

COMPTE RENDU D'ANALYSE

Dosage d'Acrylamide dans des hydro rétenteurs

IDENTIFICATION CLIENT

Destinataire	Monsieur Michel-Paul CORREA
Raison sociale	GREEN SOLUTIONS
Adresse	821, Chemin des clapiers 83220 Le Pradet - FRANCE
Tél	06 44 83 55 09
Email	mpcinternat@gmail.com

IDENTIFICATION DOCUMENTS

Référence du rapport	CRPX2412327
Commande	DPX2410547 signé
Affaire	-
Devis associé	DPX2410547
Documents associés	-
Date du rapport	13/12/2024
Opérateurs	Agathe DELBECQ – Charlotte TONIAL
Approbateur	Lionel PANAIVA

Système de management de la Qualité certifié ISO 9001:2015

La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Toute modification ou falsification du rapport est strictement interdite et fera l'objet de poursuites judiciaires prévues par la loi. Les résultats mentionnés ne sont applicables qu'aux objets soumis aux essais.

SOMMAIRE

1. DESCRIPTION DES ECHANTILLONS	3
2. DESCRIPTION DES ANALYSES	3
2.1. Objectif des analyses	3
2.2. Analyse par UPLC/TOF-MS	3
2.2.1. Paramètres du système	3
2.2.2. Paramètres chromatographiques	3
2.2.3. Principe de l'analyse	3
2.2.4. Préparation des échantillons	4
2.2.5. Calibration du système	4
2.3 Analyse structurelle par Pyrolyse/GCMS	4
2.3.1. Paramètres du système	4
2.3.2. Principe de l'analyse	4
2.3.3. Préparation des échantillons	5
2.4. Analyse structurelle par IRTF	5
2.4.1. Paramètres du système	5
2.4.2. Principe de l'analyse	5
2.4.3. Préparation des échantillons	5
3. DOCUMENTS RESULTATS	5
Annexe 1 : Chromatogrammes UPLC/TOF-MS de l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990)	5
Annexe 2 : Chromatogramme Py/GCMS de l'échantillon « ECOSORB » - (PX24-990)	5
Annexe 3 : Spectre IRTF de l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990)	5
4. RESULTATS D'ANALYSE	6
4.1. Résultats d'analyse par UPLC/TOF-MS de l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990) – (cf. Annexe 1)	6
4.2. Résultats d'analyse par Pyrolyse/GCMS de l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990) – (cf. Annexe 2)	6
4.3. Résultats d'analyse par IRTF de l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990) – (cf. Annexe 3)	7
5. CONCLUSION	8

1. DESCRIPTION DES ECHANTILLONS

Echantillon Réf. GREEN SOLUTIONS	Echantillon Réf. Polymex	Date d'arrivée	Aspect	Analyse
ECOSORB	PX24-990	19/11/2024	Blend polymère / mais	UPLC/TOF-MS quanti 1 cible + GCMS Pyrolyse + IRTF

Tab.1. Description des échantillons.



Fig.1. Aspect des échantillons

2. DESCRIPTION DES ANALYSES

2.1. Objectif des analyses

Le but de ces analyses est de doser l'*Acrylamide* [79-06-1] dans un échantillon par UPLC/TOF-MS ainsi que d'identifier la matrice polymérique de cet échantillon par Pyrolyse/GCMS et par IRTF.

2.2. Analyse par UPLC/TOF-MS

2.2.1. Paramètres du système

Système UPLC : Altus UPLC A-30 (Perkin®)
DéTECTEUR TOF-MS : Axion TOF 2 (Perkin®) mode ESI+
Colonne : Hypercarb 3 mm x 100 mm ; 5 µm
Projet LC : GREEN SOLUTIONS Dec24.pro



Fig.2. Altus UPLC A-30 / Axion TOF 2 - Perkin Elmer

2.2.2. Paramètres chromatographiques

Température four colonne : 50°C
Volume d'injection : 2 µL d'échantillon.
Gradient : Isocratique (30 % MeOH / 70 % H2O + 0.1% acide formique)
Débit : 0.3 (mL/min)

2.2.3. Principe de l'analyse

Lors de l'injection dans le système UPLC, toutes les molécules organiques semi-volatiles vont être séparées par la colonne chromatographique puis ionisées avec 1 mode ESI (+) et enfin détectées par le détecteur TOF-MS.

