

Synthèse des actions européennes et nationales sur les techniques d'analyse chimique non ciblée

Togola A., Lestremau F., Margoum C., Dulio V.,
C. Miège, Soulier C.

Janvier 2019

Note de synthèse

En partenariat avec



Avec le soutien de :
**AGENCE FRANÇAISE
POUR LA BIODIVERSITÉ**
ÉTABLISSEMENT PUBLIC DE L'ÉTAT



Contexte de programmation et de réalisation

Ce rapport a été réalisé dans le cadre du programme d'activité AQUAREF pour l'année 2018.

Auteurs :

Anne Togola
BRGM
a.togola@brgm.fr

François Lestremau
INERIS
Francois.lestremau@ineris.fr

Valéria Dulio
INERIS
Valeria.dulio@ineris.fr

Christelle Margoum
IRSTEA
Christelle.margoum@irstea.fr

Cécile Miège
IRSTEA
Cecile.miege@irstea.fr

Coralie Soulier
BRGM
c.soulier@brgm.fr

Vérification du document :

Sophie LARDY-FONTAN
LNE
Sophie.lardy-fontan@lne.fr

Les correspondants

AFB : Pierre Francois Staub, pierre-francois.staub@afbiodiversite.fr

BRGM : Jean-Philippe Ghestem, jp.ghestem@brgm.fr

Référence du document : Anne Togola, François Lestremau, Christelle Margoum, Valéria Dulio, Cécile Miège, Coralie Soulier - Synthèse des actions européennes et nationales sur les techniques d'analyse chimique non ciblée - Rapport AQUAREF 2018 - 36 p.

Droits d'usage :	<i>Document public</i>
Couverture géographique :	<i>International</i>
Niveau géographique :	<i>National</i>
Niveau de lecture :	<i>Professionnels, experts</i>
Nature de la ressource :	<i>Document</i>

1. INTRODUCTION

Les techniques d'analyse chimique non ciblée (ou NTS « Non-target Screening ») font partie des nouvelles techniques qui devraient faire considérablement évoluer la surveillance environnementale dans les années à venir. Elles permettent d'acquérir une « empreinte chimique » d'un échantillon, puis d'interroger a posteriori cette empreinte par exemple pour évaluer la présence de nouveaux contaminants d'intérêt. Cette technique est en fort développement et elle est l'objet de nombreux échanges au sein de la communauté scientifique afin de converger vers des protocoles communs et ainsi favoriser les échanges et la comparabilité des données.

AQUAREF, contribue très largement à ces échanges depuis plus de 3 ans à la fois au niveau européen et au niveau national où il anime un groupe de travail dédié à cette technique.

L'objectif de cette note est :

- d'informer les gestionnaires (DEB, AFB, AE, ODE...) de la surveillance nationale sur les actions en cours au niveau européen et national,
- de renforcer le partage d'informations et de pratiques entre les actions mises en oeuvre dans le cadre du réseau NORMAN, les actions AQUAREF et les actions nationales de recherche sur le sujet,
- de faire remonter au niveau européen et national les travaux mis en oeuvre par AQUAREF afin d'enrichir les discussions sur la comparaison des méthodes, l'assurance qualité, la bancarisation des données...
- et de relayer une réflexion sur les aspects opérationnels de ces nouvelles techniques

Elle présente les actions nationales et européennes (groupes de travail, conférences,...) auxquelles AQUAREF a contribué concernant la technique NTS au cours de l'année 2018.

2. LES ACTIONS AUTOUR DU NON-TARGET SCREENING (NTS) DANS LE RESEAU NORMAN

Dans le cadre du réseau NORMAN (<http://www.normandata.eu/>), les actions autour du NTS ont été identifiées comme transverses, c'est-à-dire en fortes interactions avec différentes activités du programme NORMAN. A ce titre, deux types d'actions coexistent :

- les actions « fondamentales » sur le développement des outils (développement de modèles, workflow de retraitement des données, échanges de listes de composés à rechercher, organisation d'essais inter-laboratoires, bancarisation des données...) et,
- les actions transverses, plus applicatives, sur l'utilisation de ces nouvelles stratégies analytiques dans le processus de priorisation des données, les liens avec les approches écotoxicologiques (EDA), le couplage avec les échantillonneurs passifs...

