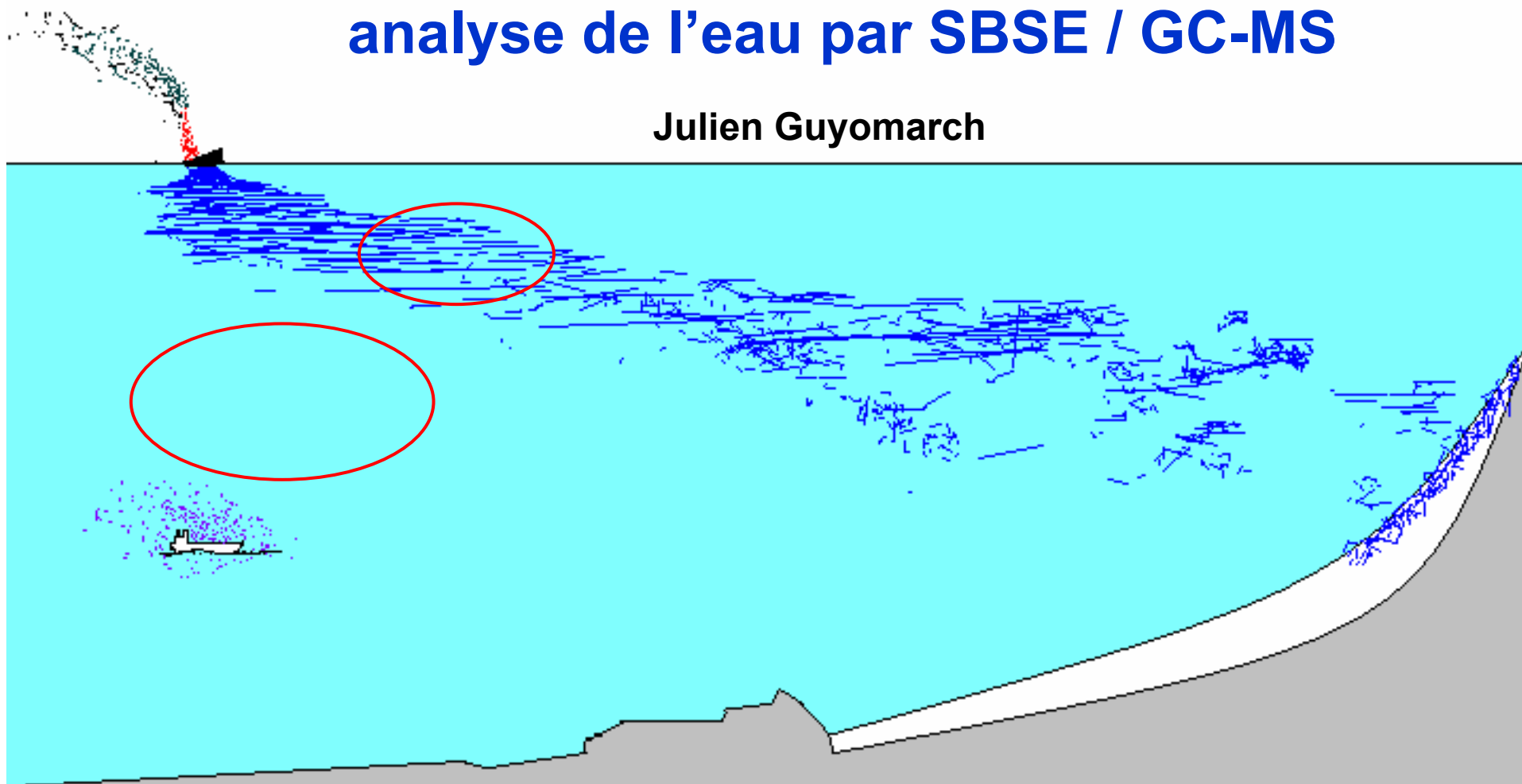
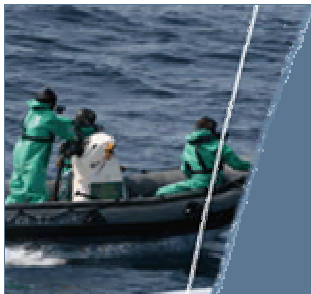


Prélèvement et identification du polluant et analyse de l'eau par SBSE / GC-MS

Julien Guyomarch

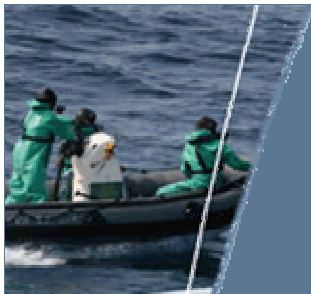




www.cedre.fr
contact@cedre.fr

Prélèvement et Identification des hydrocarbures prélevés dans l'environnement marin

