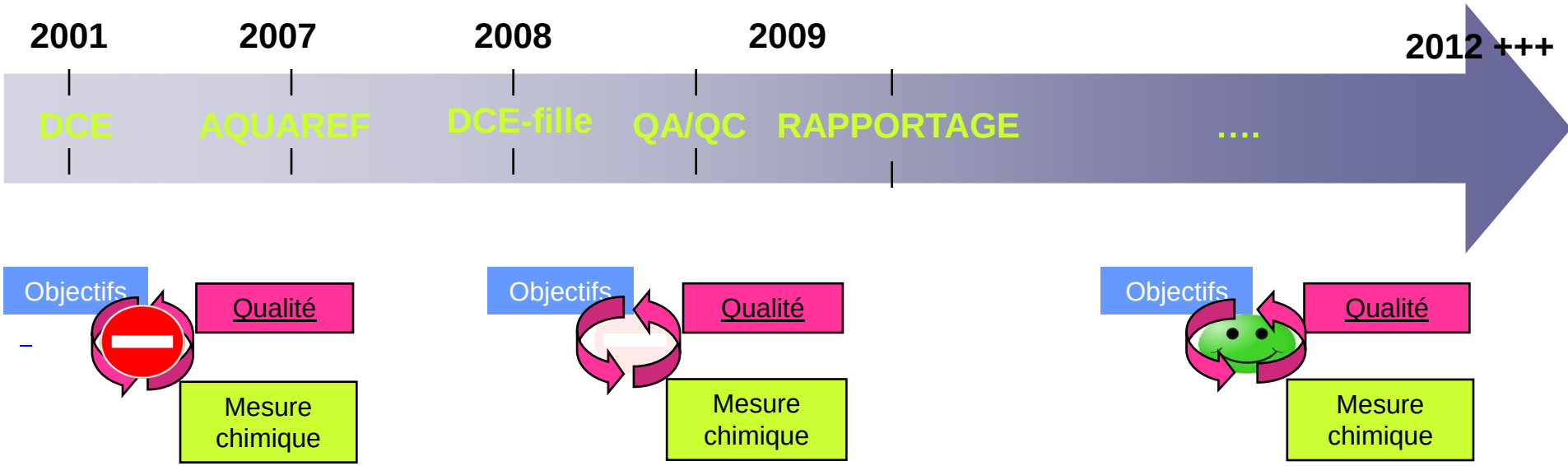
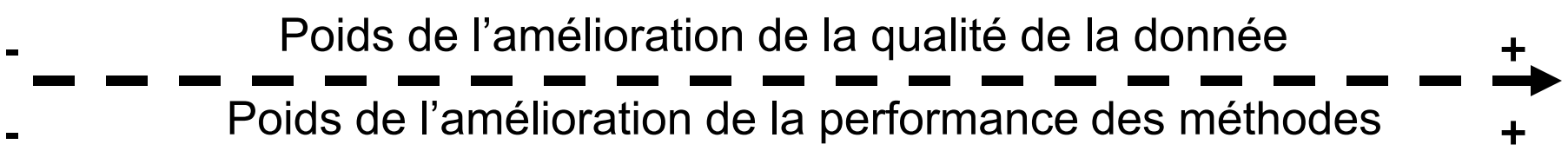
Amélioration des performances et des protocoles analytiques

Sophie LARDY-FONTAN

RAPPEL-CONTEXTE

➢La définition de la qualité d'un résultat analytique est bien arbitraire et dépend des objectifs de l'étude et de l'attente des utilisateurs (P. Quevauvillier).

