

# Heptachlore (HC), Heptachlore époxide endo trans (HCEA), Heptachlore époxide exo cis (HCEB), Dicofol (DIC)

## Méthode d'analyse dans le biote (Poissons)

### Généralités

<b>Nom de la famille de substances</b>	Insecticides et acaricides organochlorés
<b>Nom des substances individuelles</b>	Heptachlore (HC) (CAS : 76-44-8) Heptachlore époxide endo trans (HCEA) (CAS : 28044-83-9) Heptachlore époxide exo cis (HCEB) (CAS : 1024-57-3) Dicofol (DIC) (CAS : 115-32-2)
<b>Code SANDRE des substances individuelles</b>	Heptachlore : [1197] Heptachlore époxide endo trans: [1749] Heptachlore époxide exo cis: [1748] Dicofol : [1172]
<b>Matrice analysée [code SANDRE du (des) support(s)]</b>	Biote : Poissons [4]
<b>Principe de la méthode</b>	Extraction solide-liquide (ESL) des composés d'intérêt par de l'acétone et du n-pentane, lavage de l'extrait à l'eau MilliQ, purification de l'extrait par chromatographie d'exclusion stérique (CES) puis par extraction sur phase solide (SPE) et analyse en chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/SM) en ionisation par impact électronique.  Pour la quantification, l'usage d'étalons internes analogues à chaque composé est recommandé. En l'absence de composé analogue pour l'heptachlore époxide trans, le cis-heptachlore époxide- <sup>13</sup> C <sub>10</sub> est utilisé pour quantifier les deux isomères de l'heptachlore époxide.
<b>Acronyme</b>	ESL/CG/SM
<b>Domaine d'application</b>	En ng/g de poids frais : Heptachlore de 0,2 ng/g à 10 ng/g Heptachlore époxide endo trans de 0,2 ng/g à 20 ng/g Heptachlore époxide exo cis de 0,2 ng/g à 20 ng/g Dicofol de 0,8 ng/g à 35 ng/g
<b>Paramètres à déterminer en parallèle à l'analyse</b>	Taux de matières sèches (%) [7153] Taux de lipides (%) [1358] (normalisation interne éventuelle)

**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.

### Précautions particulières à respecter lors de la mise en œuvre de la méthode

Le dicofol (ou 4,4'-dicofol) est un composé connu pour se dégrader facilement, principalement en dichlorobenzophénone (DCBP) et en chloroforme. Le DCBP n'est pas un produit de dégradation spécifique du 4,4'-dicofol et sa détermination ne permet pas de garantir qu'il provient du 4,4'-dicofol.

Le 4,4'-dicofol s'hydrolyse rapidement à pH élevé (demi vie à pH = 10 de 30 min).

Il se photolyse aux rayonnements UV et d'autant plus dans les solvants apolaires de type hexane<sup>(1)</sup>.

Il se dégrade dans certains solvants (ex : acétone, acétonitrile)<sup>(2)</sup>. Dans l'acétonitrile, l'ajout d'acide permet de le stabiliser. Des précautions sont donc à prendre quant à la nature du solvant utilisé pour la préparation des solutions d'étalonnage. A titre d'exemple, du cyclohexane peut être utilisé pour la solution mère et de l'acétate d'éthyle pour les dilutions dans de la verrerie ambrée. L'acétone est à proscrire pour des stockages prolongés (conservation dans un extrait ou étalon) mais peut être utilisé pour un usage ponctuel (ex : étape d'extraction).

Il est surtout thermolabile et se dégrade tout au long de la chaîne analytique (principalement dans le port d'injection) en CG/SM. L'analyse en CLHP/SM comme alternative ne peut pas être utilisée car elle produit des seuils analytiques très élevés pour ce composé.

L'utilisation de l'injection en large volume avec une programmation en température de l'injecteur, d'une colonne courte et de conditions thermiques douces (four, ligne de transfert, source) et l'ajout « d'Analyte Protectant »<sup>(3)(4)</sup> permettent de détecter le composé sous sa forme non dégradée en CG/SM.

