# Deséthyl-desisopropyl-atrazine (DEDIA)
# Méthode d'analyse dans l'eau (fraction aqueuse)

## Généralités

| | |
|---|---|
| **Nom de la famille de substances** | Triazines et métabolites |
| **Nom des substances individuelles** | Deséthyl-desisopropyl-atrazine (DEDIA) |
| **Code SANDRE des substances individuelles** | 1830 |
| **Matrice analysée** | Eau : [3] |
| **Principe de la méthode** | Injection directe en chromatographie liquide couplée à un spectromètre de masse triple quadripôle (ionisation en électrospray positif+) et quantification en mode dilution isotopique avec son homologue marqué au carbone 13 |
| **Acronyme** | ID/LC/MSMS |
| **Domaine d'application** | 20 à 200 ng/L |

***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 :** | Phase aqueuse : [3] |
| **Conditionnement et conservation des échantillons**<br>- Nature du contenant de stockage :<br>- Résultats de l'étude de stabilité (durée de stabilité, température,…) : | Flacons en verre munis de bouchons à face interne téflonnée, à usage unique.<br>La durée de stabilité des triazines, molécules parentes de la DEDIA (atrazine, simazine, cyanazine, deséthylatrazine, desisopropyl-atrazine, désethylterbutylazine, propazine, sebutylazine, terbutylazine et terbutryne) vérifiée antérieurement au laboratoire est de 7 jours, à 4°C. L'étude de stabilité pour la DEDIA a été réalisée avec des échantillons d'eau de surface naturels, conservés à 4°C au réfrigérateur et à -20°C au congélateur, et dopés en DEDIA à 200 ng/L. Les échantillons sont stables 7 jours pour ces 2 modes de conservation. |

## Analyse

**Volume ou masse de la prise d'essai**

1 mL

**Volume avant analyse :**

1 mL d'échantillon + 25 µL d'une solution aqueuse de DEDIA-$^{13}C_3$ à 20 µg/L

**Méthode analytique utilisée :**
Indiquer les paramètres complets de la méthode (exemple pour la chromatographie : gradient, phase mobile, débit, T °C, colonne, mode de détection)

Pour la détection par masse : mode d'ionisation et ions de quantification et de confirmation

Chromatographie :
Colonne analytique HSST3® (10 cm x 2,1 mm x 1,8 µm ; Waters), thermostatée à 45 °C.

Phase mobile : débit 0,4 ml/min

| Temps (min) | Eau + 0,050 % acide formique (V/V) (%) | Acétonitrile + 0,050 % acide formique (V/V) (%) |
|---|---|---|
| 0 | 100 | 0 |
| 0,75 | 100 | 0 |
| 1,5 | 90 | 10 |
| 3 | 90 | 10 |
| 6 | 0 | 100 |
| 6,5 | 0 | 100 |
| 7 | 100 | 0 |
| 13 | 100 | 0 |

Volume d'injection : 100 µl, échantillon maintenu à 10 °C dans le passeur d'échantillons.
Temps de rétention de la DEDIA : 2,56 min

Spectrométrie de masse :
Mode d'ionisation : ESI+
Température de la source : 150 °C
Température de désolvatation : 650 °C
Débit gaz du cône : 50 L/h
Débit gaz de désolvatation : 800 L/h

Conditions d'ionisation et de fragmentation :

| | | Quantification | | Confirmation | |
|---|---|---|---|---|---|
| | Tension de cône (V) | Transition (m/z) | Energie de collision (eV) | Transition (m/z) | Energie de collision (eV) |
| DEDIA | 40 | 146>79 | 15 | 146>104 | 18 |
| DEDIA-$^{13}C_3$ | 35 | 149>80 | 17 | 149>106 | 17 |

**Equipements**

Chromatographe ultra haute pression Acquity® (Waters) équipé d'un passeur d'échantillons automatique réfrigéré, avec dispositif d'injection permettant d'introduire une prise d'essai de 2 à 100 µL.
Spectromètre de masse en tandem (triple quadripôle) : XEVO-TQD® (Waters).

| | |
|---|---|
| **Type d'étalonnage** | Interne |
| **Modèle utilisé** | Linéaire pondéré en 1/x. |
| **Etalons / Traceurs utilisés** | Etalon interne : DEDIA-$^{13}C_3$ (CAS 1216850-33-7). Préparation d'une solution méthanolique à 200 mg/L à partir du produit pur, puis 2 dilutions successives dans l'eau d'Evian à 1 g/L et 20 µg/L.<br><br>Solution étalon : les recommandations suivantes sont issues du rapport d'essai inter laboratoires de l'ANSES *DCIL 2014/DEDIA*<br>-Vérifier le titre des solutions étalons par des contrôles croisés indépendants, la confrontation avec les anciens standards ou avec les résultats issus d'autres laboratoires.<br>-Recourir aux ultra-sons lors de la préparation des solutions mères et s'assurer de la bonne solubilisation des étalons.<br>-Eviter la mise en solution des étalons dans l'acétone ou l'acétonitrile pur et privilégier les mélanges : eau/acétonitrile, eau/acétone ou le méthanol. |
| **Domaine de concentration** | 20 à 200 ng/L en matrice dopée (Evian en bouteille de verre) |
| **Méthode de calcul des résultats**<br>Rendement<br>Blancs | Etalonnage en matrice<br>Sans objet, l'étalon interne marqué permet de corriger du rendement.<br>Blanc méthode (eau de source) inférieur à la limite de détection.<br>Soustraction du blanc : non |