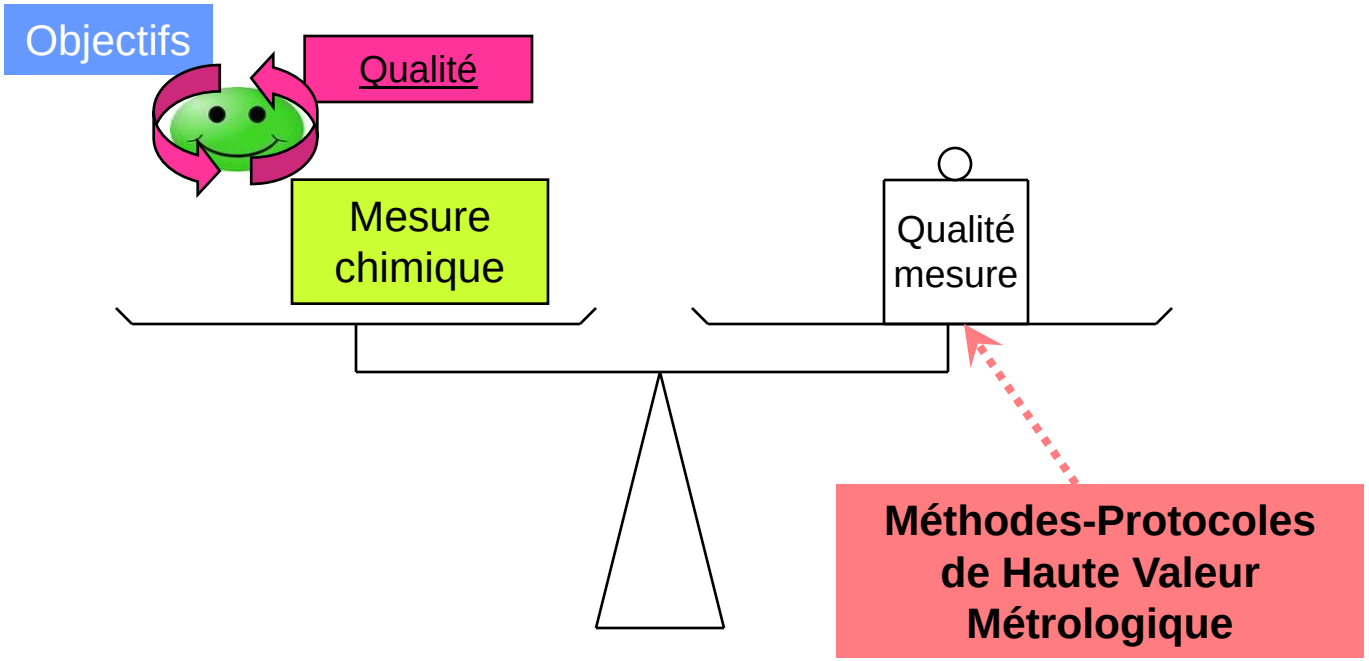




AXE 1 Amélioration performances-protocoles :

Définition des objectifs

Cahier de prescriptions techniques



Qualité de la donnée → **Connaissance** / **Maîtrise** → **Intégrité de l'échantillon**

Echantillonnage

Procédure d'Analyse de l'échantillon

Préparation du matériel
Nettoyage, conditionnement

Contenant

Conservation
T°, temps

Préparation du matériel

Traitement échantillon

Conservation
T°, temps

Blanc de terrain Blanc de matériel

Tests de stabilité

Blancs de laboratoire, solvant, matériel, appareillage

Témoin positif

Tests de stabilité

AXE 2 Amélioration performances-protocoles : Intégrité des échantillons

① Problématiques de «stabilité»

➢ Etudes de la stabilité des analytes entre temps de prélèvement, acheminement, arrivée au laboratoire et top départ du processus analytique

- Réfléchir à une «harmonisation» de l'évaluation de cette stabilité : comparabilité des études (représentatives des conditions) et des résultats …

- Combler les manques d'études :

  - Substances de la Liste des 33+8,

  - Futures 10-15 substances connues en janvier 2011

Cahier de prescriptions techniques

② Réflexions sur les actions à mener pour fiabiliser les données DOM

➢ *Aujourd'hui*

Prélèvements

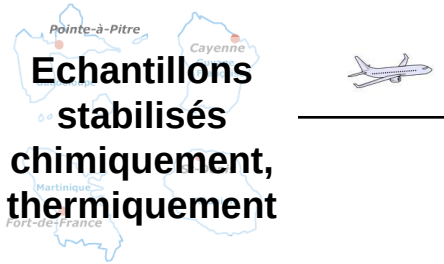
Analyse

Filtration + prep + analyse instrumentale

Qualité de la donnée

➢ *Et demain ?*

2 possibilités de Réflexion-Action



Echantillons stabilisés chimiquement, thermiquement

Analyse

Eaux, Sédiments, Biota

Externalisation des processus de préparation : stabilisation des substances sur supports