Pour s'assurer que la dégradation du DIC est faible, il convient de suivre également le dichlorobenzophénone (DCBP) pendant les analyses.

### Interférents (préciser la matrice)

Interférents identifiés : Pas d'interférents identifiés

Matrices testées : truite Fario d'élevage.

Matrice choisie pour sa disponibilité, sa représentativité, son fort taux de lipides et pour l'absence de bruit de fond en composés d'intérêt.

(1) A. Thiel et al. "Dicofol degradation to p,p'-dichlorobenzophenone – A potential antiandrogen" / *Toxicology* 282 (2011) 88–93

(2) K. Maštovská, S.J. Lehotay "Evaluation of common organic solvents for gas chromatographic analysis and stability of multiclass pesticide residues" / *J. Chromatogr. A* 1040 (2004) 259–272

(3) EURL-SRM "Use of Analyte Protectants in GC-Analysis a way to improve peak shape and reduce decomposition of susceptible compounds"

(4) M. Anastassiades, K. Maštovská, S.J. Lehotay "Evaluation of analyte protectants to improve gas chromatographic analysis of pesticides" / *Journal of Chromatography A*, 1015 (2003) 163–184

## Protocole analytique

### Prétraitement

#### Fraction analysée :

Muscle de poisson : [102]

#### Conditionnement et conservation des échantillons

- Protocole :
- Nature du contenant de stockage :
- Lavage du contenant :
- Résultats de l'étude de stabilité (durée de stabilité, température, ...) :

Dans la mesure du possible, le poisson ne doit pas être congelé avant dissection. Il doit être traité dans les 24 h suivant la pêche. Conservation à -80 °C de l'échantillon disséqué, broyé et homogénéisé, à l'abri de la lumière.

Préparation : disséquer, broyer/homogénéiser.

Flacon de 100 mL en verre ambré ou protégé de la lumière par une feuille d'aluminium.

Bouchon à visser ; opercule en aluminium entre le col du flacon et le bouchon

Flacons et opercules en aluminium calcinés 8 heures à 500 °C.

Stable au moins 4 mois

L'étude de stabilité a consisté à doper 3 x 5 g de muscle de poisson frais préalablement broyé et homogénéisé avec 20 µL d'une solution de composés d'intérêt à 10 µg/mL et à stocker les échantillons dopés à -80 °C à l'abri de la lumière pendant 4 mois.

A l'issue du délai de stockage, les échantillons dopés ont été traités comme des échantillons inconnus et les composés d'intérêt quantifiés.

Substances	Conc. Cible en ng/g	Moyenne des valeurs retrouvées en ng/g n=3	Ecart-type	Rendement moyen en %
HC	43,9	42,0	1,3	96 ± 3%
HCEA (trans)	39,7	41,7	1,6	105 ± 4%
HCEB (cis)	42,5	44,3	1,6	104 ± 4%
DIC	43,4	41,5	1,2	96 ± 3%

#### Filtration :

- Type de filtre et méthode de nettoyage :
- Type de support de filtration :