<http://www.bonnagreement.org/fr/html/welcome.html>



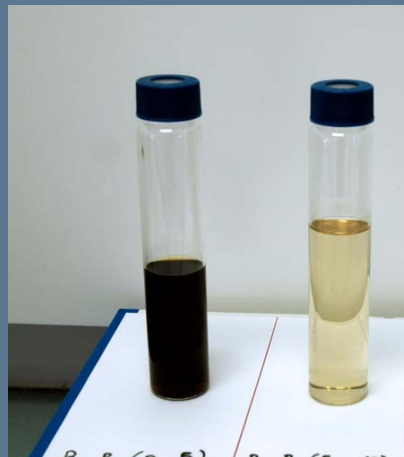
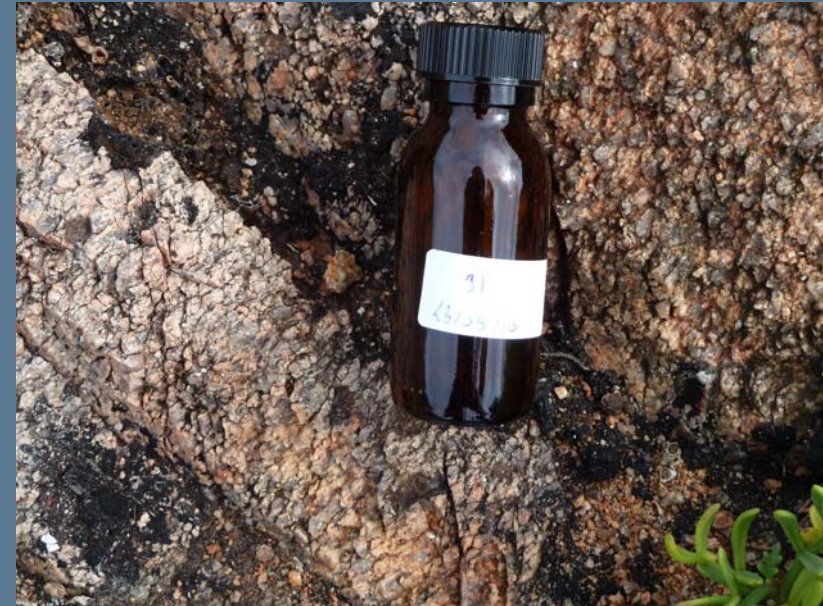
www.cedre.fr
contact@cedre.fr

