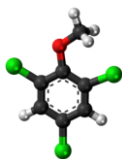


NOUVELLE METHODE ACCREDITEE POUR L'ANALYSE DES HALOANISOLES & HALOPHENOLS DANS LE BOIS DE CHENE



Introduction :

Depuis 2001 le laboratoire LEC propose à ses clients une technique exclusive pour l'analyse des Halo-Anisoles et des Halo-Phénols dans les solides par thermo-désorption directe d'échantillons dans un couplage chromatographie en phase gazeuse – détection de masse (TD-GCMS). Cependant, cette méthode pour laquelle nous avons obtenu l'accréditation COFRAC en 2006, a atteint ses limites et il nous est apparu nécessaire d'en développer une nouvelle plus performante.

Nous venons en effet d'obtenir l'accréditation COFRAC* pour une nouvelle méthode d'analyse basée sur le principe d'une double extraction de l'échantillon avant analyse par couplage chromatographie en phase gazeuse – détection de masse de dernière génération (DEX-GCMS).



Principales caractéristiques de la nouvelle méthode DEX-GCMS :

- Une sensibilité considérablement accrue : Les limites de quantification de la méthode DEX-GCMS sont particulièrement adaptées aux limites recommandées par la Fédération des Tonneliers de France (voir suite de ce document).
- La prise d'échantillon est nettement plus représentative avec cette nouvelle méthode : 2 g pour la DEX-GCMS contre 20 mg pour la TD-GCMS, soit un rapport 100.
- Une précision nettement améliorée du fait de l'utilisation d'étalon interne tout au long du traitement de l'échantillon alors que la méthode TD-GCMS repose sur un étalonnage externe.
- La méthode DEX-GCMS offre un potentiel d'évolution technique et instrumental que ne peut plus offrir l'ancienne méthode TD-GCMS.

Comparaison des performances des deux méthodes :

Les performances détaillées dans la suite de ce document ont été validées selon la norme NF-V03-110* révision mai 2010 et la résolution OIV-OENO 418-2013.

**Analyse des produits agricoles et alimentaires - Protocole de caractérisation en vue de la validation d'une méthode d'analyse quantitative par construction du profil d'exactitude*

➤ **LIMITES DE DETECTION ET DE QUANTIFICATION :**

Valeurs en µg/kg (eq. ng/g)	TD-GCMS		Dex-GCMS	
	Ld	Lq	Ld	Lq
TCA	0,5	1,5	0,1	0,3
6TeCA	0,5	1,5	0,1	0,3
TBA	0,5	1,5	0,2	0,6
5TeCA	0,5	1,5	0,1	0,3
PCA	0,5	1,5	0,1	0,3
TCP	1,0	3,0	0,1	0,3
TeCP	1,0	3,0	0,1	0,4
TBP	1,0	3,0	0,1	0,3
PCP	1,0	3,0	0,3	1,0

Définition pratique de la limite de détection (Ld) : Il s'agit de la limite à partir de laquelle une méthode d'analyse permet confirmer la présence d'un composé sans toutefois délivrer de valeur quantitative.

Définition pratique de la limite de quantification (Lq) : Il s'agit de la limite à partir de laquelle une méthode d'analyse peut délivrer une valeur quantitative avec une incertitude associée

On peut constater par exemple qu'avec un seuil recommandé dans le guide des bonnes pratiques de la tonnellerie à 0,6 µg/kg pour le TCA, la limite de quantification nouvelle méthode DEX-GCMS est nettement plus intéressante que celle de la TD-GCMS. Cette remarque s'applique à la totalité des contaminants couramment recherchés dans le bois.

➤ **DOMAINE D'APPLICATION :**

Valeurs en µg/kg (eq. ng/g)	TD-GCMS		Dex-GCMS	
	Min	Max	Min	Max
TCA	0,5	500,0	0,1	10,0
6TeCA	0,5	500,0	0,1	10,0
TBA	0,5	500,0	0,2	10,0
5TeCA	0,5	500,0	0,1	10,0
PCA	0,5	500,0	0,1	10,0
TCP	1,0	500,0	0,1	30,0
TeCP	1,0	500,0	0,1	30,0
TBP	1,0	500,0	0,1	30,0
PCP	1,0	500,0	0,3	30,0

La gamme de mesure de la nouvelle méthode est plus restreinte que l'ancienne, ce qui la destine plus spécifiquement à l'analyse des contaminants dans les bois destinés au contact avec le vin.

Rappel de molécules concernées par les deux méthodes :

Nom abrégé	Nom Complet	Type
TCA	2,4,6-trichloroanisole	Halo-Anisole
TCP	2,4,6-trichlorophénol	Halo-Phénol
TBA	2,4,6-tribromoanisole	Halo-Anisole
TBP	2,4,6-tribromophénol	Halo-Phénol
5TeCA	2,3,4,5-tétrachloroanisole	Halo-Anisole
6TECA	2,3,4,6-tétrachloroanisole	Halo-Anisole
6TECP	2,3,4,6-tétrachlorophénol	Halo-Phénol
PCA	Pentachloroanisole	Halo-Anisole
PCP	Pentachlorophénol	Halo-Phénol



*Accréditation N° 1-0769
Portée disponible sur www.cofrac.fr



130, rue Jules Brisson – 161 00 COGNAC – Tel : 05 45 82 49 54 – Fax : 05 45 82 52 06 – e-mail : contact@lec-cognac.fr