Pas de filtration

#### Pré-traitement des échantillons

Dissection, homogénéisation de l'échantillon par broyage

## Analyse

<b>Masse de la prise d'essai (g)</b>	Muscle de poisson broyé : 5 g poids frais
<b>Dérivation</b>	Sans objet
<b>Extraction</b> <b>-Solide/Liquide</b>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Ajout des étalons internes (volume de dopage de 10 µL d'un mélange d'Heptachlore-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>, de cis-Heptachlore époxyde-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>, de dicofol-d8 à 10 ng/µL chacun, dans le cyclohexane)</li> <li>2. Ajout de 20 mL d'acétone.</li> <li>3. Agitation mécanique 10 min par agitation oscillante</li> <li>4. Ajout de 20 mL de n-pentane.</li> <li>5. Agitation mécanique 10 min par agitation oscillante</li> </ol>
<b>-Lavage à l'eau</b>	<ol style="list-style-type: none"> <li>6. Ajout de 20 mL d'eau MilliQ.</li> <li>7. Agitation mécanique 10 min par agitation oscillante</li> <li>8. Centrifugation du flacon à 1500 tr/min pendant 5 min</li> <li>9. Récupération du surnageant (n-pentane environ 20 mL) à l'aide d'une pipette en verre dans un tube en verre de volume adapté.</li> <li>10. Evaporation du solvant sous jet d'azote jusqu'à disparition du solvant et obtention d'un résidu huileux dans le fond du tube (env 0,2 mL).</li> <li>11. Reprise à 1 mL par du dichlorométhane en agitant 15 s au vortex et transfert de l'extrait dans un vial en verre ambré de 1,5 mL.</li> <li>12. Procéder ensuite à la purification par chromatographie d'exclusion stérique (CES).</li> </ol>
<b>Purification</b> <b>- Séparation des lipides par CES</b>	<p>La chromatographie d'exclusion stérique (CES) ou chromatographie par perméation de gel (GPC) permet de séparer les lipides des pesticides par exclusion stérique.</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Injection de la totalité de l'extrait (1 mL) dans le DCM et séparation sur colonne en verre (460 mm x 26 mm) remplie de copolymère de styrène divinylbenzène (Bio-Beads® SX-3, 200-400 Mesh). L'élution est réalisée au dichlorométhane à 5 mL / min.</li> <li>2. Collecte de l'extrait après les 33 premières minutes d'élution de la colonne, pendant 24 minutes dans un tube de volume adapté (les temps d'élution et de collecte sont donnés à titre indicatif. Il convient de les déterminer précisément selon la configuration du système utilisé).</li> <li>3. Evaporation du solvant sous jet d'azote jusqu'à 0,5 mL environ et transfert de l'extrait dans un tube en verre de 16x100 mm pouvant être centrifugé en prenant soin de rincer les parois du tube de collecte au DCM.</li> </ol> <p>En cas d'élimination incomplète des lipides, deux étapes de purification supplémentaires pourront être mises en œuvre. Elles sont décrites ci-dessous.</p>

**Précipitation des corps gras résiduels dans un mélange acétonitrile + 0,1% d'acide formique à -5°C.**

**-SPE sur cartouche de Florisil®**

La précipitation à froid est un moyen simple d'éliminer des résidus gras.

La solubilité des lipides dans l'acétonitrile étant limitée, ce solvant est choisi pour la précipitation. 0,1 % v/v d'acide formique pur y est ajouté pour éviter la dégradation du dicofol.

4. L'extrait est concentré jusqu'à quasi siccité sous jet d'azote et repris par 0,5 mL d'un mélange acétonitrile + 0,1% v/v d'acide formique et agité 15 s au vortex.
5. Le tube est ensuite centrifugé à 1500 tr/min à -5°C pendant 10 min.
6. Récupération du surnageant avec une pipette pasteur, en prenant soin de ne pas réchauffer l'extrait (risque de resolubilisation d'une partie des corps gras résiduels), et transfert dans un contenant adapté (par exemple : tube ou vial en verre).
7. Evaporer le solvant à sec sous jet d'azote et reprendre par 1 mL d'hexane et agiter 15 s au vortex.
8. Procéder ensuite à la purification par SPE.

Afin d'éliminer les composés polaires encore en solution, la purification sur cartouche SPE Florisil® (6mL, 1g) est mise en œuvre.