Méthode de comparaison des échantillons

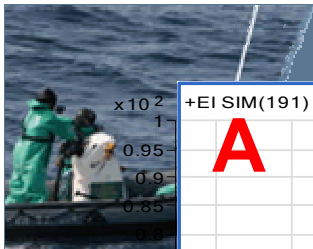
Rapport technique CEN

Exemple de comparaison

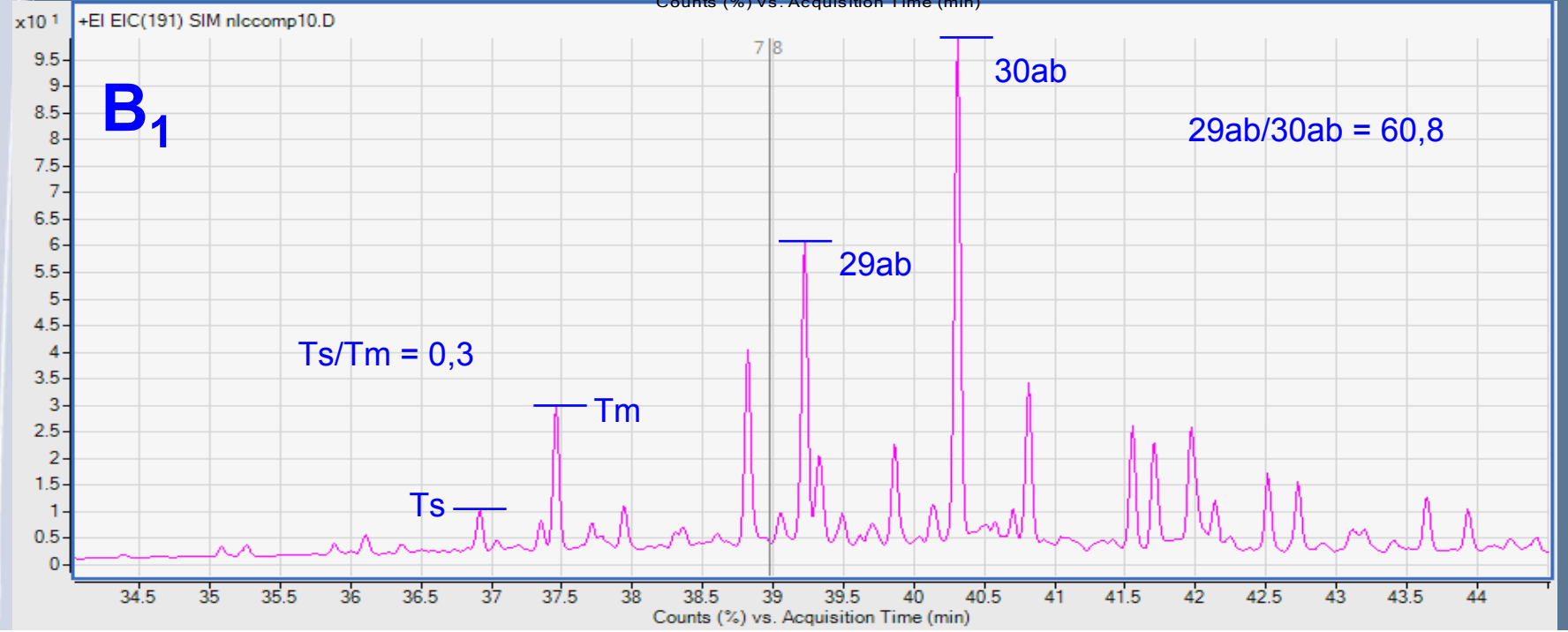
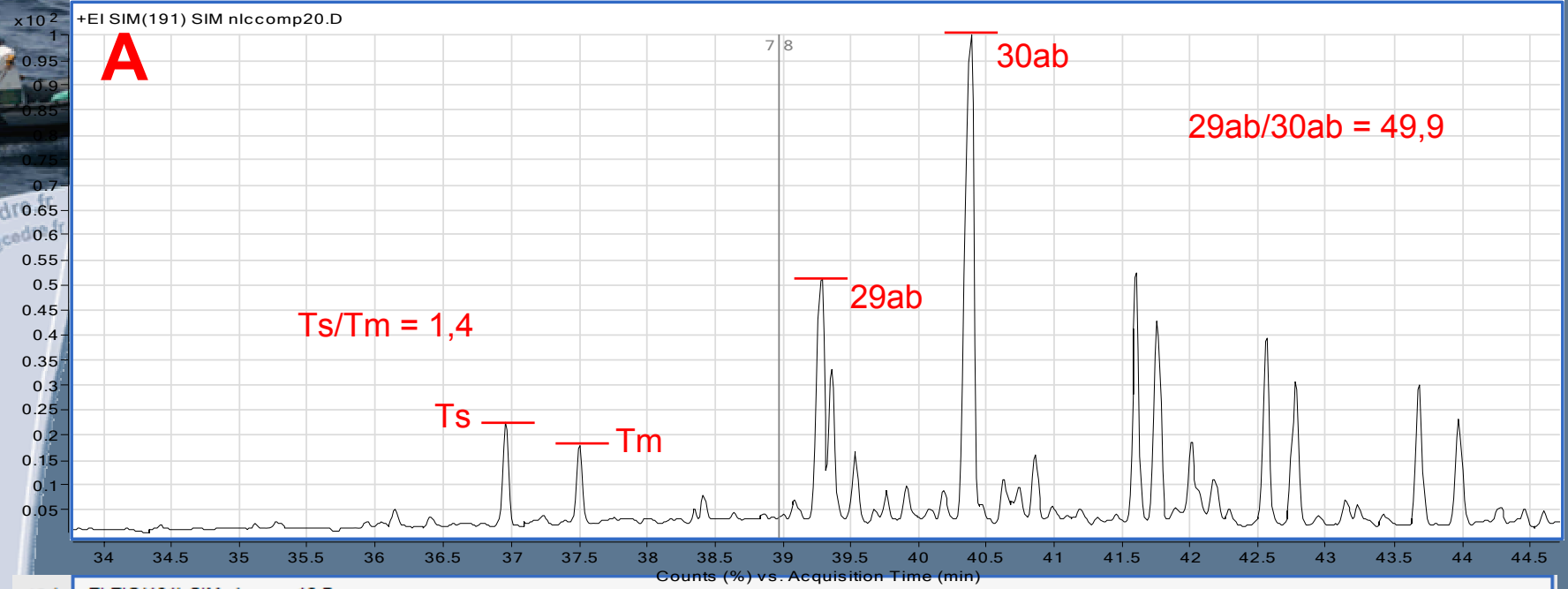
A : échantillon prélevé dans l'environnement

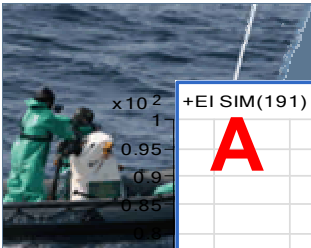


B₁, B₂ : source de contamination ?