Analyse instrumentale

Eaux

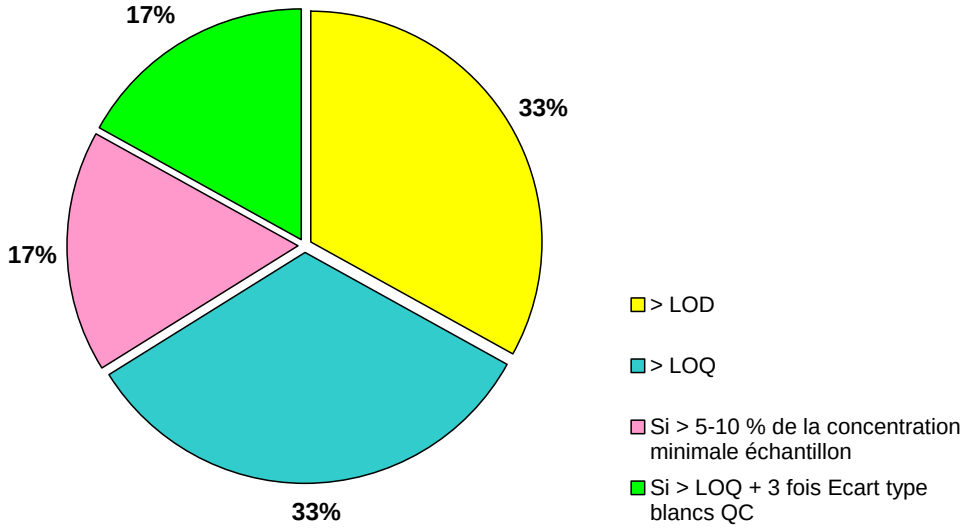
Extrapolable, généralisable à l'ensemble de la problématique sous-traitance

③ Bancarisation des échantillons à l'échelle du rapportage

Initier des démarches de réflexion sur des moyens à mettre en œuvre ou à développer de manière à pouvoir se donner la possibilité de **"revenir"** sur des mesures **"aberrantes"** à l'échelle d'une année de suivi

④ Problématique des blancs ?

Critères d'exclusion des blancs "méthode" par les laboratoires



Résultat, préliminaire, issu de l'enquête blanc en cours,

Cas des HAP

Généraliser l'enquête à toutes les substances ?

Y- a-t-il une meilleure pratique ? → Harmonisation des pratiques au travers de guide ou tout autre moyen pertinent

Quels effets sur les données, notamment ultra-traces ?

AXE 3 Amélioration performances-protocoles :

Recours aux MRCs

Des MRCs <u>Pourquoi</u> ? (Wise et al., 2006)**:**

1. Etalonner l'appareil de mesure;

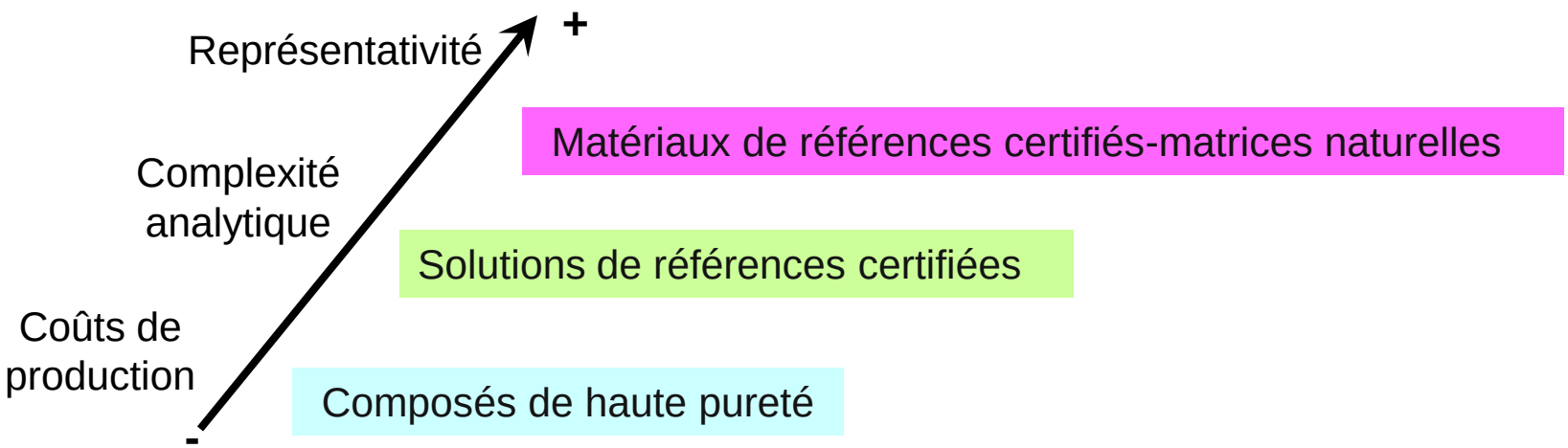
2. Valider l'exactitude (justesse + fidélité) d'une nouvelle méthode d'analyse;