2.2.4. Préparation des échantillons

Les échantillons ont été broyés finement et réduits en poudres. Puis, une quantité connue d'échantillon a été prélevée et extraite dans du Méthanol au moyens d'ultrasons. Les extraits récoltés ont ensuite été filtrés sur papier filtre, puis à l'aide d'un filtre seringue PTFE 0.22 µm avant d'être dilué puis injectés en UPLC/TOF-MS. Les préparations ont été doublées.

2.2.5. Calibration du système

Principe : Calibration externe par ESTD et ISTD

Nom	Dénomination	CAS	Concentration dans les solutions étalons (µg/mL)	LOQ Analytique (µg/mL)	LOQ dans l'échantillon (µg/g)
Acrylamide	ESTD	79-06-1	0.19 ; 0.39 ; 0.77 ; 1.55 ; 1.94	0.19	3.0
Caprolactam	ISTD	105-60-2	1.06	-	-

Tab.2. Calibration externe par ESTD et ISTD.

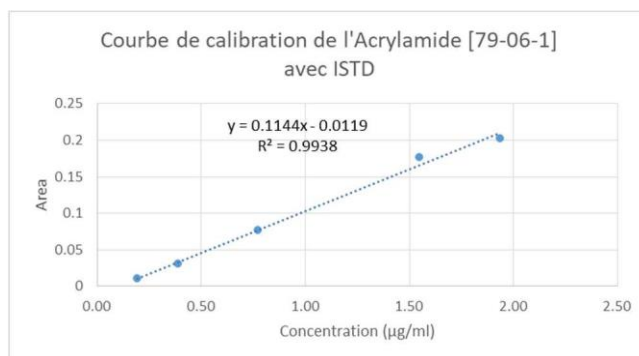


Fig.3. Droite de calibration

2.3 Analyse structurale par Pyrolyse/GCMS

2.3.1. Paramètres du système

Chromatographe : Perkin Elmer Clarus 580
 Spectromètre de masse : Perkin Elmer Clarus 560 S
 Pyrolyseur : SGE – Pyrojector Mk II
 Colonne : Elite-5MS (capillaire, méthyl-silicone greffée 5%. PH ME siloxane), 40 m x 0,18 mm x 0.18 µm.
 Injection : env. 0.1-5 mg – Solvent delay: 0', injecteur en mode fuite 10.
 Projet MS : CDB Nov24.pro
 Méthode : Pyrolyse.mth



Fig.4. Couplage Pyrolyse/GCMS

2.3.2. Principe de l'analyse

L'échantillon a été placé dans l'insert de la probe du pyrojecteur et chauffé à 550°C. Instantanément, cela occasionne la fragmentation de certaines macromolécules (polymères) et la volatilisation simple des molécules organiques (adjuvants, solvants, monomères résiduels, pollution...) présentes dans l'échantillon. Tous ces fragments pyrolytiques et toutes ces molécules volatilisées vont être séparés par la colonne chromatographique, puis identifiés par le détecteur MS (spectrométrie de masse). La reconnaissance de

fragments pyrolytiques « traceurs » et la comparaison à ceux obtenus avec des matrices connues permet l'identification certaine de la (ou des) matrice(s) polymérique(s) de l'échantillon.

2.3.3. Préparation des échantillons

L'échantillon a été analysé brut.

2.4. Analyse structurale par IRTF

2.4.1. Paramètres du système

Spectromètre : Perkin Elmer Spectrum 100
DéTECTEUR : DTGS
Résolution : 4 cm^{-1}
Nombre de scans : 10
Vitesse miroir : 0.20 cm/s
Echantillon : Brut



Fig.5. Perkin Elmer Spectrum 100

2.4.2. Principe de l'analyse

Cette analyse spectrale permet de connaître la nature des liaisons covalentes présentes dans l'échantillon. Chacune d'entre elles (par exemple carbone-oxygène) va se caractériser par une ou plusieurs bandes sur le spectre IRTF obtenu. L'interprétation de ces bandes par rapport à leur intensité, leur longueur d'onde (...) ainsi que la comparaison avec une bibliothèque de spectres de référence (plus de 15 800 spectres), va permettre de mettre en évidence au moins la famille chimique (ester, acide, uréthane...) et bien souvent la nature exacte du composé analysé.

2.4.3. Préparation des échantillons

L'analyse IRTF a été réalisée sur l'échantillon brut.

