



Plan mondial de surveillance des polluants organiques persistants

Protocole 2

Protocole d'Analyse des Polychlorobiphényles (PCB) et des Pesticides Organochlorés (OCP) dans le Lait Maternel, l'Air et le Sérum Humain

Novembre 2013



**Procédure d'Analyse des Polluants Organiques Persistants
dans les Matrices Environnementales et Humaines pour la
mise en œuvre du Plan Mondial de Suivi dans le cadre de la
Convention de Stockholm**

**Protocole2 :
Protocole d'Analyse des Polychlorobiphényles (PCB) et des Pesticides
Organochlorés (OCP) dans le Lait Maternel, l'Air et le Sérum Humain**

Service Substances Chimiques
Programme des Nations Unies pour l'Environnement (PNUE)
Economie Division

Genève

Novembre 2013

Le présent document a été élaboré par :

Institut pour les Etudes Environnementales
Université VU
De Boelelaan 1087
NL-1081HV Amsterdam
Pays-Bas

Pour :

Service Substances Chimiques
Economie Division
Programme des Nations Unies pour l'Environnement

Dans le cadre du projet "Mise en place d'Outils et Méthodes pour Inclure les Neufs Nouveaux Polluants Organiques Persistants (POP) dans le Plan Mondial de Suivi" Projet ID GFL 2328-2760-4B97 avec le soutien financier du Fond pour l'Environnement Mondial (GEF-FEM).

1 CHAMP D'APPLICATION

Le Plan Mondial de Suivi de la Convention de Stockholm fixe un cadre pour l'analyse des polluants organiques persistants (POP) ; à cet égard, les congénères recommandés pour l'analyse dans les matrices-clé sont répertoriés (voir chapitre 2 des "Directives sur le Plan Mondial de Suivi des polluants organiques persistants, PNUE 2013). Un protocole est nécessaire pour s'assurer que ces composés sont toujours correctement analysés par les différents laboratoires et toujours de la même façon. Pour favoriser l'analyse des POP dans les laboratoires dédiés, le Service Substances Chimiques de la Division de la Technologie, de l'Industrie et de l'Economie (DTIE) du Programme des Nations Unies pour l'Environnement (PNUE) développe des procédures standard pour l'analyse des POP, initiaux ou nouveaux.

Cette procédure est axée sur les polychlorobiphényles (PCB) et les pesticides organochlorés (OCP sigle anglais). Le protocole suivant décrit la méthode de préparation des échantillons, d'extraction, de purification et d'analyse de six indicateurs PCB et de plusieurs OCPs (Voir Tableau1) dans le lait maternel, le sérum humain et l'air.

Tableau1 : PCB et OCPs à analyser suivant le protocole sous-jacent

Numéro du congénère de PCB	Structure
28	2,2',4-trichlorobiphényle
52	2,2',5,5'-tétrachlorobiphényle
101	2,2',4,5,5'-pentachlorobiphényle
138	2,2',3,4',5,5'-hexachlorobiphényle
153	2,2',4,4',5,5'-hexachlorobiphényle
180	2,2',3,4,4',5,5'-heptachlorobiphényle

Pesticides (POP préexistants)	Pesticides (nouveaux POPs)
Aldrine	α -HCH
Chlordanes	β -HCH
<i>cis</i> -chlordane	Lindane (γ -HCH)
<i>trans</i> -chlordane	Endosulfan
<i>trans</i> -nonachlore	α -Endosulfan
Oxychlordane	β -Endosulfan
DDT	Sulfat'endosulfan
<i>o,p'</i> -DDD	Pentachlorobenzène
<i>p,p'</i> -DDD	
<i>p,p'</i> -DDE	
<i>o,p'</i> -DDE	
<i>o,p'</i> -DDT	
<i>p,p'</i> -DDT	
Dieldrine	
Endrine	
Heptachlore	
<i>cis</i> -Heptachloreépoxyde	
<i>trans</i> -Heptachloreépoxyde	
Hexachlorobenzène (HCB)	
Mirex	

Les pesticides POP suivants ne sont pas traités dans ce protocole car leur analyse requiert des moyens plus sophistiqués : le chlordécone et le toxaphène.