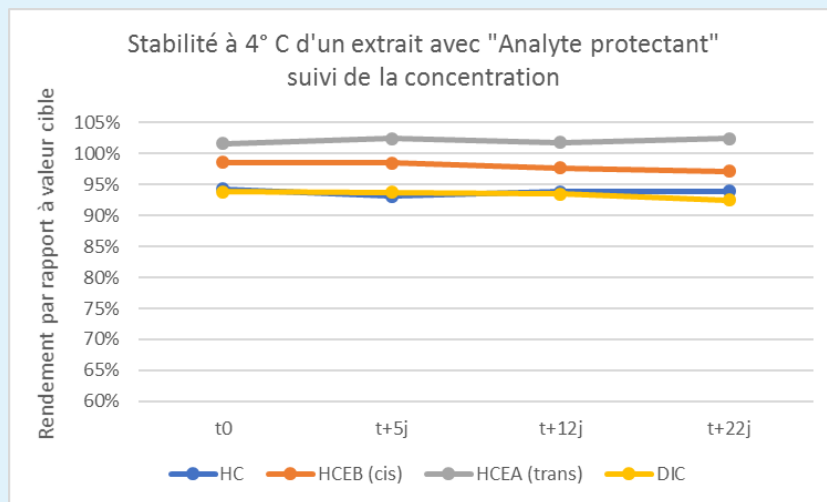
L'utilisation d'un automate, comme dans le cas de ces travaux, est recommandée afin d'obtenir une meilleure répétabilité des résultats, mais l'utilisation d'une station manuelle est possible.

9. Conditionnement de la cartouche par 10 mL de n-hexane à 6 mL/min.
10. Chargement de l'échantillon (extrait obtenu au point 7) à 1 mL/min sur la cartouche en évitant un passage à sec de la phase solide.
11. Ajout de 3 mL de n-hexane au tube en verre qui contenait l'échantillon pour rinçage.
12. Dépôt des 3 mL de n-hexane sur la cartouche et élution à 1 mL/min pour la collecte d'une 1<sup>ère</sup> fraction contenant le composé le plus apolaire (HC).
13. Elution par 2 x 8 mL d'un mélange n-hexane/dichlorométhane 9 :1 v/v pour la collecte de deux autres fractions contenant les composés plus polaires (HCE et DIC).
14. Réunion des différentes fractions si elles ont été collectées dans des tubes différents et évaporation sous jet d'azote jusqu'à quasi siccité.
15. Reprise par 1 mL d'acétate d'éthyle et ajout de 10 µL de solution d' « Analyte Protectant » (Mix AP)(voir détails ci-après).
16. Agitation 15 s au vortex et transfert dans un vial ambré pour analyse.

Les volumes d'élution sont à vérifier en fonction des marques de cartouche et des matériels utilisés. Par exemple, en fonction des marques de cartouche de Florisil® utilisées, la rétention est légèrement différente et les volumes d'élution sont donc à adapter.

### Conservation de l'extrait

L'étude de conservation a consisté à analyser un extrait conservé à 4°C en présence d' « analyte protectant » à différents jours. L'extrait est stable au moins 22 jours.



### Minéralisation

- Type d'appareil utilisé :
- Durée et température de minéralisation :
- Réactifs utilisés :

Sans objet

**Volume final avant analyse :**

- Analyte Protectant (AP)

1 mL d'acétate d'éthyle + 1 % (10 µL) d'« analytes protectants ».

Les sites actifs présents tout au long de la chaîne analytique provoquent des phénomènes de traînée de pic et de dégradation de certains pesticides sensibles, le dicofol notamment. Ces phénomènes s'accroissent à mesure que le système s'encrasse. Un moyen pour contourner ce problème est l'ajout en excès, à la fois dans les étalons et dans les échantillons, de composés hydroxylés bloquant les sites actifs par des liaisons hydrogènes. Ces composés sont appelés « analytes protectants » ou AP. Un mélange de plusieurs substances de volatilité différente permet de couvrir toute la durée de l'analyse et ainsi de « protéger » tous les composés analysés.

Les substances retenues sont préparées individuellement en solution à 50 mg/mL dans un mélange Acétonitrile (ACN)/Eau MilliQ (EMQ).