3. DOCUMENTS RESULTATS

Annexe 1 : Chromatogrammes UPLC/TOF-MS de l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990)

Annexe 2 : Chromatogramme Py/GCMS de l'échantillon « ECOSORB » - (PX24-990) Annexe 3 :

Spectre IRTF de l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990)

4. RESULTATS D'ANALYSE

4.1. Résultats d'analyse par UPLC/TOF-MS de l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990) – (cf. Annexe 1)

Les analyses UPLC/TOF-MS quantitatives de l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990) n'ont pas permis de mettre en évidence la présence d'Acrylamide [79-06-1].

Echantillon Réf. GREEN SOLUTIONS	Echantillon Réf. Polymex	Teneur en Acrylamide [79-06-1] mesurée dans l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990) - (µg/g)		
		Essai A (µg/g)	Essai B (µg/g)	Moyenne (µg/g)
ECOSORB	PX24-990	< 3.0	< 3.0	< 3.0

Tab.3. Résultats des analyses quantitatives par UPLC/TOF-MS de l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990)

→ Les analyses UPLC/TOF-MS quantitatives de l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990) n'ont pas permis de mettre en évidence la présence d'Acrylamide [79-06-1]. La limite de quantification de l'Acrylamide [79-06-1] dans les échantillons a été estimée à 3,0 µg/g.

4.2. Résultats d'analyse par Pyrolyse/GCMS de l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990) – (cf. Annexe 2)

L'analyse réalisée par Py/GCMS sur l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990) révèle des composés organiques volatils que l'on peut regrouper en une matrice unique :

Matrices détectées	Ratio d'aire chromatographique *
Poly (acide acrylique) de potassium <i>Toluene ; Isomers of xylene ; Styrene ; Phenol ; Benzofuran ; Indene ; Cinnamaldehyde ; Azulene ; Naphthalene, 1-methyl- ; Acenaphthylene ; Dibenzofuran ; Fluorene ; Anthracene ; Phenanthrene ; Pyrene ; Triphenylene</i>	100 %

Tab.4. Résultats des analyses Py/GCMS de l'échantillon « ECOSORB » - (PX24-990)

* : Les teneurs proposées en % ne sont pas des teneurs en masse mais bien des ratios de sommes des aires des pics chromatographiques.

→ L'analyse structurale par Pyrolyse/GCMS de l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990) a permis de mettre en évidence la présence d'une matrice polymérique de type « **Acrylique** » dont le motif principal semblerait être l'Acrylate de potassium (la nature du contre-ion n'est pas connue). Des traces de matrice

« Amidon » ont également été détectée.

A noter que l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990) gélifie en contact avec de l'eau, ce qui laisserait penser à la présence d'un autre monomère non identifié par Py/GCMS (possiblement un diacrylique).

4.3. Résultats d'analyse par IRTF de l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990) – (cf. Annexe 3)

→ Le spectre IRTF de l'échantillon « ECOSORB » (PX24-990) révèle la présence de bandes caractéristiques d'une matrice de Sel d'Acide carboxylique et d'une matrice Amidon :

Longueur d'onde (cm ⁻¹) de l'échantillon « EcoSorb » (PX24-990)	Liaison interatomique identifiée	Attribution
3336	OH str. Eau + Hydroxyle	Eau + Amidon
2923 ; 2852	CH str. Aliphatique	Sel d'Acide carboxylique
1671_large ; 1641	OH def. Eau	Eau
1560_large	CO2- str. Sel Acide carboxylique	Sel d'Acide carboxylique
1450 ; 1401; 1346	CH def Aliphatique	Sel d'Acide carboxylique
1315	O-H def. Hydroxyle	Amidon
1237 ; 1161 ; 1113 ; 997	C-O et C-O-C str. Ether	Amidon
1044	C-OH str. Hydroxyle	Amidon
921 ; 850 ; 819 ; 784	Squelette aliphatique	Sel d'Acide carboxylique

Tab.5. Résultats des analyses IRTF de l'échantillon « ECOSORB » - (PX24-990)

5. CONCLUSION

Les résultats des analyses réalisées sur l'échantillon sont rassemblés dans le tableau suivant :

Echantillon Réf. GREEN SOLUTIONS	Echantillon Réf. Polymex	Teneur en <i>Acrylamide</i> [79-06-1]	Matrices détectées par Py/GCMS	Matrice détectée par IRTF
ECOSORB	PX24-990	< 3.0 µg/g	- Sel d'Acide carboxylique - Amidon (traces)	- Sel d'Acide carboxylique - Amidon

Tab.6. Bilan des analyses

→ Les analyses UPLC/TOF-MS quantitatives des échantillons « ECOSORB » - (PX24-990) n'ont pas permis de mettre en évidence la présence d'*Acrylamide* [79-06-1]. La limite de quantification de l'*Acrylamide* [79-06-1] dans les échantillons a été estimée à **3,0 µg/g**.

