

Hydrazide maléique

Méthode d'analyse dans l'eau (fraction aqueuse)

Généralités

Nom de la famille de substances	Divers (autres organiques)
Nom des substances individuelles	Hydrazide maléique
Code SANDRE des substances individuelles	5645
Matrice analysée	Eau : [3] Eaux souterraines
Principe de la méthode	L'échantillon d'eau est analysé par SPE en ligne et par UPLC/MSMS après ajout de son homologue marqué comme étalon interne. La quantification se fait par étalonnage interne en mode dilution isotopique.
Acronyme	SPE-UPLC/MSMS
Domaine d'application	30 à 1000 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 - Nature du contenant de stockage : - Résultats de l'étude de stabilité (durée de stabilité, température,...) :	Les échantillons sont conservés à l'obscurité à 4°C en flacon en verre. L'étude de stabilité a été réalisée sur 2 eaux souterraines (MES < 2mg/L) et 2 eaux de surface (MES = 11 mg/L) dopées à 200 ng/L et conservées à 4°C à l'obscurité selon l'approche pseudo-isochrone de type 2 issue du rapport Aquaref de 2016 « <i>Lignes directrices pour la conduite et la validation d'études de stabilité des paramètres physico-chimiques dans le domaine de l'eau</i> ». Le critère d'instabilité maximale acceptable (IMA) a été fixé à 20%. Dans ces conditions, l'hydrazide maléique est stable 7 jours.

Analyse

Volume ou masse de la prise d'essai	1,5 mL non filtré
Volume avant analyse :	1,5 mL d'échantillon (non filtré) auquel on ajoute 75 µL d'étalon interne à 6 µg/L et 50 µL d'une solution d'acide formique à 3% (v/v)

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

SPE en ligne :

Colonne pour la SPE en ligne HyperSep Hypercarb (2.1mm ID ; ThermoFisher), non thermostatée
Température de l'échantillon : 10 °C
Volume d'injection : 1000 µL
Vitesse de prélèvement : 350 µL/min

Temps (min)	Débit (mL/min)	Eau + 0,1 % acide formique (v/v)(%)	Méthanol (%)
0	1	100	0
1,00	1	100	0
1,01	0,3	0	100
11,00	0,3	0	100
11,01	1	0	100
12,00	1	0	100
12,01	1	100	0
13,50	1	100	0

Chromatographie :

Colonne Hypercarb (10 cm x 2,1 mm x 3 µm, ThermoFisher)
Température de colonne : 60 °C
Phase mobile : 0,3 mL/min
Voie A : Eau avec 0,1% d'acide formique (v/v)
Voie B : Méthanol avec 0,1% d'acide formique (v/v)

Temps (min)	Voie A (%)	Voie B (%)
0	100	0
1	100	0
9	70	30
10	0	100
11	0	100
11,1	100	0
13	100	0

Temps de rétention de l'hydrazide maléique : 10,0 min
Temps de rétention de l'hydrazide maléique D2 : 9,9 min

Spectrométrie de masse :

Mode d'ionisation : ionisation Unispray, mode positif
Température de la source : 150 °C
Température de désolvatation : 450 °C
Débit gaz du cône : 150 L/h
Débit gaz de désolvatation : 800 L/h
Impactor Voltage : 0,5 KV
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)
HM	30	113>59	16	113>53	17
HM- D2	30	115>87	14	115>54	17

Équipements	Chromatographe ultra haute pression Acquity® (Waters) équipé d'une pompe Acquity QSM (pour la SPE en ligne), d'une pompe Acquity BSM et d'un passeur d'échantillons automatique réfrigéré, avec dispositif d'injection permettant d'introduire une prise d'essai jusqu'à 1000 µL. Spectromètre de masse en tandem (triple quadripôle) XEVO-TQXS® (Waters) en mode MRM (Multiple Reaction Monitoring).
Type d'étalonnage	Interne
Modèle utilisé Étalons / Traceurs utilisés	Linéaire pondéré en 1/x <u>Étalon interne</u> : Hydrazide maléique D2 (CAS 1216850-33-7). Préparation d'une solution méthanolique à 500 mg/L à partir du produit pur, puis dilution dans le méthanol à 10 mg/L.
Domaine de concentration	30 à 1000 ng/L Solutions d'étalonnage préparées dans l'eau d'Evian.
Méthode de calcul des résultats Rendement Blancs	Étalonnage en matrice eau d'Evian. Sans objet, l'étalon interne marqué permet de corriger du rendement. Blanc méthode (eau de source) inférieur à la limite de détection. Soustraction du blanc : non