3. Permettre des QC des mesures de routine par leur analyse à des fréquences de temps adaptées;

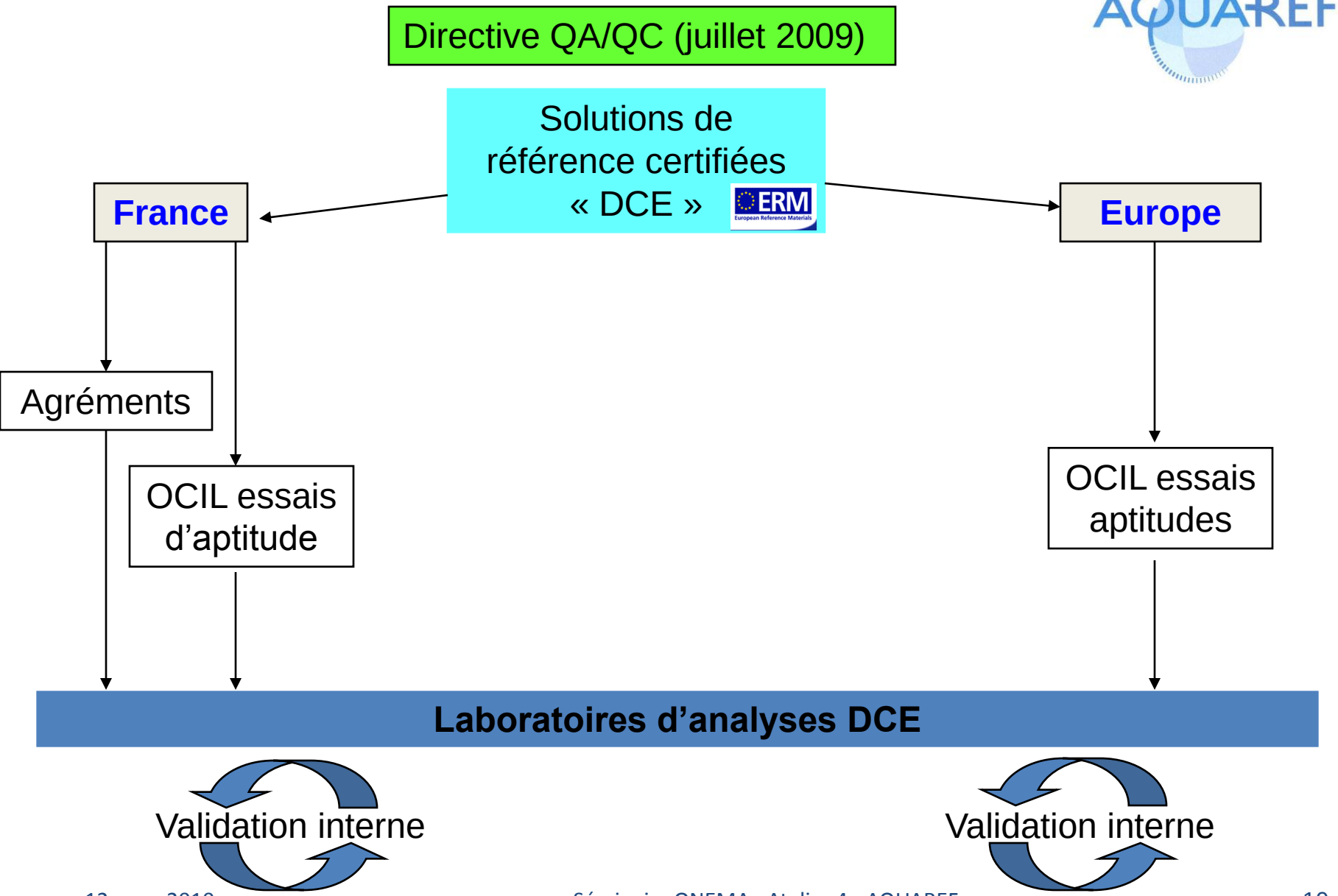
4. Etablir la traçabilité métrologique des mesures.