Substances	CAS#	Solvant v/v	C mg/ml
3-ethoxy-1,2-propanediol	1874-62-0	ACN/EMQ 6:4	50
D-gluconolactone	90-80-2	ACN/EMQ 6:4	50
D-sorbitol	50-70-4	ACN/EMQ 5:5	50
Acide shikimique	138-59-0	ACN/EMQ 5:5	50

Un mélange (MixAP) est ensuite réalisé dans un mélange ACN/EMQ 6 :4 v/v aux concentrations suivantes :

Substances	CAS#	Solvant	C mg/ml
3-ethoxy-1,2-propanediol	1874-62-0	ACN/EMQ 6:4	10
D-gluconolactone	90-80-2		10
D-sorbitol	50-70-4		5
Acide shikimique	138-59-0		5

10 µL de MixAP sont ajoutés à tous les étalons et extraits d'échantillons (1 mL) avant analyse.

**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

**1. Paramètres d'injection et de chromatographie :**

<b>Injection</b>	
Type d'injecteur	<i>CIS/PTV programmable en température</i>
Mode d'injection	<i>Solvent vent/large volume</i>
Programmation de la température d'injection	<i>20°C pendant 0,5 min 5°C/s jusqu'à 240°C, maintien 3 min 10°C/s jusqu'à 340°C, maintien 10 min</i>
Paramètres de vent	<i>Vent time = 0,35 min Vent flow = 40 mL/min Vent pressure = 0 psi Purge Flow = 100 mL/min Purge time = 2,5 min</i>
Liner	<i>Multibaffled Topaz Restek®</i>
Volume d'injection	<i>10 µL à 0,58 µL/s</i>
Solvant d'injection	<i>Acétate d'éthyle</i>
Solvants de rinçage de la seringue	<i>Solvant 1 = Méthanol/Eau MilliQ 8 :2 v/v Solvant 2 = Acétate d'éthyle</i>
Fréquence de rinçage de la seringue	<i>5 rinçages avant et après injection avec chacun des deux solvants de rinçage.</i>
<b>Chromatographie</b>	
Colonne	<i>ZB-semivolatiles (Phenomenex®) ou équivalent Longueur : 20 m Diamètre interne : 0,18 mm Epaisseur de film : 0,18 µm</i>
Programmation du four	<i>40°C pendant 2 min 25°C/min jusqu'à 150°C 5°C/min jusqu'à 240°C 25°C/min jusqu'à 280°C, maintien 5 min</i>
Programmation du débit de gaz vecteur (He)	<i>1 mL/min avant l'injection. A l'injection, passer à 3 mL/min avec une rampe de 100 mL/min<sup>2</sup>, maintien 2,5 min, puis diminution à 2 mL/min avec une rampe de 100 mL/min<sup>2</sup></i>
Température de la ligne de transfert	<i>280°C</i>



## 2. Paramètres de spectrométrie de masse

Spectrométrie de masse	
Températures MS	Source = 230°C, Quad = 150°C
Ionisation	Impact électronique
Courant d'émission	35 $\mu$ A
Mode d'acquisition	SIM (selected ion monitoring)
Gain factor	2
Délai de solvant	5 min

Paramètres d'acquisition SIM					
Composés	Temps de rétention en min	Début du segment de temps en min	Dwell time en ms	Ion quantifiant (uma)	Ion qualifiant (uma)
HC- <sup>13</sup> C <sub>10</sub>	11,68	5,0	60	277	279
HC	11,68			272	270, 337
DCBP-d8 <sup>(1)</sup>	13,14	12,2	60	258	143 <sup>(2)</sup>
DCBP <sup>(1)</sup>	13,20			250	139 <sup>(2)</sup> , 252
Cis-HCE- <sup>13</sup> C <sub>10</sub>	13,86	13,6	50	363	365
Cis-HCEB	13,88			353	351
Trans-HCEA	14,00			353	289, 253
DIC-d8	20,51	19,0	60	259	143 <sup>(2)</sup>
DIC	20,59			251	253, 139 <sup>(2)</sup>

<sup>(1)</sup> Dichlorobenzophénone = composé de dégradation du dicofol et de son homologue marqué. Les transitions de ces composés ont été ajoutées au tableau à titre indicatif afin de pouvoir suivre l'éventuelle dégradation du dicofol et de son marqué.