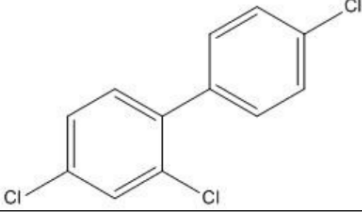
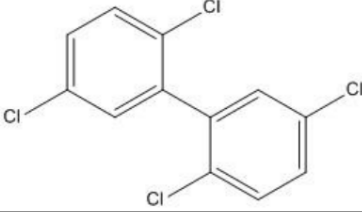
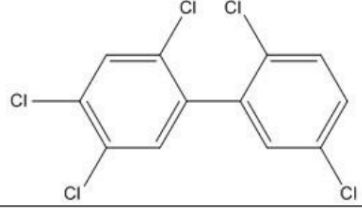
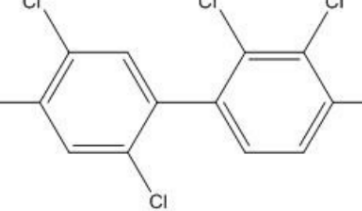
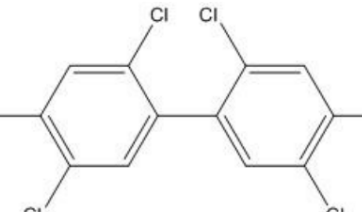
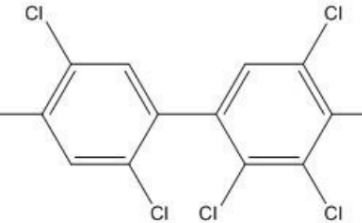
PCB 28	
PCB 52	
PCB 101	
PCB 138	
PCB 153	
PCB 180	

Figure 1 : Structures des six congénères d'indicateurs PCB

2 PRINCIPE

Tous les analytes concernés*i.e.*, six indicateurs PCB et OCP doivent être extraits de leurs matrices, car la plupart des composants matriciels interfèrent dans le résultat final. Les PCB et OCP peuvent être extraits : d'échantillons de lait humain par Extraction Liquide-Liquide (LLE sigle anglais), d'échantillons d'air (sur mousse de polyuréthane (PUFs)) par le procédé d'extraction Soxhlet, et d'échantillons de sérum humain par extraction en phase solide (SPE sigle anglais). La purification de tous les extraits peut être effectuée sur colonne Al_2O_3 , suivie d'un fractionnement sur colonne de silice désactivée à 1.5% (w/w) et/ou d'une purification sur colonne de silice acide. L'analyse instrumentale des extraits purifiés de tous les échantillons s'effectue par chromatographie en phase gazeuse associée à un détecteur à capture d'électrons (GC-ECD sigle anglais) avec un dispositif à double colonne. Tous les composés-cibles pourront par la suite être identifiés et quantifiés.

3 PRÉCAUTIONS

Avant de procéder à l'analyse et à la préparation des substances nécessaires, il est indispensable de prendre deux précautions.

1. La non-contamination des solvants et du matériel utilisés doit être vérifiée, afin de démontrer qu'ils ne contiennent aucune trace de PCB et OCP concernés.
2. Le présent protocole décrit l'analyse de PCB et OCP. Cependant, certains paramètres et conditions analytiques décrits par le protocole peuvent être modifiés, tout en obtenant les mêmes résultats. Dans le cas d'une modification du protocole, la méthode devra être intégralement optimisée et validée pour garantir la compatibilité des données.

