

UNIVERSITE DE PAU ET DES PAYS DE L'ADOUR  
FACULTE DES SCIENCES  
LABORATOIRE DE CHIMIE ANALYTIQUE

QUATRIEME RAPPORT INTERMEDIAIRE



**DOSAGE DES ORGANOETAINS  
PAR ETHYLATION EN PHASE AQUEUSE ET GC-FPD  
APPLICATION A L'ANALYSE DE LA BIOMASSE**

*CONTRAT*

*AGENCE DE L'EAU RHIN-MEUSE /LABORATOIRE DE CHIMIE ANALYTIQUE*

Mars 1996

Catherine CARLIER-PINASSEAU



DOSAGE DES ORGANOETAINS  
PAR ETHYLATION EN PHASE AQUEUSE ET GC-FPD  
APPLICATION A L'ANALYSE DE LA BIOMASSE

SOMMAIRE	1
INTRODUCTION GENERALE	4
1. DETERMINATION OF BUTYL- AND PHENYL TIN COMPOUNDS IN BIOLOGICAL MATERIAL BY GC-FPD AFTER $\text{NaBEt}_4$ ETHYLATION : <i>publication</i>	5
ABSTRACT	5
INTRODUCTION	6
EXPERIMENTAL	7
Apparatus	7
Reagents	7
Samples	8
Spiking process and storage	8
Extraction and analytical procedure	9
Extraction	9
Derivatization and analysis	9

RESULTS AND DISCUSSION	10
Extraction	10
Procedures	10
Recovery	11
Analytical procedure performances	12
Applications	12
NIES fish tissue	12
Dreissena Polymorpha mussels from Zurich Lake	13
CONCLUSION	14
Aknowledgements	14
REFERENCES	15
Caption of figures	17
Figure 1	18
Figure 2	19
Table 1	20
Table II	21
Table III	22
Table IV	23
Table V	24

<b>2. DOSAGE DES BUTYL- ET PHENYLETAINS DANS DES ECHANTILLONS DU RHIN ET DE LA MOSELLE</b>	25
2.1 Protocole analytique	25
2.1.1 Prétraitement	25
2.1.2 Analyse	26
2.2 Résultats	26
2.2.1 Gardons de la Moselle	26
2.2.2 Gardons du Rhin	26
2.2.3 Brochet du Rhin	27
2.3 Conclusion	27
<b>CONCLUSION GENERALE</b>	29

## INTRODUCTION GENERALE

Au cours des dernières décennies, les organoétains ont été largement utilisés pour leurs propriétés biocides. Les composés les plus employés, le tributylétain (TBT) et le triphénylétain (TPhT), ont été reconnus comme toxiques. Leur impact sur la faune aquatique a été vérifié : les organoétains sont facilement adsorbés sur les particules en suspension ou absorbés par la biomasse. Les organismes vivants jouent ainsi un rôle d'accumulateur, ce qui peut engendrer un transfert direct dans la chaîne alimentaire.

Pour toutes ces raisons, il est important de savoir doser simultanément les composés butylés et les composés phénylés dans la biomasse. C'est pourquoi ce travail consiste en une mise au point d'une technique d'analyse complète des organoétains dans la biomasse. Il a fait l'objet d'une publication soumise au *Journal of Chromatography* et présentée dans la première partie de ce rapport. La deuxième partie est l'application de la méthode optimisée à des échantillons naturels.

## CONCLUSION GENERALE

La capacité de bioaccumulation des organoétains par les organismes aquatiques peut constituer un danger pour la santé humaine, dans la mesure où il s'agit de produits de consommation alimentaire. D'une manière générale, il est intéressant de pouvoir évaluer les concentrations en organoétains dans la biomasse.

La mise au point du dosage des butyl- et phénylétains dans les matériaux biologiques est soumise à de nombreux paramètres, en amont de la détermination analytique ou pendant celle-ci. La préparation des échantillons doit être réalisée avec soin ; le procédé d'extraction doit être quantitatif et respecter la spéciation des composés.

Après avoir testé différents types d'extraction, nous avons retenu le procédé utilisant une solution méthanolique d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l. Il permet d'atteindre quantitativement les butyl- et les phénylétains sans induire de dégradation. De plus il est directement compatible avec la méthode analytique : éthylation par  $\text{NaBEt}_4$  / GC-FPD.

La méthode de spéciation ainsi définie est satisfaisante du point de vue de la sensibilité et de la reproductibilité. La validation de la technique a été effectuée par l'analyse comparée de divers échantillons. La méthode analytique a enfin pu être appliquée en routine pour la détermination des organoétains dans des échantillons envoyés par l'Agence de l'Eau Rhin-Meuse