Des MRCs <u>Sous quelle forme</u>?:

Notes sur les MRCs



① Solutions de références certifiées



② Développement de matériaux de référence certifiés en matrice

Substances + Matrice + Niveau de contamination

Focalisation des efforts de recherche et développement sur des associations pertinentes

MRCs disponibles

Mise à disposition et développement de MRCs

AXE 4 Amélioration performances-protocoles :

Aspects matrices

① Problématique des Matières En Suspension

➢ *Molécules inorganiques*

1/ Evaluation des effets filtration sur site

Eaux marines, eaux estuariennes ??

➢ *Molécules organiques et organo-métalliques*

1 / Evaluer les effets sur les critères de performances des méthodes «eaux»

Mandat CEN, travaux bibliographiques

2 / Evaluer la capacité des méthodes sédiments, sols à être transposée à ces matrices : problématique des prises d'essai

3 / Développer les méthodes pour palier aux manques pour les substances les plus pertinentes

4 / Comment attribuer des critères de performances minimum aux méthodes MES puisqu'il n'y a pas de NQE $_{MES}$

5 / Comment organiser des essais d'aptitudes intégrant cette composante : OCIL, AQUAREF ??

② Problématique Colloïdes / Matières organiques dissoutes

1/ Evaluer les effets sur les critères de performances des méthodes

2/ Développer des méthodes :

- Préparation de l'échantillon : techniques d'extraction alternatives pour certaines substances; améliorer les méthodes déjà existantes (étapes de purification)

- Dilution isotopique/ spectrométrie de masse

③ Autres effets matrices sur les performances des méthodes : salinité, etc…..

④ Besoin d'actions spécifiques sur des substances non retenues par le mandat CEN 424

1/ Substances listes réglementaires DCE 33+8

2/ Futures 10-15 substances connues en janvier 2011

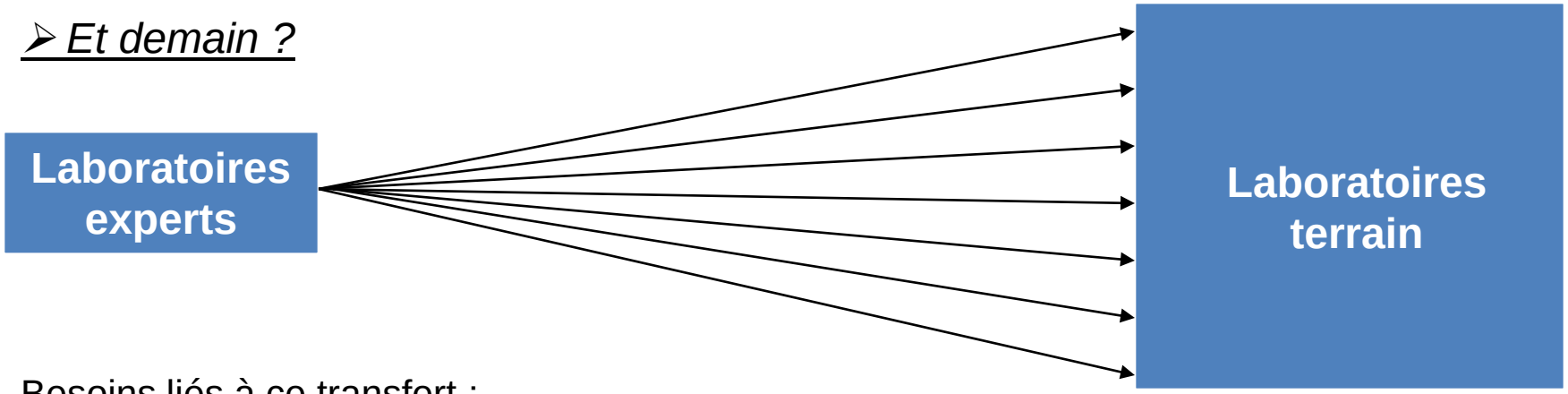
AXE 5 Amélioration performances-protocoles :

Echantillonneurs passifs

Travaux bibliographiques et documentaires

Essai inter laboratoires AQUAREF pour les laboratoires experts

➢ *Et demain ?*



Besoins liés à ce transfert :

1/ Guide(s) complémentaire(s) aux normes

2/ Formation sur site

3/ Développer les outils de la traçabilité métrologique :

- Définition des critères de performances minimaux
- Outil de la validation de méthode: matériau de référence; EIL; etc …

Qu’en pensez vous ??