4 MATÉRIEL ET RÉACTIFS

4.1 Matériel

Balance (précision 0.01 g)

Ballon Monocol (1 L)

Agitateur

Dessiccateur à Vide

Four (140 °C)

Éprouvettes de centrifugation en verre (10 ml et 25 ml)

Pipettes (100 μ L et 2 ml)

Verrerie Soxhlet et dispositif électrique de chauffage ou bain-marie

Echantillonneur passif pour disques PUF

Agitateur Vortex

Bain à ultrasons

Réfrigérateur (4 °C)

Centrifugeuse (3,000 tr/min)

Verrerie Kuderna-Danish (KD)

Tubes de récupération verre (10 ml, 20 ml et 30 ml)

Dispositif SPE

Colonne de verre, membrane de verre fritté 22 cm x 20 mm diamètre intérieur (di)

Colonne de verre pour gel de silice 15 cm longueur x 11 mm diamètre intérieur

Flacon verre pour chromatographie en phase gazeuse(2 ml)

Joint-Scellé, aluminium argenté 11 mm, PTFE/ garniture caoutchouc (les joint-scellés ne doivent pas contenir de soufre) Chromacol 9102013285

Boucheuse/Déboucheuse

Pipettes Capillaires en verre Pasteur

Colonne capillaire, CP-SIL-8CB (Agilent Chrompack CP8753), longueur 60 m, id 0.25 mm, épaisseur du film 0.25 µm

Colonne capillaire CP-SIL 19 CB (Agilent Chrompack CP8722), longueur 60m, id 0.25 mm, épaisseur du film 0.25 µm

4.2 Réactifs et substances chimiques

Eau, déminéralisée

Al₂O₃, MP Alumina B-Super I (EcoChrom), MP Biochemicals 04571, Eschwege, Allemagne,

Gel de silice 60 (0.063 mm-0.200 mm), Merck 1.07734, Darmstadt Allemagne

H₂SO₄, 95%-97%, Pro Analysis, Sigma Aldrich 30743, Steinheim, Allemagne

n-Hexane, Ultra Resi-Analyzed, J.T. Baker 9262, via Avantor Performance Materials B.V., Deventer, PaysBas

n-Pentane, Picograde, Promochem, SO-1282, via LGC Standards, Wesel, Allemagne

Iso-octane, suprasolve, produit Merck No 1.15440, Darmstadt, Allemagne

Stock PCB 103, Ultra Scientific RPC-040AS, 100 µg/ml en iso-octane, North Kingstown, Rhodelsland, États Unis

Stock PCB 198, Ultra Scientific RPC-075AS, 100 µg/ml en iso-octane, North Kingstown, Rhodelsland, États Unis

Etalon interne (I.S.) (PCB 103 + PCB 193) (125 ng/ml en iso-octane)

Acétone, Ultra Resi-Analyzed, no. 9254, J.T. Baker, Deventer, PaysBas

Etalon Interne I.S. (PCB 103 + PCB 193) (125 ng/ml en acétone)

Acide formique. 98-100%, Sigma Aldrich 27001, Steinheim, Allemagne

Disque PUF, 14 cm x 1.35 cm, surface 365 cm², masse 4.40 g, volume 207 cm³, Tisch Environmental, Cleves, OH, États Unis

Dichlorométhane (DCM), Picograde, Promochem SO-1185, via LGC Standards, Wesel, Allemagne

Héxane/ DCM (5 :1, v/v)

NaCl, Sigma Aldrich, S9625, Steinheim, Allemagne

Azote (gaz)

Toluène, pro analysis, analytical reagent grade, Fisher Chemical, Loughborough, Leicestershire, R.U.