→ Les analyses structurales par Pyrolyse/GCMS et IRTF de l'échantillon « ECOSORB » - (PX24-990) ont permis de mettre en évidence la présence de matrices polymériques de type Sel d'Acide carboxylique et Amidon.

Nous nous tenons à votre disposition pour toutes informations complémentaires.

	Réalisation	Relecture	Approbation
Nom	Agathe DELBECQ	Jennifer GOUJON	Lionel PANAIVA
Fonction	Ingénieure Analyse	Ingénieure Analyse	Directeur Scientifique
Date	10/12/2024	12/12/2024	13/12/2024
Cachet			

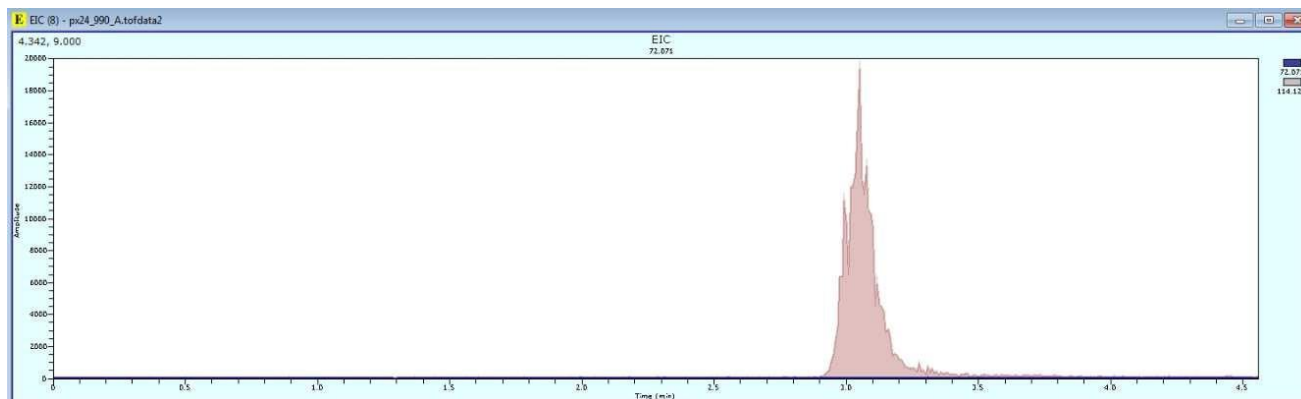
Fin du rapport CRPX2412327

**Chromatogrammes UPLC/TOF-MS de l'échantillon
« ECOSORB » - Essai A et B - (PX24-990)**

ANNEXE 1

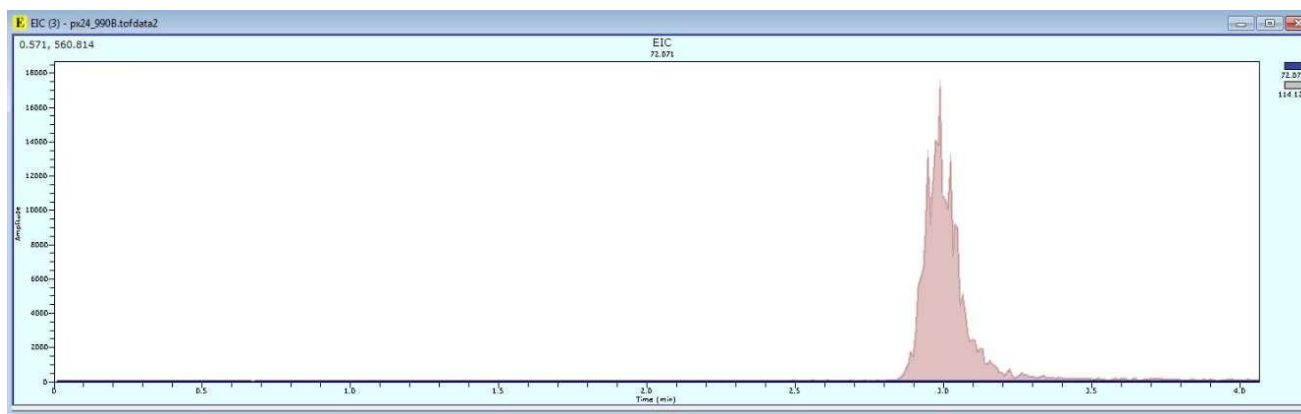
Data Path: biotechnologie_esipos_051224
Methods: ESI+
Sample name: px24_990_A/B
Acq On : 05/12/22