L'Ifremer, l'INERIS, l'Irstea et le BRGM sont impliqués dans les actions NORMAN autour du NTS.

Différentes actions et réunions techniques se sont déroulées en 2018, auxquelles les acteurs AQUAREF ont participé.

2.1 WORKSHOP ON NON-TARGET SCREENING FOR REGULATORS, 25 OCTOBRE 2018, BRUXELLES

Participation V Dulio (Ineris), C Margoum (Irstea), A Togola (BRGM) L'AFB (PF Staub) et le Ministère (O Gras) étaient aussi présents à ce workshop. Le programme est présenté dans l'annexe 1 et les présentations sont disponibles sur le site NORMAN (<https://www.norman-network.com/?q=node/324>).

AQUAREF (Anne Togola) a été invité à faire partie de la table ronde (What are the experiences of practitioners from national institutes?) consacrée aux retours d'expérience des agences de l'eau et de l'environnement et des laboratoires d'analyses nationaux.

A cette occasion les actions mises en œuvre dans le cadre du réseau de surveillance prospective en France ont été présentées : actions de bancarisation de données spectrales, réflexion sur les banques digitales...

On peut retenir de ce workshop (84 participants de 20 pays avec participation de la Commission (DG ENV et JRC) et de l'ECHA) qu'il existe de fortes attentes de la part des réglementateurs, des gestionnaires, ECHA, DG ENV, etc. sur les possibles applications de ces techniques :

- 1) comme systèmes d'alerte précoce sur les substances émergentes
- 2) pour l'amélioration des connaissances sur les niveaux d'occurrence, tendances, etc. des substances chimiques présentes dans tous les compartiments environnementaux, indoor, etc. et croisement avec le domaine de la santé (perspective Exposome)
- 3) comme système de contrôle des performances de traitement des effluents des stations d'épuration.

Des recommandations ont été données pour poursuivre le travail impulsé par NORMAN pour renforcer la collaboration entre laboratoires de références, instituts de recherche et décideurs au niveau européen afin d'améliorer le niveau d'harmonisation des pratiques de non-target screening, le niveau de confiance des données générées et la possibilité pour les pouvoirs publics de s'appuyer sur ces techniques pour améliorer la surveillance environnementale (tous compartiments) et les outils d'alerte sur les substances émergentes.

Un papier sera publié par NORMAN sur les résultats de ce workshop.

2.2 DISCUSSION AUTOUR DE LA DIGITAL SAMPLING PLATFORM

Dans le cadre du Réseau de Surveillance Prospective, des discussions sont en cours pour se doter d'outils de stockage pérenne des données issues des screening environnementaux. Des échanges techniques ont eu lieu au cours de l'année 2018 avec l'équipe en charge de la DSFP mise en place dans le cadre du réseau NORMAN pour voir en quoi cet outil pouvait répondre aux besoins nationaux. Les verrous techniques n'étant pas à ce jour levés, ces échanges se poursuivront en 2019.

2.3 SEMINAIRE CONJOINT DES ACTIONS PASSIVE SAMPLING ET NTS DE NORMAN, 4-5 OCTOBRE 2018, IRSTEA LYON VILLEURBANNE

Organisation d'un séminaire à Lyon avec une dizaine de participants du réseau NORMAN impliqués dans une des 2 actions afin de préparer une action conjointe pour 2019 : Meeting of the NORMAN Cross-working group activity on passive sampling: Discussion for the elaboration of a non-target screening and passive sampling interlaboratory study

A cette occasion, les activités d'Aquaref sur le NTS ont été présentées (Experiences from the AQUAREF ILS on NTS, C. Margoum and A. Togola).

2.4 WORKSHOP NTS BIOTA (UPSALLA, SUÈDE, 16-17 OCTOBRE)

Participation : F. Lestremau (INERIS)

A peu près 50 participants principalement Suédois, Norvégiens et Allemands.

La première partie a été consacrée à des présentations sur divers thèmes liés à la bancarisation d'échantillons et sur des travaux de mise en œuvre du NTS sur du biote. Globalement, ces présentations ont permis de faire un état des lieux sur les divers aspects de la surveillance biote et sur les stratégies analytiques utilisées.