Granules pour ébullition, lavés à l'acétone et toluène

CartouchesSPE :Oasis™HLB (500 mg/6 ml), Waters 186000115, Milford Massachusetts ÉtatsUnis

Méthanol, HPLCgradient grade, J.T.Baker, Deventer, Pays Bas

Na₂SO₄ anhydre, pro analysis ;chauffé pendant 16h à 400 °C, Sigma Aldrich 71960, Steinheim, Allemagne

Éther diéthylique (DEE), pro analysis, Merck Emsure® 1.00921, Darmstadt, Allemagne

DEE en hexane (15%, v/v)

Laine de verre silanisée, J.T. Baker, Deventer, Pays Bas

Héxane/ DCM (4 :1, v/v)

Individueel PCB stock solutions, Ultra Scientific

PCB solution de calibration (0-250 ng/ml)

OCP solution de calibration(0-250 ng/ml), CustommadebyAccu Standard

4.3 Instrumentation

GC-ECD (sigle anglais), Agilent, Santa Clara, CA, États Unis GC : 6890.

Injecteur : 7683

ECD : G2397A (μ-ECD)

Logiciel d'acquisition, traitement des données et stockage, Chemstation Software : D.03.00.611, Agilent, Santa Clara, CA, États Unis

5 PREPARATION DE AL₂O₃, DE SILICE DESACTIVEE ET DE SILICE ACIDE

5.1 Préparation de Al₂O₃avec 8% d'eau

- Ajouter 8 g d'eau déminéraliséeà 92 g d'Al₂O₃ dans un ballon monocol. Utiliserune balance de précision ;
- Homogénéiser le mélange en agitant manuellementjusqu'à disparition de tout grumeau de plus d'1cm³ ;
- Ensuite, placerl'Al₂O₃dans un agitateur et agiter plusieurs heures ; puis
- Placer dans un dessiccateur toute la nuit (minimum!).

5.2 Préparation de silice désactivée avec 1.5% d'eau

- Introduire environ 0.5 kg de gel de silice dans un ballon ;
- Porter le gel de silice à 140 °C dans un four toute une nuit ;
- Laisser le gel de silice refroidir à température ambiante dans un dessiccateur ;
- Mélanger 1,5g d'eau déminéralisée à 98,5g de gel de silice ;
- Homogénéiser le mélange en agitant jusqu'à disparition de tout grumeau de plus d'1cm³ ;
- Ensuite, placer le gel de silice dans un agitateur et agiter plusieurs heures ; puis
- Placer dans un dessiccateur toute la nuit.

5.3 Préparation de silice acide (40% H₂SO₄ (m/m))

- Utiliser une balance de précision pour mélanger, dans un ballon d'1L, 200g de H₂SO₄ et 300 g de gel de silice ;
- Homogénéiser le mélange en agitant manuellement jusqu'à disparition de tout grumeau de plus d'1cm³ ;
- Ensuite, placer le gel de silice dans un agitateur et agiter plusieurs heures ; puis
- Placer dans un dessiccateur toute la nuit (minimum).

6 MÉTHODE

6.1 Préparation des échantillons

Note :L'ensemble de la verrerie doit être rincée à l'hexane ou au pentane avant utilisation !

6.1.1 LaitMaternel

- Homogénéiser les échantillons en agitant manuellement pendant 1 min ;
- Peser 5 ml de lait dans une éprouvette de centrifugation en verre (25 ml) ;
- Ajouter 100 µL d'étalon Interne (I.S.) (125 ng/ml en iso-octane) ;
- Ajouter 2 ml d'acide formique.

6.1.2 Air

Pour les échantillons d'air, des disques PUF sont utilisés

6.1.2.1 *Préparation du PUF*

- Nettoyage préalable d'un PUF :
 - Procéder à une extraction Soxhlet sur PUF à l'acétone (24 h), suivie d'une extraction à l'hexane (24 h) ;
 - Sécher le PUF et placer dans un dessiccateur (24 h).

6.1.2.2 *Echantillonnage de l'air :*

Placer un PUF dans un échantillonneur passif pendant trois mois sur un site d'échantillonnage en extérieur. Éviter toute éventuelle contamination liée au contact manuel (porter des gants), etc.