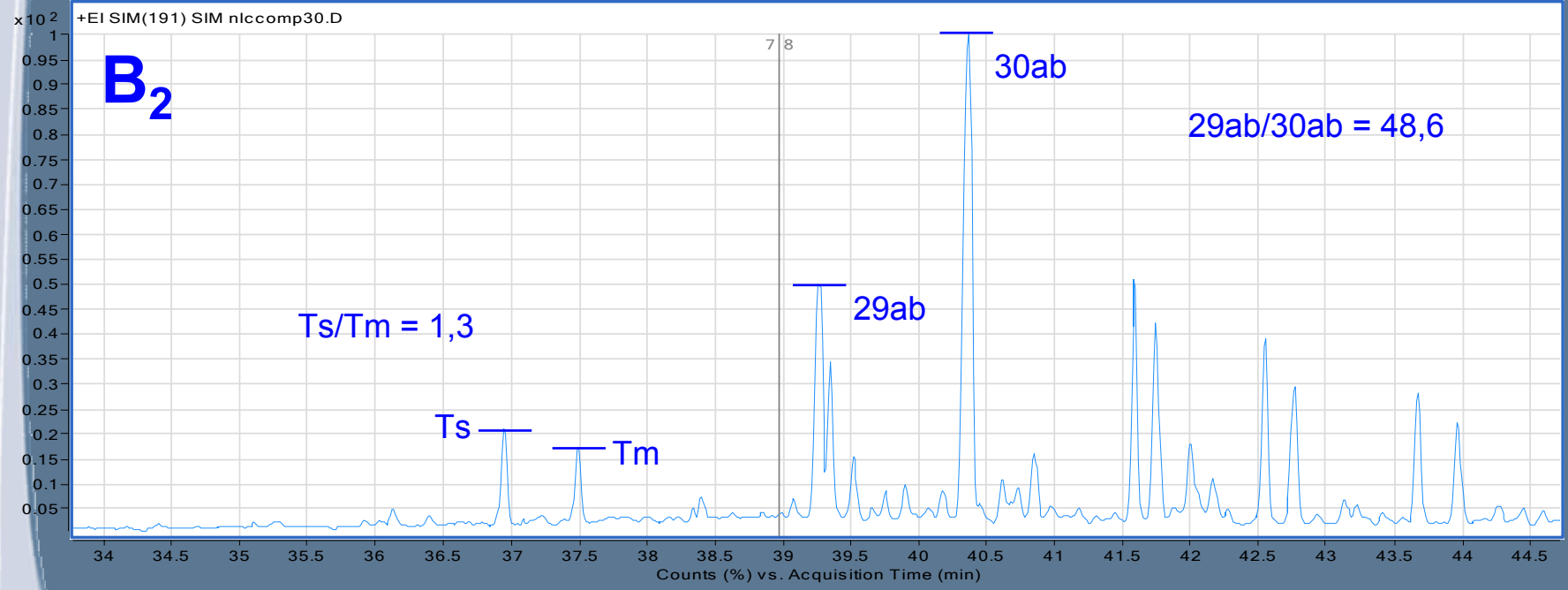
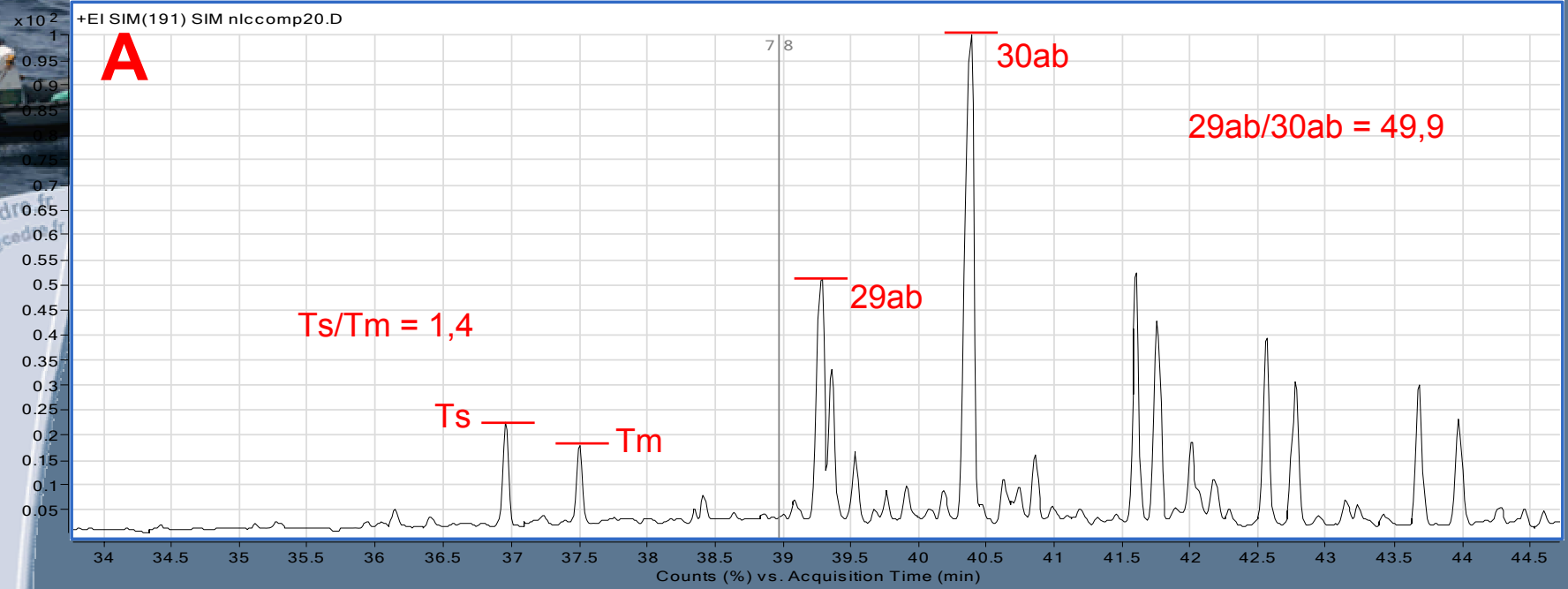


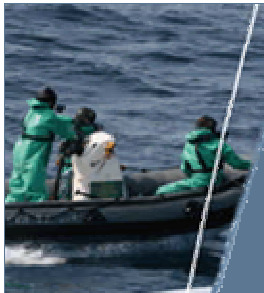
www.cedre.fr
contact@cedre.fr





www.cedre.fr
contact@cedre.fr





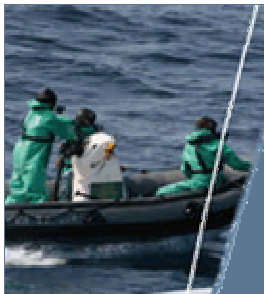
www.cedre.fr
contact@cedre.fr

Comparaison des rapports

A \neq **B₁** mais **A** = **B₂** ?