## Références de la méthode

| | |
|---|---|
| **Norme dont est tirée la méthode** | Méthode EPA 536 Determination of triazine pesticides and their degradates in drinking water by liquid chromatography electrospray ionization tandem mass spectrometry (LC/ESI-MS/MS), 2007 |
| **Niveau de validation selon Norman** | Niveau 1 |

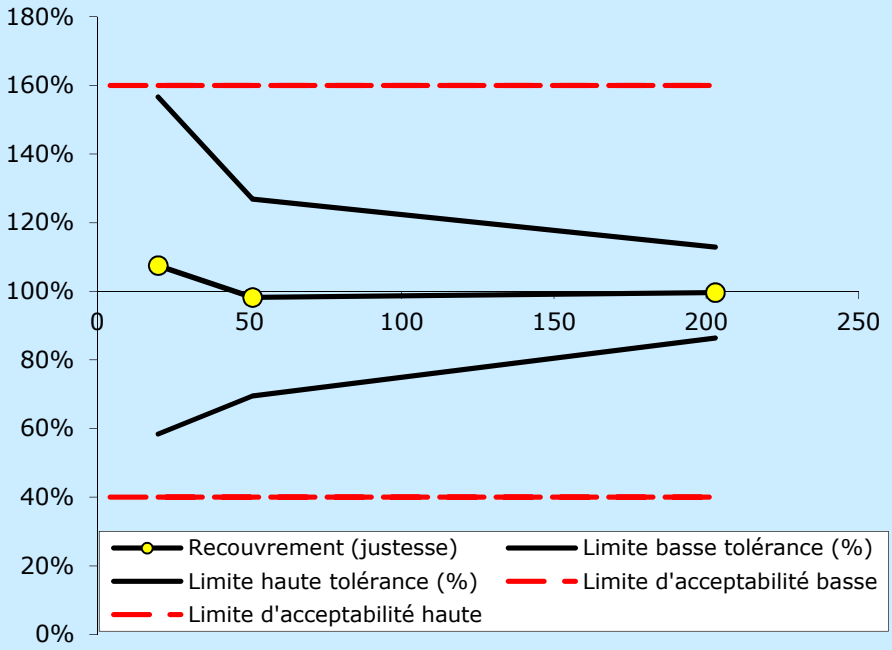
## Paramètres de validation de la méthode

| | |
|---|---|
| **Norme utilisée**<br>**Domaine de validation** | NF T 90-210:2009<br>20 à 200 ng/L |
| **Blancs analytiques** | Blanc analytique (eau de source) inférieur à la limite de détection. |
| **Rendement**<br><br>**- par niveau de concentration** | Détermination des rendements moyens par ajout de la DEDIA (20 à 200 ng/L) dans 6 échantillons d'eau souterraine différents, analysés sur 6 jours différents en duplicats. |

| Niveau (ng/l) | Rendement moyen (n=12) (%) | Ecart-type (%) |
|---|---|---|
| 20 | 108 | 24 |
| 50 | 98 | 15 |
| 200 | 100 | 7 |

| | |
|---|---|
| | L'absence d'interférence due à la présence d'autres triazines, dont les molécules parentes, a été vérifiée par ajout dans les échantillons d'eau naturels de 25 substances dont atrazine, simazine, cyanazine, désethylatrazine, désisopropylatrazine, désethylterbutylazine, propazine, sébutylazine, terbutylazine et terbutryne. |
| **Limite de quantification(LQ)** | 20 ng/L<br>La limite de détection peut être obtenue en divisant la limite de quantification par 3. |
| **Incertitudes (%) sur les résultats** | Détermination de l'incertitude de mesure par ajout de la DEDIA (20 à 200 ng/L) dans 6 échantillons d'eau souterraine différents, analysés sur 6 jours différents en duplicats.<br>L'évaluation de l'incertitude prend en compte l'incertitude liée au biais et l'incertitude liée à la fidélité. Elle est exprimée avec un facteur d'élargissement : k = 2. |

| Niveau (ng/l) | Incertitude élargie (%) |
|---|---|
| 20 | 53 |
| 50 | 32 |
| 200 | 15 |




## Contacts


| | |
|---|---|
| **Auteurs** | Charlotte Coureau |
| **Institut** | BRGM |
| **Contact** | l.amalric@brgm.fr |