6.1.2.3 *Préparation des échantillons d'air :*

- Extraire le PUF de l'échantillonneur ; puis
- Placer 100 µL d'Etalon Interne I.S. (125ng/ml en iso-octane) sur le PUF

6.1.3 Sérumhumain

- Homogénéiser les échantillons de sérum humain (10 ml) en agitant manuellement pendant 1 min ;
- Peser 5 ml de sérum humain dans une éprouvette de centrifugation en verre (10 ml) ;
- Ajouter 100 µL d'Etalon Interne I.S. (125 ng/ml en iso-octane) ;
- Agiter les échantillons au vortex et soumettre à sonication pendant 20 min ;
- Conserver les échantillons toute la nuit au réfrigérateur ;
- Ajouter 1.5 ml d'acide formique et 2 ml d'eau déminéralisée à l'échantillon ; puis
- Agiter au vortex et soumettre à sonication pendant 20 min.

6.2 Extraction des échantillons

Note : L'ensemble de la verrerie doit être rincée à l'hexane ou au pentane avant utilisation!

6.2.1 LaitMaternel

L'extraction Liquide-Liquide (LLE sigle anglais) est utilisée pour l'extraction du lait maternel

- Ajouter 12 ml d'hexane/ DCM (5 :1, v/v) à l'échantillon ;
- Agiter manuellement et centrifuger pendant 10 min à 3000 tr/min ;
- Si des émulsions se forment entre les deux phases, ajouter une petite quantité de NaCl jusqu'à ce que les émulsions s'interrompent ; centrifuger quand cela est nécessaire ;
- Transférer la couche organique supérieure dans un tube de récupération en verre (30 ml) ;
- Reproduire l'extraction avec 12 ml d'hexane/ DCM (5 :1, v/v) ;
- Transférer la couche organique supérieure dans le même tube ;
- Ajouter 1 ml d'iso-octane à l'extrait ; puis
- Concentrer l'extrait à 1 ml au bain-marie (max 40 °C) sous un léger courant d'azote.

6.2.2 Air

- Découper le PUF en tronçon avec une paire de ciseaux propre ;
- Procéder à une extraction Soxhlet sur PUF avec DCM (12 h) ;
- Ajouter 1 ml d'iso-octane, et 2 granules pour ébullition dans le flacon KD ; puis
- Concentrer l'extrait à 1 ml en utilisant un évaporateur rotatif ou un KD. Dans le cas où un évaporateur rotatif est utilisé, s'assurer qu'il reste propre en rinçant méticuleusement le réfrigérant entre chaque échantillon.

6.2.3 Sérumhumain

L'extraction en phase solide (SPE) est utilisée pour l'extraction du sérum

- Installer une cartouche SPE dans le dispositif d'extraction en phase solide (SPE) ;
- Humidifier la cartouche SPE avec 5 ml de DCM avec un débit de 1.5 ml/min ;

- Conditionner la cartouche SPE avec 5 ml de méthanol suivis de 5 ml d'eau avec un débit de 1.5 ml/min ;
- Ajouter le prélèvement d'échantillon à la cartouche SPE avec un débit de 0.4 ml/min ;
- Humidifier la cartouche SPE avec 1 ml d'eau ;
- Sécher la cartouche sous courant d'azote à 20 psi pendant 10 min, puis centrifuger (15 min, 4000 tr/min) ;
- Eluer les PCB et OCPs de la cartouche dans un tube de récupération propre (20 ml) avec 5 ml d'hexane suivis de 3 ml de DCM ; puis
- Concentrer l'extrait à environ 1 ml au bain-marie (max 40 °C) sous courant d'azote.

