	0,04	0,07	0,43		
K _s (mg/L)	1,0	1,90	3,61	2,42	3,70	3,71		
Mg ²⁺ (mg/L)	26,0	31,0	7,56	5,64	6,99	21,8		
Ca ²⁺ (mg/L)	80,0	95,6	104	104	102	117		

■ Blancs de matrices

Les matrices sans dopage ont été analysées en duplicata lors de chaque séquence correspondante. Du fait de la diversité des matrices étudiées, ces valeurs de blancs varient entre < LQ et 313 ng/L toutes matrices et homologues confondus, les valeurs les plus fortes sont observées pour l'homologue C11 dans l'eau de STEP alors que l'eau de Source est exempte de tout LAS. Pour l'eau de Source, un niveau inférieur au points zéros de la gamme (préparée dans l'eau LC-MS) pour chaque composé a été observé, ce qui peut conduire à une sous-estimation des concentrations pour cette matrice.

Tableau 7 : Concentration des LAS C10-C14 dans les matrices non dopées (ng/L)

	Evian	Source	Oise	Brèche	Thérain	Nonette	Réseau	STEP
LAS C10	10	< LQ	45	26	3	60	< LQ	127
LAS C11	59	< LQ	163	101	42	151	< LQ	313
LAS C12	19	< LQ	169	125	< LQ	35	< LQ	241
LAS C13	< LQ	< LQ	91	32	< LQ	39	< LQ	135
LAS C14	5	< LQ	2	1	1	< LQ	< LQ	3

■ Rendement

L'étude de rendement est réalisée dans des conditions de fidélité intermédiaire sur huit échantillons d'eau dopés en double à 5 niveaux de concentration (1000, 2000, 4000, 8000 et 16000 ng/L du mélange technique LAS C₁₀-C₁₄).

| Par molécule :

Tableau 8 : Rendement moyen pour le LAS-C10

Matrice	110 ng/L	221 ng/L	441 ng/L	883 ng/L	1765 ng/L
EVIAN	100 ± 2%	92 ± 1%	86 ± 3%	87 ± 1%	88 ± 1%
SOURCE	56 ± 1%	76 ± 1%	83 ± 1%	89 ± 1%	93 ± 1%
BRECHE	98 ± 3%	98 ± 2%	94 ± 3%	99 ± 4%	94 ± 1%
OISE	95 ± 5%	97 ± 2%	92 ± 3%	97 ± 1%	93 ± 1%
THERAIN	100 ± 1%	89 ± 1%	91 ± 3%	94 ± 1%	95 ± 1%
NONETTE	127 ± 6%	107 ± 5%	99 ± 2%	87 ± 1%	89 ± 2%
RESEAU	78 ± 14%	81 ± 9%	76 ± 2%	81 ± 1%	81 ± 1%
STEP	171 ± 10%	125 ± 6%	94 ± 1%	93 ± 2%	92 ± 1%
Moyenne n=16	103 ± 23%	96 ± 11%	89 ± 6%	91 ± 5%	91 ± 4%

Tableau 9 : Rendement moyen pour le LAS-C11

Matrice	423 ng/L	847 ng/L	1693 ng/L	3386 ng/L	6773 ng/L
EVIAN	99 ± 1%	91 ± 1%	83 ± 5%	84 ± 2%	85 ± 1%
SOURCE	51 ± 1%	71 ± 1%	79 ± 3%	87 ± 1%	89 ± 2%
BRECHE	95 ± 1%	94 ± 4%	93 ± 3%	96 ± 3%	91 ± 1%
OISE	85 ± 3%	93 ± 1%	90 ± 4%	97 ± 1%	91 ± 1%
THERAIN	98 ± 5%	91 ± 1%	91 ± 2%	93 ± 1%	93 ± 1%
NONETTE	110 ± 6%	103 ± 7%	97 ± 3%	87 ± 1%	93 ± 5%
RESEAU	71 ± 18%	73 ± 9%	72 ± 1%	79 ± 1%	80 ± 1%
STEP	123 ± 8%	103 ± 2%	85 ± 3%	91 ± 3%	92 ± 1%
Moyenne n=16	92 ± 17%	90 ± 9%	87 ± 7%	89 ± 5%	89 ± 4%

Tableau 10 : Rendement moyen pour le LAS-C12

Matrice	341 ng/L	683 ng/L	1366 ng/L	2732 ng/L	5464 ng/L
EVIAN	89 ± 1%	81 ± 2%	78 ± 6%	80 ± 2%	86 ± 1%
SOURCE	37 ± 6%	61 ± 2%	72 ± 1%	82 ± 2%	85 ± 1%
BRECHE	97 ± 4%	98 ± 4%	95 ± 5%	96 ± 3%	91 ± 1%
OISE	80 ± 1%	89 ± 1%	88 ± 1%	95 ± 2%	90 ± 1%
THERAIN	95 ± 4%	87 ± 1%	88 ± 3%	91 ± 1%	92 ± 2%
NONETTE	103 ± 6%	101 ± 10%	95 ± 3%	83 ± 1%	90 ± 8%
RESEAU	71 ± 24%	71 ± 9%	69 ± 1%	79 ± 1%	80 ± 2%
STEP	104 ± 15%	88 ± 4%	75 ± 2%	84 ± 2%	84 ± 1%
Moyenne n=16	85 ± 18%	85 ± 10%	82 ± 9%	86 ± 6%	87 ± 4%