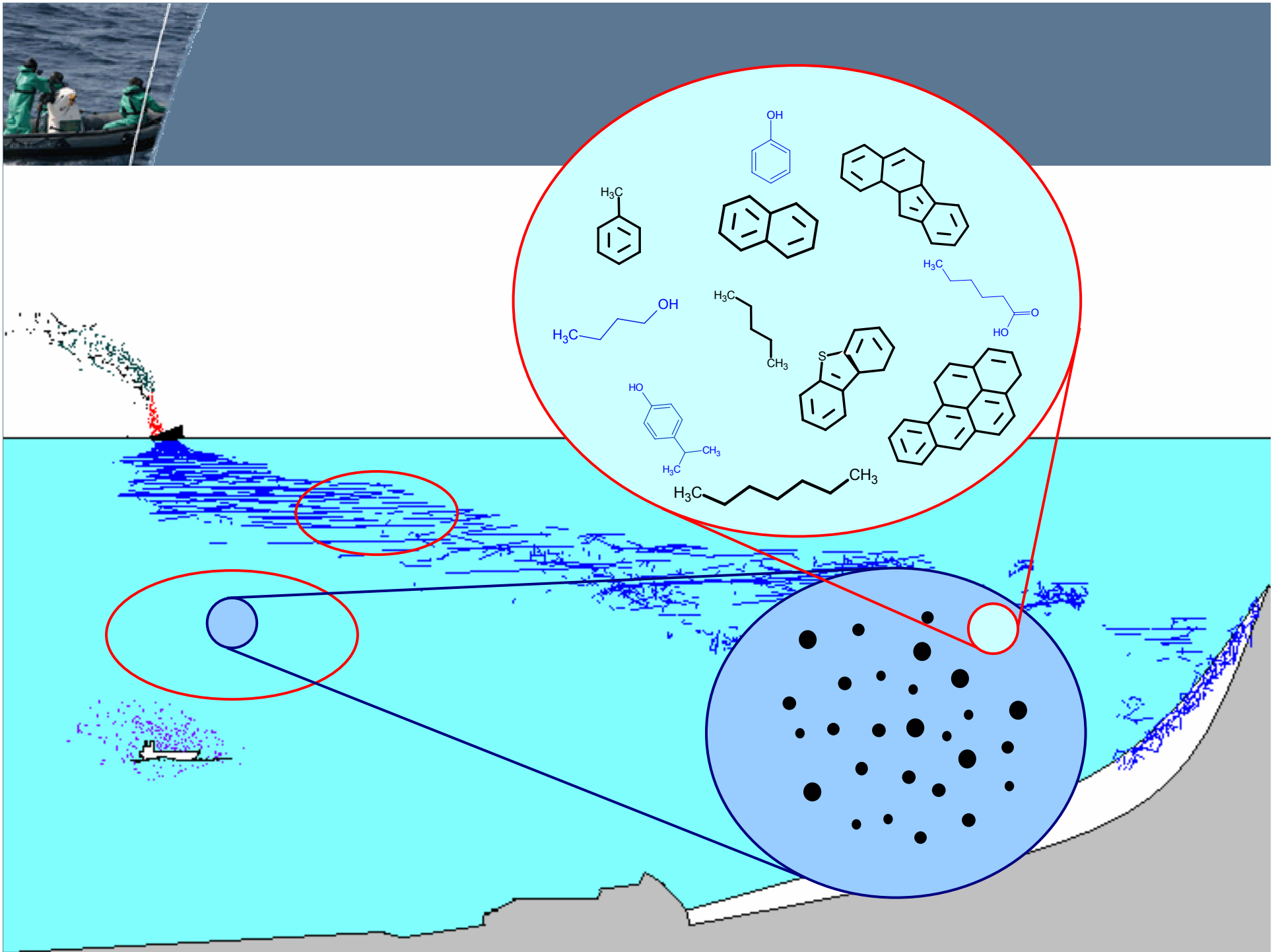
Ts/Tm 1,4 \approx 1,3 ?
29ab/30ab 49,9 \approx 48,6

Exercices d'intercomparaison 2010

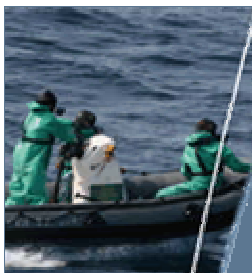


www.cedre.fr
contact@cedre.fr

Analyse des échantillons d'eau par **Stir Bar Sorptive Extraction** et analyse GC/MS