6.3 Purification de l'échantillon

6.3.1 Lait humain, air, et sérum humain

La purification d'extraits d'échantillons de lait humain, d'air et de sérum humain comprend trois étapes. En premier lieu, les extraits doivent être purifiés à travers une colonne Al_2O_3 . La seconde étape implique le fractionnement sur colonne de silice désactivée à 1.5% (m/m). A l'issue de cette seconde étape les extraits doivent être analysés par GC-ECD (sigle anglais) pour les OCPs sensibles à l'oxydation (aldrine, dieldrine, endrine, α et β -endosulfan) ainsi que les α et β -époxyde d'heptachlore. Après analyse des extraits, une étape de purification supplémentaire peut être effectuée sur colonne de silice acide, en vue d'obtenir de meilleurs chromatogrammes pour les composés OCP.

6.3.1.1 *Purification à travers une colonne Al_2O_3*

- Préparer une colonne Al_2O_3 en remplissant une colonne de verre (avec une membrane de verre fritté) avec 15 g d' Al_2O_3 désactivé à 8% (voir paragraphe 5.1) suivi par 1 cm de Na_2SO_4 ;
- Soumettre la colonne à vibrations jusqu'à ce que la hauteur de colonne ne baisse plus ;
- Rincer la colonne avec 20 ml de pentane ;
- Présenter l'extrait d'échantillon en haut de la colonne ;
- Rincer le tube d'échantillon 3 fois avec 1 ml de pentane ;
- Placer un dispositif KD ou tout autre flacon sous la colonne ;
- Dès que la totalité de l'extrait est répandu dans la colonne, éluer les PCB et OCPs de la colonne avec 210 ml de pentane ;
- Ajouter 1 ml d'iso-octane, et 2 granules pour ébullition au dispositif KD ; puis
- Concentrer l'extrait à 1 ml en utilisant un évaporateur rotatif ou un KD.

6.3.1.2 *Fractionnement sur colonne de silice désactivée à 1.5% (m/m)*

- Préparer une colonne de silice désactivée à 1.5% (m/m) en remplissant une colonne de verre avec 1.8 g de silice désactivée avec 1.5% d'eau (voir paragraphe 5.2) suivi par 1 cm de Na_2SO_4 ;
- Soumettre la colonne à vibrations jusqu'à ce que la hauteur de colonne ne baisse plus ;
- Ajouter 6 ml d'hexane pour traiter la colonne ;
- Ajouter l'extrait d'échantillon à la colonne dès que le ménisque atteint la couche de Na_2SO_4 ;

- Placer un tube de récupération (20 ml) sous la colonne pour récupérer la fraction 1 :
 - Rincer le tube d'échantillon trois fois avec 1ml d'hexane et ajouter les à la colonne ;
 - Eluer avec 11 mld'hexane ;
- Placer un nouveau tube sous la colonne dès que l'hexanes'est répandu dans la colonnepour récupérer la fraction 2 :
 - Eluer avec 10 mlde DEE en hexane (15%, v/v) (suivi par 25 mlde DEE lorsque le β -endosulfandoit être analysé) ;
- Ajouter 1 mld'iso-octaneaux deux tubes ;
- Concentrer les extraits à 500 μ L au bain-marie (max 40 °C) sous courant d'azote ;puis
- Transférer les extraits dans un flacon GC (sigle anglais) puis analyseravec GC-ECD ou GC/MS.
 - La fraction 1 contient tout le PCB et les pesticides apolaires (Voir Annexe 1).
 - La fraction 2 contient les pesticides polaires (Voir Annexe 1).

6.3.1.3 Purification à travers une colonne de silice acide

Note :Avant purification sur colonne de silice acide, les extraits doivent être analysés pour lesOCPssensibles à l'oxydation (voir paragraphe 6.3).