Références de la méthode

Norme dont est tirée la méthode	/
Niveau de validation selon Norman	Niveau 1

Paramètres de validation de la méthode

Norme utilisée	NF T 90-210:2009												
Domaine de validation	30 à 1000 ng/L												
Blancs analytiques	Blanc analytique (eau de source) inférieur à la limite de détection												
Rendement	Détermination des rendements moyens par ajout de l'hydrazide maléique (30 à 1000 ng/L) dans 6 échantillons d'eau souterraine différents (pH 6,2 à 7,8 ; COT < 5 à 1,4 mgC/L ; conductivité 316 à 694 µS/Cm ; MES < 2 mg/L) dans des conditions de fidélité intermédiaire (6 x 2réplicats).												
- par niveau de concentration	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Niveau (ng/l)</th> <th>Rendement moyen (n=12) (%)</th> <th>Ecart-type (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>30</td> <td>101</td> <td>7</td> </tr> <tr> <td>100</td> <td>100</td> <td>5</td> </tr> <tr> <td>1000</td> <td>101</td> <td>4</td> </tr> </tbody> </table>	Niveau (ng/l)	Rendement moyen (n=12) (%)	Ecart-type (%)	30	101	7	100	100	5	1000	101	4
Niveau (ng/l)	Rendement moyen (n=12) (%)	Ecart-type (%)											
30	101	7											
100	100	5											
1000	101	4											

Limite de quantification(LQ)

30 ng/L

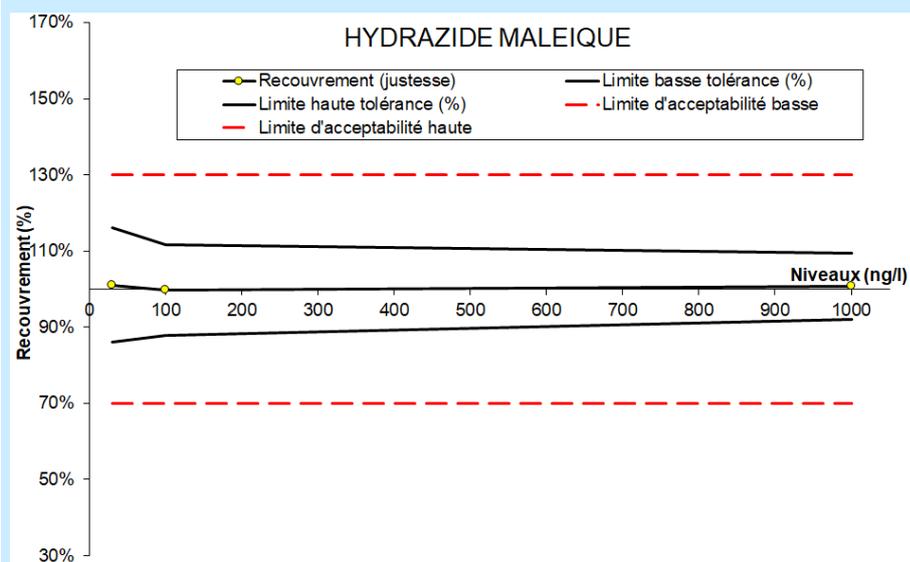
La limite de détection peut être obtenue en divisant la limite de quantification par 3.

Incertitudes (%) sur les résultats

Détermination de l'incertitude de mesure par ajout de l'hydrazide maléique (30 à 1000 ng/L) dans 6 échantillons d'eau souterraine différents, analysés dans des conditions de fidélité intermédiaire (6 x 2 réplicats).

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 : $k = 2$.

	LQ (30) à 100 ng/L	>100 ng/L
Hydrazide maléique	20%	15%

**Commentaires :**

L'ionisation Unispray permet une amélioration des performances par rapport à l'ESI (gain approximatif d'un facteur 4). Le barreau Unispray est à nettoyer régulièrement (environ toutes les 24h d'analyse) pour éviter un dépôt trop important et des problèmes de sensibilité due à une déviation du spray. Sur une même série d'injection, il est observé une perte de signal dans le temps (rapport signal/bruit inchangé), cependant l'hydrazide maléique D2 corrige parfaitement la réponse de l'hydrazide maléique.

Contacts**Auteurs**

Sébastien Bristeau

Institut

BRGM

Contact

l.amalric@brgm.fr