<sup>(2)</sup> Bruit de fond important en matrice biote sur ces ions.

**Equipements <sup>1</sup>  
(modèles utilisés) :**

- Chromatographe Agilent® 6890N équipé d'un injecteur CIS 4 Gerstel®.
- Spectromètre de masse Agilent® 5973N
- Passeur d'échantillon Gerstel® MPS équipé d'une seringue pour injection liquide de 10  $\mu$ L.

**Type d'étalonnage**

Interne

**Modèle utilisé**

Modèle linéaire pour Heptachlore, Heptachlore époxide endo trans  
Heptachlore époxide exo cis  
Modèle polynomial du second degré pour dicofol

<sup>1</sup> 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

<b>Etalons / Traceurs utilisés</b>	Heptachlore- <sup>13</sup> C <sub>10</sub> (HC- <sup>13</sup> C <sub>10</sub> ) : Etalon interne Cis-Heptachlore époxyde- <sup>13</sup> C <sub>10</sub> (HCEB- <sup>13</sup> C <sub>10</sub> ) : Etalon interne Dicofol-d8 (DIC-d8) : Etalon interne
<b>Domaine de concentration</b>	Gamme d'étalonnage préparée dans l'acétate d'éthyle, de 1 à 200 ng/mL en 9 points (1, 2, 5, 10, 25, 50, 100, 150, 200 ng/mL) avec les étalons internes à 100 ng/mL. 1 % de MixAP est ajouté à chaque solution finale.
<b>Méthode de calcul des résultats</b>	Calcul des résultats par étalonnage interne
Rendement	Pas de correction du rendement
Blancs	Matrice testée : muscle de truite Fario Blanc instrumental : injection d'acétate d'éthyle + 1 % de MixAP ; pas d'effet mémoire. Blanc Matrice (muscle de truite) : analyse de matrice vierge

## Références de la méthode

<b>La méthode est dérivée de la publication suivante</b>	D.Stajnbaher, L.Zupancic-Kralj "Optimisation of programmable temperature vaporizer-based large volume injection for determination of pesticide residues in fruits and vegetables using gas chromatography–mass spectrometry" J. Chromatogr. A 1190 (2008) 316–326 EURL-SRM "Use of Analyte Protectants in GC-Analysis a way to improve peak shape and reduce decomposition of susceptible compounds" M.Anastassiades, K.Maštovská, S.J. Lehotay "Evaluation of analyte protectants to improve gas chromatographic analysis of pesticides" J. Chromatogr. A, 1015 (2003) 163–184 C.Chatellier, F.Lestremau: Fiche méthode Aquaref MA-50 « Hexabromocyclododécane (HBCDD) Méthode d'analyse dans les biotes (poisson) » F.Serveto, C.Miège : Fiche méthode Aquaref MA-31 : « 6 polybromodiphényléthers, 17 polychlorobiphényles et 8 pesticides organochlorés Méthode d'analyse dans le biote »
<b>Norme dont est tirée la méthode</b>	Sans objet
<b>Niveau de validation selon Norman</b>	Niveau 1

## Paramètres de validation de la méthode

### Norme utilisée

NF T90-210 (2009)

### Domaine de validation

NF ISO 11352 (2012) 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)

En ng/g de poids frais :

Substances	Domaine de validation
Heptachlore	0,2 à 10 ng/g
Heptachlore époxyde endo trans (HCEA)	0,2 à 20 ng/g
Heptachlore époxyde exo cis (HCEB)	0,2 à 20 ng/g
Dicofol	0,8 à 35 ng/g

### Matériaux de référence utilisés

NIST SRM® 1947 "Lake Michigan fish tissue" pour le HCEB (cis).