- Préparerune colonne de silice acideen remplissant successivement une pipette pasteur en verreavec de la laine de verre, et 1 g de H₂SO₄-silice à 40% (voir paragraphe 5.1).
- Rincer la colonne avec 6 fois 1 mld'hexane/ DCM (4 :1, v/v) ;
- Présenter l'extrait d'échantillon en haut de la colonne ;
- Placerun tube de récupération (10 ml) sous la colonne ;
- Rincer le tube d'échantillon deux fois avec 0.5 mld'hexane/ DCM (4 :1, v/v) ;
- Eluer le PCB et lesOCPsde la colonne avec 2 mld'hexane/ DCM (4 :1, v/v) ;
- Ajouter 1 mld'iso-octaneau tube de récupération.
- Concentrer les extraits à 500 μ L au bain-marie (max 40 °C) sous courant d'azote ;puis
- Transférer les extraits dans un flacon GC en verreet analyser avec GC-ECD (voir paragraphe7).

7 ANALYSES INSTRUMENTALES

Veillez noter que le gradient et les paramètres ECD (sigle anglais) dépendent du système GC-ECD et du type de colonne utilisés. Ces paramètres doivent être optimisés en interne pour chaque équipement et colonne.

- Installer les colonnes d'analyse dans le GC ;
- Vérifier le dispositif en effectuant un rapport signal sur bruit par injection de solution d'étalonnage la moins concentrée ; en général un niveau de signal sur bruit (S/B) de 3 est recevable ;
- Définir une requête d'analyse dans le logiciel pour le PCB et les OCPs. Les paramètres pour la séparation et la détection GC-ECD sont donnés dans le Tableau 2 ;
- Disposer tous les flacons contenant les extraits, les blancs de procédure, et les solutions d'étalonnage sur le plateau de l'échantillonneur automatique ;
- Définir l'ordre de mesure à l'ordinateur, des solutions d'étalonnage, des échantillons, du blanc et des substances de référence dans un ordre aléatoire ; puis
- Démarrer l'acquisition.

Tableau 2 : Paramètres pour l'analyse de PCB et OCP sur dispositif GC-ECD double colonne

Colonne1 :	Colonne Capillaire CP-SIL 8 CB (AgilentChromoack CP8753), longueur 60 m, id 0.25 mm, film 0.25 µm
Colonne2 :	Colonne Capillaire CP-SIL 19 CB (AgilentChrompack CP8722), longueur 60m, id 0.25 mm, film 0.25 µm
Programme de température :	90 °C (3 min), 30 °C/min jusqu'à 200 °C (15 min), 5 °C/min jusqu'à 265 °C (5 min), 3 °C/min jusqu'à 275 °C (15 min). Temps Total = 58.00 min.
GazPorteur :	Helium gas
Débit de gaz :	1 ml/min
Volumed'injection :	1 µL
Températured'injection :*	80 °C (0.7 min), 12 °C/min jusqu'à 250 °C (4 min), 12 °C/min jusqu'à 350 °C (44 min) Temps de stabilisation : 0.1 min
Moded'injection :	PulséSans division
Pression de pulsion :	170 kPa
Temps de pulsion :	1.5 min
Débit de purge :	50 ml/min
Temps de purge :	1.4 min
Détecteur :	ECD (2x)
Débitgazd'appoint :	30 ml/min
Gazd'appoint :	N ₂

Tous les injecteurs ne sont pas aptes pour cette technique à froid-sans division. Dans ce cas appliquer une température fixe d'injection de 270 °C.

8 QUANTIFICATION

Pour l'identification et la quantification, des logiciels sont disponibles, tels que Chemstation, Totalchrom etc. Employer le logiciel pour identifier les pics-cible (sur les deux colonnes) des chromatogrammes GC-ECD en se basant sur le temps de rétention (RT sigle anglais) (voir Tableau 3 pour les temps de rétention du PCB et OCPs sur colonnes CP-SIL 8 CB et CP-SIL 19 CB).