Sample Prep: § 2.2.4.
Masse : A = 1.8355 g ; B = 2.2176 g
Vol inj: 2 µL
Operator: ADE



Spectre EIC ESI+ de l'échantillon « Terra Hydrata » - (PX24-990) - Essai A

N° Peak	Rt (min)	Raw Area	Identification	CAS	Content (µg/mL)	Content (µg/g)	Content (%w)
1	2,26	ND	Acrylamide	79-06-1	<LOQ	<LOQ	<LOQ
2	3,05	-	Caprolactam ISTD	105-60-2	-	-	-
Σ					<LOQ	<LOQ	<LOQ



Spectre EIC ESI+ de l'échantillon « Terra Hydrata » - (PX24-990) - Essai B

N° Peak	Rt (min)	Raw Area	Identification	CAS	Content (µg/mL)	Content (µg/g)	Content (%w)
1	2,26	ND	Acrylamide	79-06-1	<LOQ	<LOQ	<LOQ
2	3,05	-	Caprolactam ISTD	105-60-2	-	-	-
Σ					<LOQ	<LOQ	<LOQ

**Chromatogramme Py/GCMS de l'échantillon «ECO
SORB» (PX24-990)**

ANNEXE 2

Data Path: Projet MS\CDB Nov24
Sample list : DPX2410547
Data file : Py24_990_1
Acq On : 26/11/2024

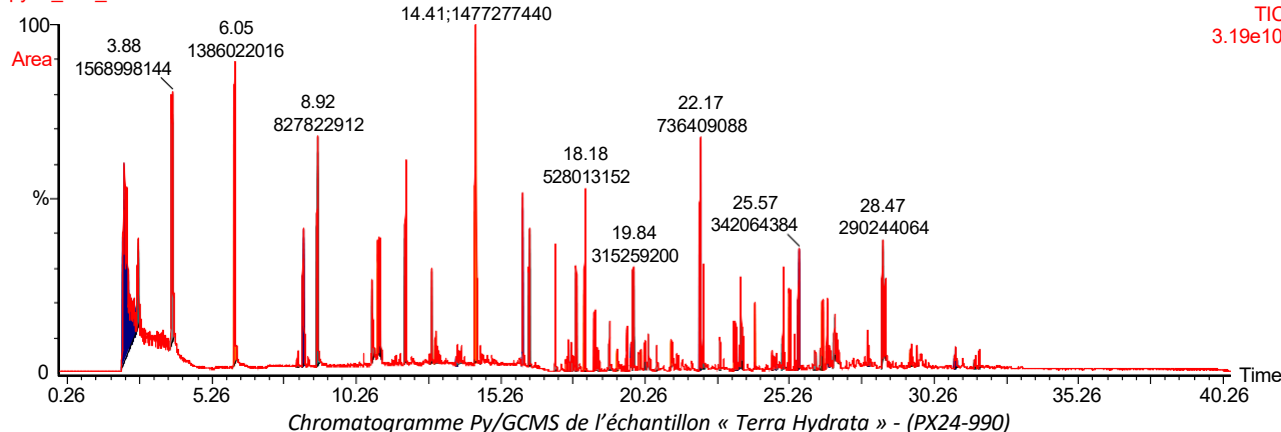
Sample Prep: § 2.3.3.
Flow : 80
Operator: LPA