Protocole des analyses par SBSE



www.cedre.fr
contact@cedre.fr



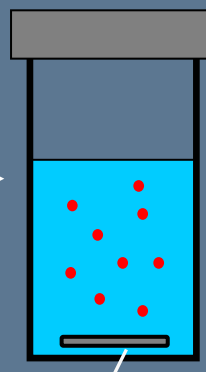
Protocole des analyses par SBSE

www.cedre.fr
contact@cedre.fr



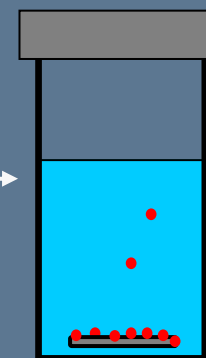
Addition des étalons internes dans
approximativement 10% MeOH

Introduction
du barreau



Barreau magnétique

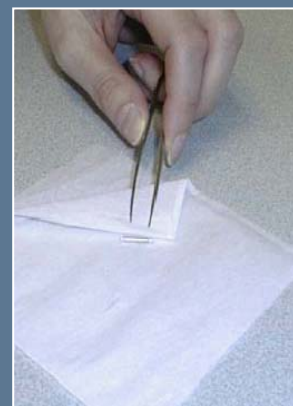
Agitation



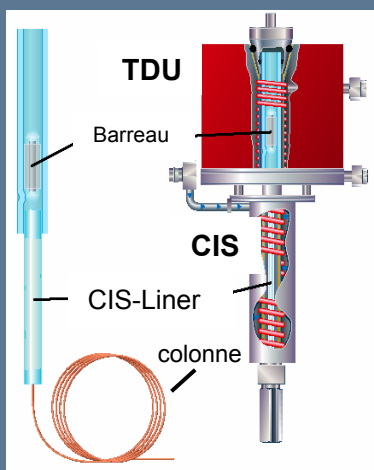
Récupération
du barreau



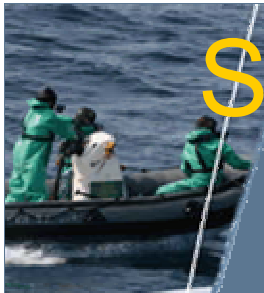
Séchage sur
papier



Désorption thermique
et analyse par GC-MS



SBSE appliquée aux hydrocarbures



www.cedre.fr
contact@cedre.fr

Compounds	Abbreviation	US EPA list	Sulphur compounds	Other parent PAHs	Alkyl derivatives
Naphthalene	N	✓			
C ₁ -Naphthalene	N1				✓
C ₂ -Naphthalene	N2				✓
C ₃ -Naphthalene	N3				✓
Benzo(b)thiophene	BT		✓		
C ₁ -Benzothiophene	BT1				✓
C ₂ -Benzothiophene	BT2				✓
C ₃ -Benzothiophene	BT3				✓
Biphenyl	B			✓	
Acenaphthylene	ANY	✓			
Acenaphthene	ANA	✓			
Fluorene	F	✓			
C ₁ -Fluorene	F1				✓
C ₂ -Fluorene	F2				✓
C ₃ -Fluorene	F3				✓
Dibenzothiophene	D		✓		
C ₁ -Dibenzothiophene	D1				✓
C ₂ -Dibenzothiophene	D2				✓
C ₃ -Dibenzothiophene	D3				✓
Phenanthrene	P	✓			
Anthracene	A	✓			
C ₁ -Phenanthrene/Anthracene	P1				✓
C ₂ -Phenanthrene/Anthracene	P2				✓
C ₃ -Phenanthrene/Anthracene	P3				✓
Fluoranthene	FL	✓			
Pyrene	PY	✓			
C ₁ -Fluoranthene/Pyrene	FL1				✓
C ₂ -Fluoranthene/Pyrene	FL2				✓
C ₃ -Fluoranthene/Pyrene	FL3				✓
Chrysene	C	✓			
C ₁ -Chrysene	C1				✓
C ₂ -Chrysene	C2				✓
C ₃ -Chrysene	C3				✓
Benzo[a]anthracene	BA	✓			
Benzo[b+k]fluoranthene	BBF+BKF	✓			
Benzo[e]pyrene	BEP			✓	
Benzo[a]pyrene	BAP	✓			
Perylene	PE			✓	
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	IN	✓			
Dibenz(a,h)anthracene	DBA	✓			
Benzo(g,h,i)perylene	BPE	✓			

