



FICHE TECHNIQUE DE LA NOUVELLE METHODE LEC POUR L'ANALYSE DES HALOANISOLES & HALOPHENOLS DANS LES SPIRITUEUX



Introduction :

Les contaminants HaloAnisoles/Phénols générateurs bien connus de déviations organoleptiques font l'objet d'une surveillance intensive de la part des tonneliers et des producteurs de vin. Très impliqué dans l'analyse de ces contaminants depuis plus de 15 ans, notre laboratoire est de plus en plus sollicité par les producteurs de spiritueux pour réaliser cette prestation.

Jusqu'à présent, nous utilisons la méthode développée pour les vins, matrice pour laquelle nous disposons de l'accréditation COFRAC sur les HaloAnisoles. Cependant, la concentration en alcool et surtout la présence de grandes quantités d'esters d'acides gras* perturbent grandement l'extraction par SBSE⁽¹⁾. Nous avons donc mis au point et validé une méthode spécifique à la matrice spiritueuse dont les performances sont synthétisées dans ce document.

**Cette famille de molécule présente des coefficients de partage octanol/eau très proches de ceux des Halophénols/Anisoles. Au cours des étapes d'extractions-concentrations les esters présents à des concentrations de l'ordre du ppm rentrent en compétitions avec les contaminants recherchés à des niveaux de l'ordre du ppt.*

Performances de la méthode :

Ces performances ont été validées selon la norme NF-V03-110* révision mai 2010.

**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 :**

ng/L	Ld	Lq
TCA	10	30
6TeCA	10	30
TBA	10	30
5TeCA	8	25
PCA	10	30
TCP	10	30
TeCP	13	40
TBP	10	30
PCP	10	30

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

➤ **INCERTITUDES DE MESURE :**

Définition normalisée de l'incertitude : « Paramètre associé à une mesure ou un résultat pour caractériser la dispersion raisonnable que l'on peut lui associer ». En pratique, la précision d'une mesure ne pouvant pas être infinie, il s'agit de l'intervalle dans lequel se situe très probablement la valeur vraie du paramètre étudié.

TCA	[Lq-170 ng/L] : +/- 30%	[170-560 ng/L] : +/- 15 %
6TeCA	[Lq-150 ng/L] : +/- 30%	[150-475 ng/L] : +/- 20%
TBA	[Lq-50 ng/L] : +/-25%	[50-500 ng/L] : +/- 15 %
5TeCA	[Lq-140 ng/L] : +/- 25%	[140-415 ng/L] : +/- 20%
PCA	[Lq-60 ng/L] : +/-35%	[60-500 ng/L] : +/- 25 %
TCP	[Lq-475 ng/L] : +/- 35 %	
TeCP	[Lq-220 ng/L] : +/-35%	[220-650 ng/L] : +/- 20 %
TBP	[Lq-670 ng/L] : +/- 45%	[170-500 ng/L] : +/- 25%
PCP	[Lq-130 ng/L] : +/-30%	[130-520 ng/L] : +/- 20 %

➤ **DOMAINE DE MESURE ET EXIGENCES REQUISES POUR L'ECHANTILLON :**

ng/L	Min	Max
TCA	30	560
6TeCA	30	475
TBA	30	500
5TeCA	25	415
PCA	30	500
TCP	30	475
TeCP	40	650
TBP	30	500
PCP	30	520

La prise d'essai pour l'analyse étant de 10 mL, le minimum d'échantillon requis est de 30 mL en flacon neuf préalablement conditionné ou rincé avec le liquide échantillonné. Une feuille d'aluminium doit être insérée entre le col du flacon et la capsule plastique afin d'éviter tout contact avec des matériaux polymère.

Sur demande, nous pouvons fournir des flacons de prélèvement préalablement conditionnés à haute température.

Rappel de molécules concernées par la méthode :



(1) SBSE : Stir Bar Sorptive Extraction (<http://www.gerstel.com/en/twister-stir-bar-sorptive-extraction.htm>)

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