Table 3 : Paramètres GC-ECD pour la séparation de PCB et OCP sur dispositif double colonne avec colonne CP-SIL 8 CB et colonne CP-SIL 19

Composé	RT (min) sur CP-SIL 8	RT (min) sur CP-SIL 19
PCB 28	20.267	21.624
PCB 52	22.003	23.327
PCB 103 (I.S.)	24.108	24.988
PCB 101	26.306	27.442
PCB 153	30.214	31.416
PCB 138	31.641	33.365
PCB 180	35.709	37.771
PCB 198 (I.S.)	38.250	39.572
Pentachlorobenzène	12.569	12.98
α -HCH	15.788	18.887
Hexachlorobenzène	16.297	16.871
β -HCH	16.938	24.571
γ -HCH	17.403	21.054
Heptachlore	21.235	22.278
Aldrine	23.047	23.712
PCB 103 I.S.	24.111	24.988
<i>cis</i> -Heptachloreépoxyde	24.939	26.995
Oxychlordane	25.013	26.312
<i>trans</i> -Chlordane	26.072	28.423
<i>o,p'</i> -DDE	26.18	27.542
α -Endosulfan	26.697	28.299
<i>cis</i> -Chlordane	26.785	28.763
<i>trans</i> -Nonachlore	27.025	28.845
<i>p,p'</i> -DDE	27.609	28.993
Dieldrine	27.883	29.947
<i>o,p'</i> -DDD	28.014	30.439
Endrine	28.876	31.025
<i>p,p'</i> -DDD	29.491	32.885
<i>o,p'</i> -DDT	29.717	31.258
<i>cis</i> -Nonachlore	29.862	33.471
Sulfate d'endosulfan	31.303	38.354
<i>p,p'</i> -DDT	31.371	33.968
Mirex	38.055	37.945
PCB 198 I.S.	38.255	39.572

I.S.:Etalon Interne

Le p,p'-DDT peut parfois s'avérer instable sur des colonnes de polarité plus élevée telles que les CPSil 19. Dans ce cas, la colonne de plus faible polarité doit être utilisée pour le dosage.

Utiliser la hauteur des pics associés aux solutions d'étalonnage pour tracer une courbe d'étalonnage de chaque composé ciblé. Comparer la hauteur et le temps de rétention associés à chaque pic de solution d'étalonnage avec ceux des échantillons et calculer les concentrations en PCB et OCP pour les deux colonnes. Des résultats des deux colonnes, la concentration la plus faible par composé sera utilisée pour les calculs ultérieurs, puisqu'il est admis que la valeur la plus élevée résulte de la coélution, impliquant une surévaluation de la concentration.

9 QA/QC

A des fins de contrôle de qualité, inclure un blanc, un échantillon double et un prélèvement de matériau de référence dans chaque série de 12 échantillons maximum. Participer aux études interlaboratoires (ILS sigle anglais) et analyser les matériaux de référence certifiés (CRMs) de façon régulière est fortement recommandé pour assurer la qualité des analyses.

10 RÉFÉRENCES

PNUE (2013) :Directives sur le Plan Mondial de Suivi pour les polluants organiques persistants. PNUE/POPS/COP.6/INF/31, 4 Février, accessible depuis www.pops.int

11 ANNEXE 1

Tableau4 : Fractionnement desOCPssur colonne de silice désactivée à 1.5% (m/m)

Fractionnement 1 (pesticidesapolaires)	Fractionnement 2 (pesticidespolaires)
o,p'-DDT (ca. 50%)	cis et trans-chlordane
HCB	Trans-nonachlore
Heptachlore (ca. 50%)	Oxychlordane
Mirex	o,p'-DDD
Pentachlorobenzène	p,p'-DDD
	o,p'-DDT (ca. 50%)
	p,p'-DDT
	o,p'-DDE
	p,p'-DDE
	Dieldrine
	Endrine
	α -and β -endosulfan
	α -HCH
	β -HCH
	γ -HCH
	α et β -heptachlore époxyde
	Heptachlore (ca. 50%)
	Sulfated'endosulfan

12 ANNEXE 2. CHROMATOGRAMMES DE COLONNES CPSIL8 ET CPSIL19