41 molécules ou groupes de molécules

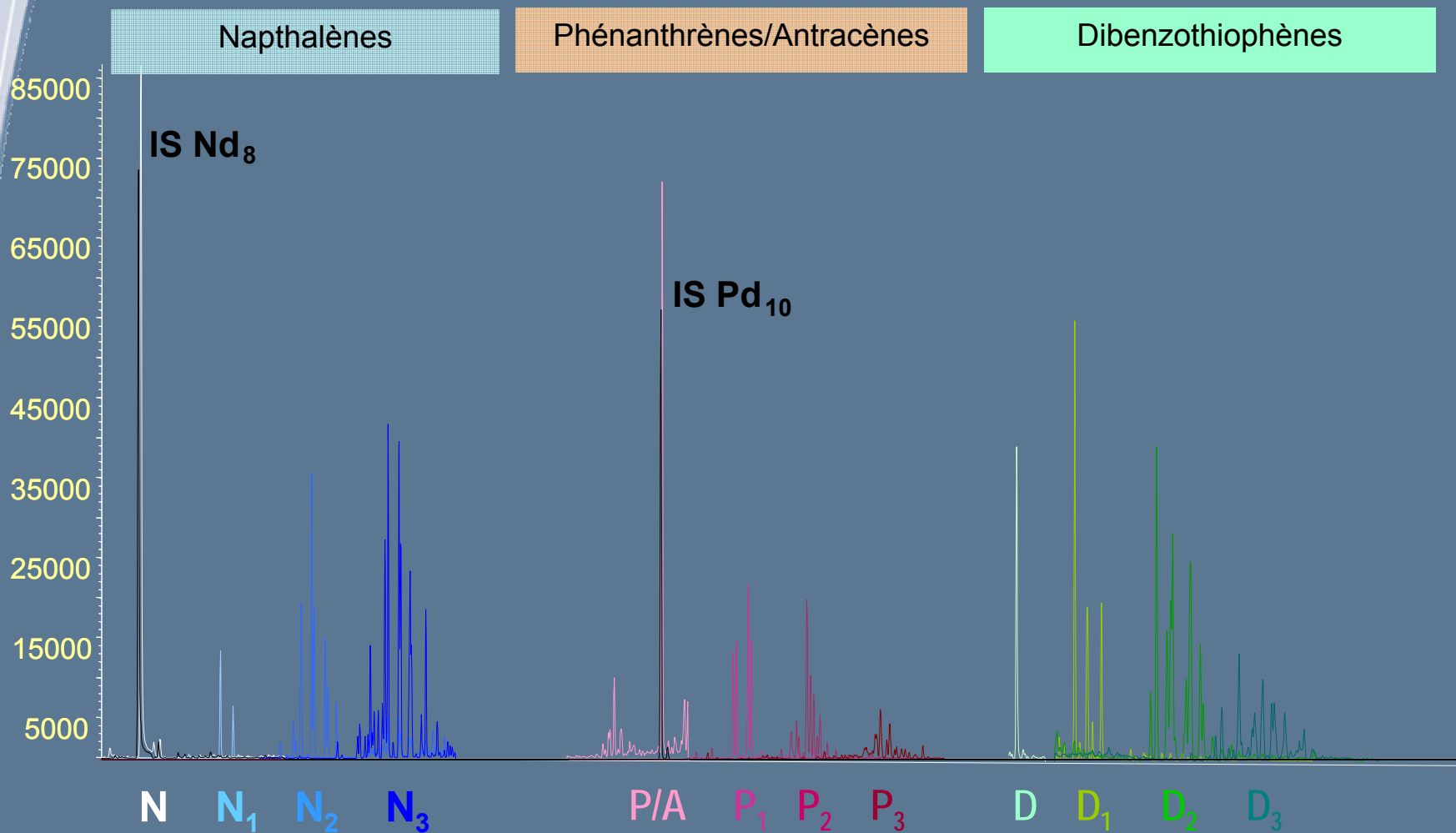
LOQ ≈ 1 ng/L pour chaque composé

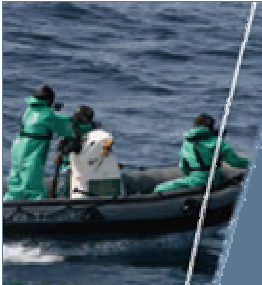
Etalons Internes :
HAPs perdeutérés

Exemple de chromatogramme GC/MS reconstruit

Méthode *HAPs parents et ramifiés*

www.cedre.fr
contact@cedre.fr

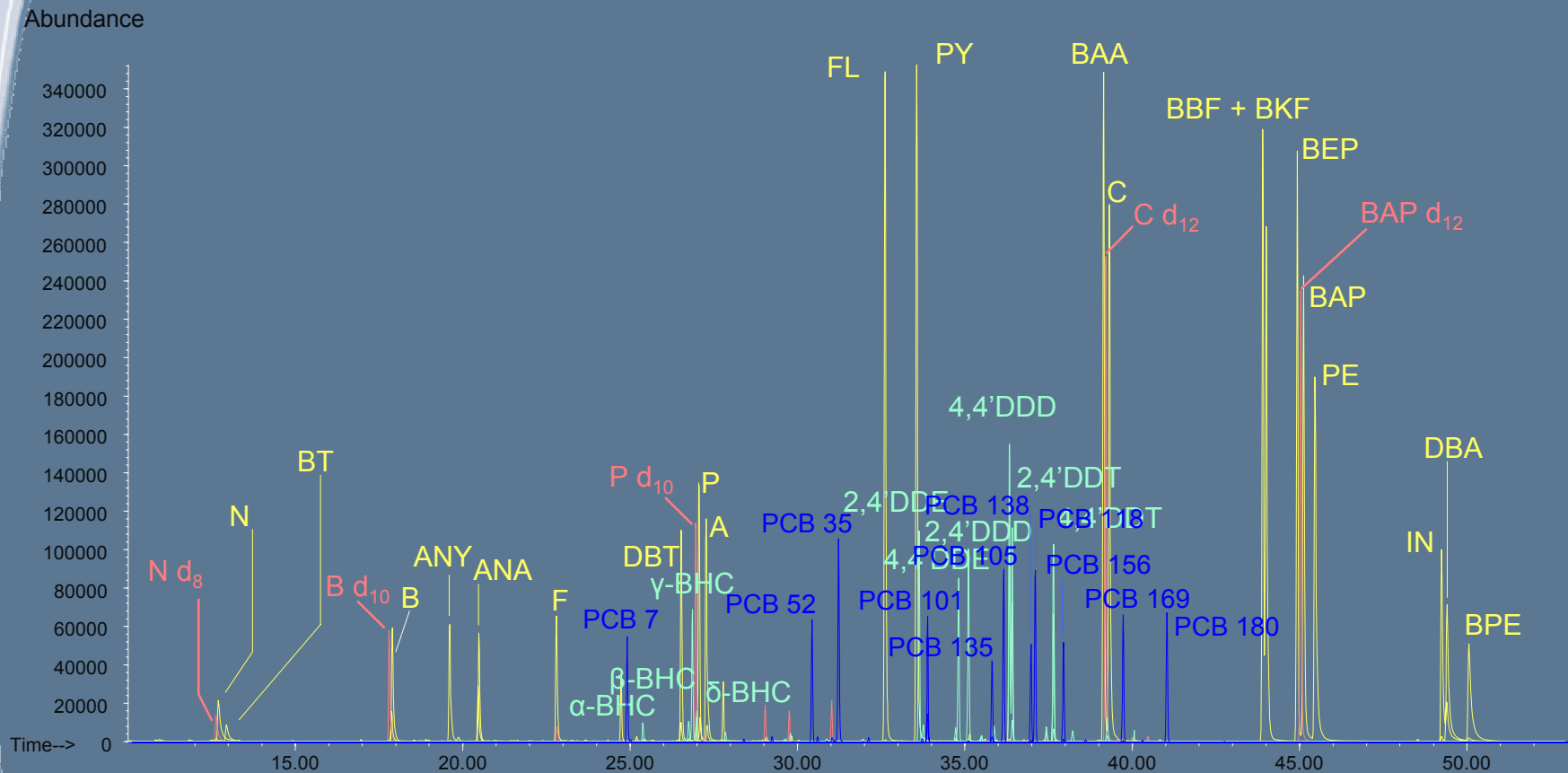




www.cedre.fr
contact@cedre.fr

Exemple de chromatogramme GC/MS reconstruit

Méthode HAPs parents, PCBs et pesticides



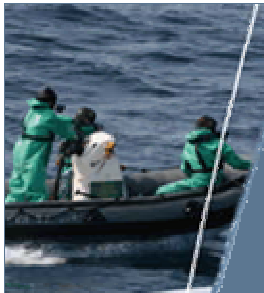
Limites de quantification

www.cedre.fr
contact@cedre.fr

HAPs	LOD (ng/L)	LOQ (ng/L)
Naphthalene	0,16	0,54
Benzothiophene	0,07	0,22
Biphenyle	0,06	0,20
Acenaphtylene	0,06	0,21
Acenaphtene	0,06	0,20
Fluorene	0,06	0,19
Dibenzothiophene	0,08	0,27
Phenantrene	0,08	0,28
Anthracene	0,06	0,21
Fluoranthene	0,07	0,24
Pyrene	0,07	0,23
Benzo[a]anthracene	0,06	0,21
Chrysene	0,06	0,21
Benzo[b+k]fluoranthene	0,36	1,22
Benzo[e]pyrene	0,06	0,20