### Blancs analytiques (concentration ou résultat maximum acceptable)

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

### Rendement par molécule

Détermination suivant NF T90-210 (2009) réalisée par ajout d'une quantité connue de chacun des 4 pesticides dans le muscle de poisson.

Nombre d'essais par niveau de concentration : 2 répétitions/jour pendant 6 jours.

Valeur des niveaux (ng/g poids humide exprimé en dopant ajouté)	Moyenne des rendements ± écart-type % (n=12)			
	HC	HCEA (trans)	HCEB (cis)	DIC
0,2	98% ± 7%	99% ± 5%	120% ± 11%	-
0,8	97% ± 5%	100% ± 3%	101% ± 3%	113% ± 9%
2	98% ± 3%	99% ± 3%	100% ± 2%	104% ± 4%
8	98% ± 3%	96% ± 4%	97% ± 5%	100% ± 2%
20	-	-	-	94% ± 5%

**Rendement**  
**Matériaux de référence certifié**

Prises d'essai 3 x 3 g de poids frais de NIST SRM 1947

Substance	Valeur certifiée en ng/g de poids frais	Moyenne calculée (n=3) en ng/g de poids frais	Rendement moyen en % n=3
HCEB	13,4 ± 0,8	12,84 ± 0,09	96% ± 1%

**Limite de quantification(LQ)**

LQ : Détermination suivant NF T90-210 (2009) réalisée par ajout d'une quantité connue de chacun des pesticides dans le muscle de truite fario  
Nombre d'essais à la LQ : 2 répétitions/jour pendant 6 jours.

Substances	LQ (ng/g poids frais)
Heptachlore	0,2
Heptachlore époxyde endo trans (HCEA)	0,2
Heptachlore époxyde exo cis (HCEB)	0,2
Dicofol	0,8

**Incertitudes (%) sur les résultats**

Méthode d'évaluation : NF ISO 11352 : 2012

Facteur d'élargissement : k = 2

Nombre d'essais par niveau de concentration : 2 répétitions/jour pendant 6 jours.

**- par molécule**  
(reproductibilité avec méthode de détermination)

Matrice : muscle de truite

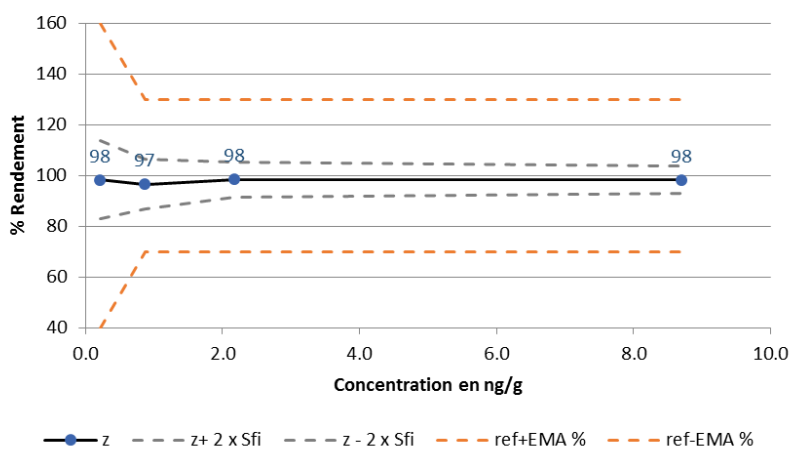
Valeur des niveaux : (ng/g poids frais exprimé en dopant ajouté)

En noir trait plein : recouvrement (justesse)