Des discussions ont ensuite été menées sur la préparation d'un essai interlaboratoire sur le biote. Divers aspects ont été considérés et discutés (organisation de l'essai, choix de l'espèce et du compartiment à étudier (muscle, foie, cerveau, entier), préparation des échantillons, processus d'analyse,...).

2.5 ESSAI SUR L'UTILISATION D'UN MODELE DE PREDICTION DE TEMPS DE RETENTION CHROMATOGRAPHIQUE

Un modèle de prédiction des temps de rétention chromatographique a été développé par l'Université d'Athènes (UOA) en support de NORMAN. Des essais ont été effectués en 2018 par l'INERIS afin de pouvoir implémenter son utilisation dans les stratégies d'identification de composés suspects. Les composés références servant à étalonner le modèle (~40 composés) ont été fournis par l'UOA ainsi que le logiciel pour la prédiction des temps de rétention. Les résultats obtenus ont été synthétisés dans un rapport dans le cadre du programme AQUAREF 2018.

2.6 VALORISATION DES TRAVAUX AQUAREF

Irstea a présenté lors du congrès : 14th ANNUAL LC/MS/MS WORKSHOP ON ENVIRONMENTAL APPLICATIONS AND FOOD SAFETY, les 26-27 Juin 2018, Barcelone, Espagne, des travaux issus des actions AQUAREF portant sur la comparaison de techniques d'extraction pour l'analyse non ciblées. L'abstract est présenté en annexe 2.

3. PRESENTATION DES TRAVAUX AQUAREF AU NIVEAU NATIONAL

3.1 JOURNEE NTS « AMELIORER LE DIAGNOSTIC DES POLLUANTS ORGANIQUES ENVIRONNEMENTAUX : MISE EN ŒUVRE D'APPROCHES D'ANALYSES NON-CIBLEES », 06 FEVRIER 2018, PARIS

Cette journée été organisée par l'INERIS dans le cadre du plan ECOPHYTO.

Les action AQUAREF mises en œuvre depuis 2015 autour du screening environnemental ont été présentées (A. Togola). Les conclusions de cette journée, très trans-thématique (santé, environnement, sécurité alimentaire, métabolomique etc..) ont montré que les verrous sont récurrents à tous ces domaines et que des actions communes, bénéficiant des expériences de chacun seraient bénéfiques à mettre en place.

Les diapositives et le programme sont présentées en annexe 3 L'intégralité des présentations est disponible sur le site <https://www.ineris.fr/fr/ineris/actualites/ameliorer-diagnostic-polluants-organiques-environnementaux-mise-oeuvre-approches> .

3.2 JOURNEE TECHNIQUE NTS AQUAREF , 06 DECEMBRE 2018, PARIS

Dans le cadre du thème D de la programmation AQUAREF, une journée d'échange avec les laboratoires pouvant être intéressés par la mise en œuvre de ces approches a été organisée par le BRGM et INERIS. La description de cette journée et les présentations font l'objet du rapport AQUAREF Potentiel et applications de la technique LC-HRMS (target et non-target screening). Le rapport est disponible en accès restreint sur le site Aquaref depuis le 30/01/2019 : <https://www.aquaref.fr/journee-technique-analyses-non-ciblees-spectrometrie-masse-haute-resolution-milieux-aquatiques>.

ANNEXE 1 : Programme du Workshop on Non-Target Screening for Regulators, 25 octobre 2018, BRUXELLES



NORMAN Workshop for regulators

How can non-target screening techniques support environmental monitoring and chemicals management?

Thursday 25th October 2018

Representation of the State of North Rhine-Westphalia to the European Union,
Rue Montoyer 47, 1000 Brussels, Belgium

NORMAN is a European network of more than 70 reference laboratories research centres and related organisations for monitoring and assessment of emerging environmental substances. Norman is organising this workshop to discuss the potential of Non-Target Screening for chemicals management with stakeholders from regulation and environmental policy.