ECOSORB

F80, 550-SGE, 19-620, 40 min, 26-Nov-2024 + 09:50:11

py24_990_1

Scan EI+
TIC
3.19e10



N°Peak	RT (min)	Total Area	Partial Area (%)	Identification	CAS	Prob Identif (%)	Matrix
1	2,24	3 156 435 712	-	Air + hydrocarbures C3/C4	NA	int	Toutes matrices
2	2,69	366 850 208	2,72	1,3-Cyclopentadiene	542-92-7	84	Poly(acide acrylique) de sodium
3	3,88	1 568 998 144	11,65	1,5-Hexadiyne	628-16-0	57	Poly(acide acrylique) de sodium
5	6,05	1 386 022 016	10,29	Toluene	108-88-3	85	Poly(acide acrylique) de sodium
6	8,22	39 358 464	0,29	Ethylbenzene	100-41-4	80	Poly(acide acrylique) de sodium
7	8,42	475 256 032	3,53	Isomers of xylene	NA	int	Poly(acide acrylique) de sodium
8	8,92	827 822 912	6,15	Styrene	100-42-5	84	Poly(acide acrylique) de sodium
9	10,80	312 916 608	2,32	Phenol	108-95-2	86	Poly(acide acrylique) de sodium
10	11,01	241 019 200	1,79	Benzene, 1-ethenyl-2-methyl-	611-15-4	81	Poly(acide acrylique) de sodium
11	11,06	274 444 896	2,04	Benzofuran	271-89-6	85	Poly(acide acrylique) de sodium
12	11,10	74 265 408	0,55	Allylbenzene	300-57-2	86	Poly(acide acrylique) de sodium
13	11,97	517 422 144	3,84	Indene	95-13-6	78	Poly(acide acrylique) de sodium
14	12,86	187 151 696	1,39	Cinnamaldehyde	104-55-2	74	Poly(acide acrylique) de sodium
15	14,41	1 477 277 440	10,97	Azulene	275-51-4	85	Poly(acide acrylique) de sodium
16	16,03	446 040 384	3,31	Naphthalene, 1-methyl-	90-12-0	80	Poly(acide acrylique) de sodium

ANNEXE 2

N°Peak	RT (min)	Total Area	Partial Area (%)	Identification	CAS	Prob Identif (%)	Matrix
17	16,26	358 115 168	2,66	1H-Indene, 1-ethylidene-	2471-83-2	88	Poly(acide acrylique) de sodium
18	17,15	289 644 640	2,15	Biphenyl	92-52-4	80	Poly(acide acrylique) de sodium
19	17,61	61 172 692	0,45	Acenaphthene	83-32-9	86	Poly(acide acrylique) de sodium
20	17,70	67 911 680	0,50	Naphthalene, 1,5-dimethyl-	571-61-9	83	Poly(acide acrylique) de sodium
21	17,87	213 702 688	1,59	Naphthalene, 2-ethenyl-	827-54-3	73	Poly(acide acrylique) de sodium
22	18,18	528 013 152	3,92	Acenaphthylene	208-96-8	78	Poly(acide acrylique) de sodium
23	18,51	122 259 968	0,91	1,1'-Biphenyl, 3-methyl-	643-93-6	76	Poly(acide acrylique) de sodium
24	19,01	149 515 136	1,11	Dibenzofuran	132-64-9	75	Poly(acide acrylique) de sodium
25	19,61	91 153 512	0,68	1H-Phenalene	203-80-5	82	Poly(acide acrylique) de sodium
26	19,84	315 259 200	2,34	Fluorene	86-73-7	78	Poly(acide acrylique) de sodium
27	20,23	58 935 504	0,44	9H-Xanthene	92-83-1	88	Poly(acide acrylique) de sodium
28	22,17	736 409 088	5,47	Anthracene	120-12-7	79	Poly(acide acrylique) de sodium
29	22,27	242 369 504	1,80	Phenanthrene	85-01-8	74	Poly(acide acrylique) de sodium
30	23,58	222 166 352	1,65	Cyclopentaphenanthrene	203-64-5	71	Poly(acide acrylique) de sodium
31	24,06	142 902 032	1,06	Naphthalene, 2-phenyl-	612-94-2	76	Poly(acide acrylique) de sodium
32	25,03	247 549 712	1,84	Fluoranthene	206-44-0	81	Poly(acide acrylique) de sodium
33	25,26	199 974 544	1,48	Pyrene	129-00-0	75	Poly(acide acrylique) de sodium
34	25,57	342 064 384	2,54	Pyrene, 4,5-dihydro-	6628-98-4	76	Poly(acide acrylique) de sodium
35	26,39	179 622 832	1,33	Pyrene, 2-methyl-	3442-78-2	74	Poly(acide acrylique) de sodium
36	26,55	140 652 880	1,04	11H-Benzo(a)fluorene	238-84-6	81	Poly(acide acrylique) de sodium
37	28,47	290 244 064	2,15	Triphenylene	217-59-4	76	Poly(acide acrylique) de sodium
38	28,56	273 952 224	2,03	Benz(a)anthracene	56-55-3	79	Poly(acide acrylique) de sodium
13 468 436 508			100,00				

**Spectre IRTF de l'échantillon
« ECOSORB » (PX24-990)**

ANNEXE 3