Tableau 11 : Rendement moyen pour le LAS-C13

Matrice	288 ng/L	576 ng/L	1151 ng/L	2302 ng/L
EVIAN	79 ± 1%	77 ± 3%	80 ± 5%	83 ± 2%
SOURCE	56 ± 3%	72 ± 2%	83 ± 1%	87 ± 1%
BRECHE	91 ± 6%	91 ± 4%	99 ± 7%	89 ± 3%
OISE	83 ± 1%	85 ± 2%	98 ± 2%	96 ± 1%
THERAIN	92 ± 1%	97 ± 2%	97 ± 1%	99 ± 1%
NONETTE	104 ± 12%	98 ± 4%	86 ± 1%	96 ± 11%
RESEAU	75 ± 9%	71 ± 2%	77 ± 1%	79 ± 1%
STEP	96 ± 4%	91 ± 6%	102 ± 3%	99 ± 1%
Moyenne n=16	84 ± 11%	85 ± 9%	90 ± 9%	91 ± 7%

Tableau 12 : Rendement moyen pour le LAS-C14

Matrice	15 ng/L	31 ng/L	61 ng/L
EVIAN	80 ± 1%	79 ± 4%	84 ± 5%
SOURCE	90 ± 8%	83 ± 1%	87 ± 2%
BRECHE	89 ± 6%	99 ± 2%	97 ± 1%
OISE	90 ± 1%	89 ± 4%	90 ± 5%
THERAIN	103 ± 2%	95 ± 5%	97 ± 1%
NONETTE	85 ± 2%	82 ± 1%	96 ± 9%
RESEAU	77 ± 6%	74 ± 4%	73 ± 4%
STEP	79 ± 5%	87 ± 1%	89 ± 2%
Moyenne n=16	87 ± 8%	86 ± 7%	89 ± 7%

▪ Limite de quantification (LQ)

Détermination suivant NF T90-210 (Novembre 2018) réalisée par ajout d'une quantité connue de LAS-C₁₀₋₁₄ dans chacune des huit matrices à différents jours de dopage et d'analyse.

Tableau 13 : Limites de quantification validées

Substances	LQ (ng/L)
LAS C ₁₀	221*
LAS C ₁₁	847*
LAS C ₁₂	683*
LAS C ₁₃	288
LAS C ₁₄	15

La limite de détection est obtenue en divisant la limite de quantification par 3.

*Les limites de quantification ont été réhaussées d'un niveau pour ces composés car de fortes incertitudes ont été observées sur les LQ initialement visées (*i.e.*, 110, 423 et 341 ng/L pour les C₁₀, C₁₁ et C₁₂ respectivement). Il convient cependant de noter que ce choix a été effectué afin de pouvoir fournir une méthode applicable à une grande variété de matrices (voir partie suivante).

■ Incertitudes (%) sur les résultats

Méthode d'évaluation : NF ISO 11352

Facteur d'élargissement : $k = 2$

| Par molécule

Exactitude : écart maximal acceptable de 60% à la LQ et de 30% sur les autres niveaux

Tableau 14 : Incertitudes élargies U (k=2) par niveau de concentration

LAS C ₁₀	Niveau	110 ng/L	221 ng/L	441 ng/L	883 ng/L	1765 ng/L
	Incertitude U %	93%*	46%	42%	30%	25%
LAS C ₁₁	Niveau	423 ng/L	847 ng/L	1693 ng/L	3386 ng/L	6773 ng/L
	Incertitude U %	69%*	42%	47%	32%	27%
LAS C ₁₂	Niveau	341 ng/L	683 ng/L	1366 ng/L	2732 ng/L	5464 ng/L
	Incertitude U %	81%*	53%	56%	38%	31%
LAS C ₁₃	Niveau	288 ng/L	576 ng/L	1151 ng/L	2302 ng/L	
	Incertitude U %	57%	53%	39%	32%	
LAS C ₁₄	Niveau	15 ng/L	31 ng/L	61 ng/L		
	Incertitude U %	48%	41%	36%		

*Ces valeurs d'incertitudes élevées peuvent être expliquées par la diversité des matrices testées, et notamment des teneurs en LAS présentes initialement dans certaines d'entre elles. En effet, deux facteurs sont à l'origine de ces incertitudes élevées observées :

- Certaines matrices présentent une concentration initiale (i.e., sans dopage) proche de la valeur de dopage au niveau bas ce qui peut entraîner une surestimation de la valeur relevée après dopage. Dans ce cas, une soustraction de ces teneurs initiales pourrait être envisagée si les blancs sont maîtrisés, mais généralement, ce mode de calcul n'est pas conseillé.
- Les matrices étudiées lors de ce travail sont très diverses (i.e., eau souterraines, eaux de surface, eau résiduaire) et présentent des teneurs initiales en LAS encore plus diverses (voir tableau 7). Cette grande variabilité des niveaux initiaux compte ainsi pour une partie de l'incertitude observée dans les résultats.