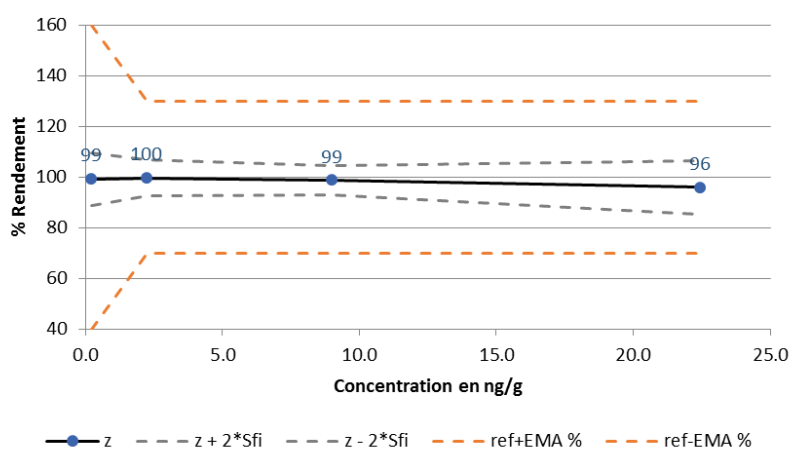
En gris trait pointillé : valeur haute et basse de fidélité intermédiaire

En orange trait pointillé : limite haute et basse d'acceptabilité

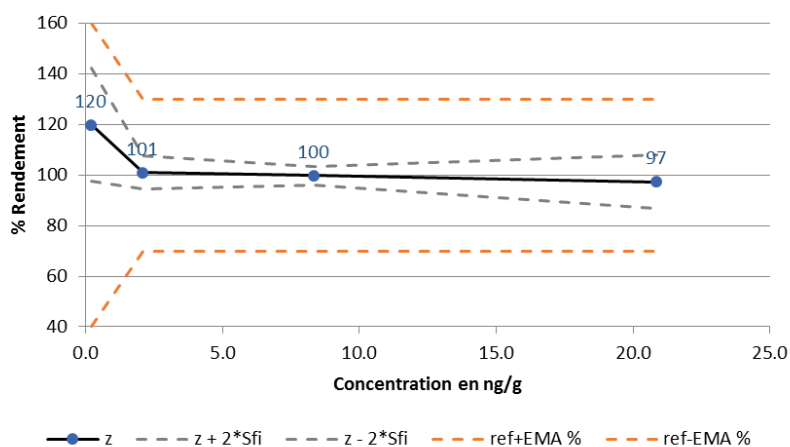
### Heptachlore



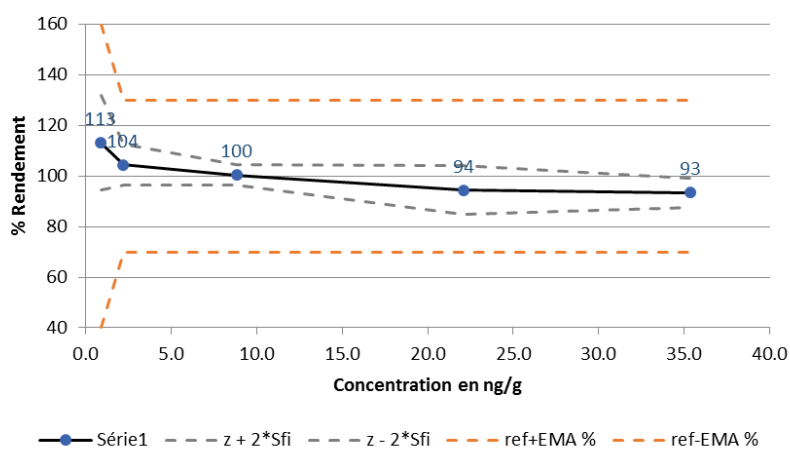
### Heptachlore époxide endo trans (HCEA)



### Heptachlore époxide exo cis (HCEB)



### dicofol



## Contacts

<b>Auteurs</b>	Jérôme BEAUMONT, François LESTREMAU
<b>Institut</b>	INERIS
<b>Contact</b>	Jérôme BEAUMONT ; jerome.beaumont@ineris.fr François LESTREMAU ; francois.lestremau@ineris.fr