Benzo[a]pyrene	0,06	0,19
Perylene	0,06	0,19
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	0,17	0,57
Benzo(g,h,i)perylene	0,16	0,52

PCBs	LOD	LOQ
PCB 7	0,13	0,44
PCB 28	0,06	0,21
PCB 35	0,06	0,21
PCB 52	0,06	0,20
PCB 101	0,09	0,31
PCB 105	0,13	0,44
PCB 118	0,14	0,48
PCB 135	0,14	0,48
PCB 138	0,20	0,66
PCB 153	0,21	0,72
PCB 156	0,27	0,91
PCB 180	0,35	1,17

Pesticides	LOD	LOQ
Alpha-BHC	0,07	0,24
β + γ -BHC	0,07	0,22
Delta-BHC	0,15	0,51
Aldrine	0,07	0,24
Isodrine	0,07	0,22
Endosulan	0,11	0,37
Dieldrine	0,11	0,37
Endrine	0,23	0,77
4,4'-DDT	0,20	0,67



www.cedre.fr
contact@cedre.fr

Conclusion & Perspectives

Méthode simple et sensible mais besoin de développements analytiques avant application sur le terrain ...

- Perspectives:
 - Méthode simplifiée à vocation opérationnelle (ajout des étalons directement sur les barreaux)
 - Dérivation *in situ* des composés polaires avant extraction (alkylphénols)
 - Extraction des monoaromatiques (BTEX)