Lors de ce travail, le choix a été porté sur le large domaine d'application de cette méthode, plutôt que sur ses performances en termes de LQ. Les LQ validées ont donc été relevées d'un niveau pour les LAS C₁₀, C₁₁ et C₁₂ pour pouvoir inclure des eaux très propres (Source) et des eaux plus chargées (STEP) dans la validation.

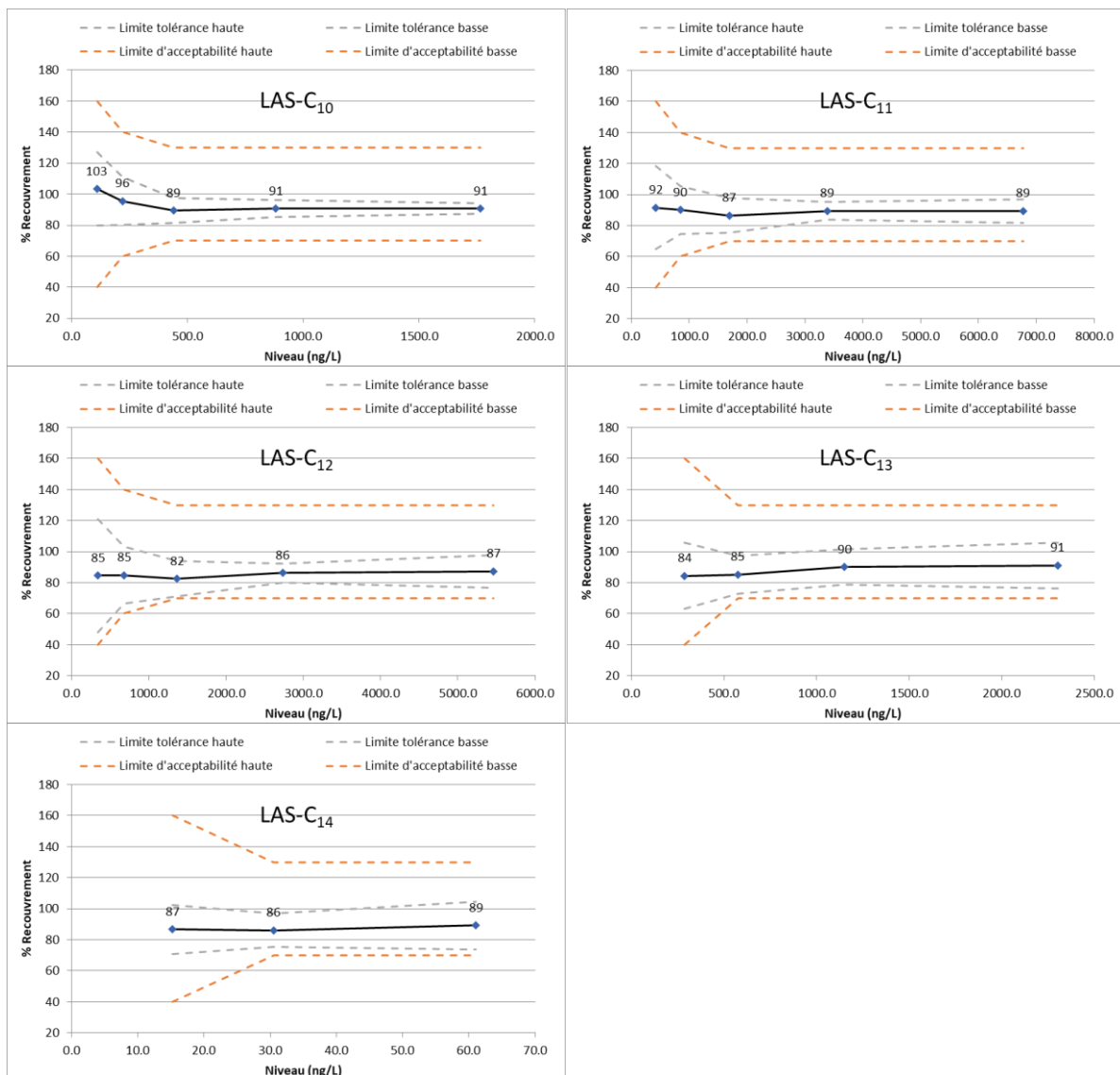


Figure 4 : Représentations graphiques de l'exactitude

Contacts

- **Auteurs**

Jérôme Beaumont, Nina Huynh, Ahmad El-Masri (INERIS)

- **Contact**

Jerome.beaumont@ineris.fr, Nina.huynh@ineris.fr, Ahmad.el-masri@ineris.fr