09:30 Registration and coffee

Session 1 - Introduction to the use and potential of Non-Target Screening

Chairs: Valeria Dulio (INERIS), Martin Schlabach (NILU)

10:00 The potential of Non-Target Screening in environmental monitoring
Juliane Hollender (EAWAG)

10:20 The use of monitoring data in chemical and environmental legislation
Peter Korytar (DG Environment)

10:35 Potential of screening data in prioritising chemicals for regulatory action
Henna Piha, European Chemicals Agency (ECHA)

10:50 Cooperation at the river basin level – the ICPR expert group on NTS
Uwe Kunkel (Bavarian Environment Agency on behalf of SANA)

11:05 Hands-on experience with large contaminant data sets
Jaroslav Slobodnik (Environmental Institute)

11:20 Coffee

Session 2 - What are the experiences of practitioners from national institutes?

Chair: Jaroslav Slobodnik (EI), Wim Cofino (QUASIMEME)

11:50 Feedback from registrants based on workshop questionnaire

12:00 Open round-table discussion with invited experts: Anne Togola (BRGM), Thomas Ternes (BfG), Gerard Stroomberg (RIWA), Bert van Bavel (NIVA on behalf of a Nordic Chemicals Group of the Nordic Council)





13:00 Lunch

Session 3 - What is the potential of Non-Target Screening for chemicals management?

Chairs: Jan Koschorreck (UBA), Juliane Hollender (EAWAG)

14:00 Feedback from registrants based on workshop questionnaire

14:10 Open round-table discussion with invited experts: Henna Piha (ECHA), Peter Korytar (DG Environment), Victoria Tornero (EC JRC), Martin Krauss (UfZ on behalf of HBM4EU), Eivind Farnen (Norwegian EA)

Session 4 - Wrap-up

Chairs: Valeria Dulio (INERIS), John Munthe (IVL)

15:10 Final discussion

15:30 End of meeting

Organisation

Registration

The workshop (including coffee & lunch) is free of charge.

Venue

Representation of the State of North-Rhine Westphalia to the European Union,
Rue Montoyer 47, 1000 Brussels, Belgium

Nearest metro station:
Trone/Troon, metro line 2, 6

Contact

For further information, please contact:
Valeria Dulio, INERIS, France, email: valeria.dulio@ineris.fr
Jan Koschorreck, UBA, Germany, email: jan.koschorreck@uba.de

NORMAN, a network of reference laboratories and research centres, is an independent and competent platform in the monitoring of emerging environmental contaminants. NORMAN facilitates an exchange of information, debate and research collaboration at the global level, with the European Commission's in-house science service.

www.norman-network.net

The NORMAN Steering Committee



ANNEXE 2 : PROGRAMME DU COLLOQUE ET PRESENTATION AQUAREF JOURNEE
NTS DU 06 FEVRIER 2018



maîtriser le risque |
pour un développement durable |

Colloque

Améliorer le diagnostic des polluants organiques environnementaux :

Mise en œuvre d'approches d'analyses non-ciblées

mardi 6 février 2018

La surveillance des différents milieux biologiques, alimentaires et environnementaux est essentielle pour pouvoir estimer leur degré d'exposition aux contaminants. Pour les polluants organiques, l'émergence des méthodologies d'analyses physico-chimiques non ciblées permet d'envisager une évolution des stratégies de surveillance.

Les différents enjeux liés aux analyses non-ciblées seront abordés :

- Stratégies analytiques et leurs applications ;
- Gestion et traitement de la donnée ;
- Lien avec les effets toxicologiques ;
- Stockage des données et analyse rétrospective ;
- Apport et positionnement par rapport à une analyse ciblée.

En partenariat avec



PROGRAMME

Matin

9h30 – 10h00

Accueil des participants

Introduction de la journée

10h00 – 10h15 **François LESTREMAU – INERIS**

Matrices biologiques/alimentaires

10h15 - 10h45 **Christophe JUNOT - CEA**

Apport de l'analyse métabolomique par spectrométrie de masse à la détection sans a priori de xénobiotiques dans les matrices alimentaires et environnementales

10h45 – 11h15 **Gaud DERVILLY – LABERCA**

Développement, validation et accréditation de stratégies non-ciblées. Application à la gestion du risque chimique dans les aliments

11h15 – 11h45 **Julien PARINET – ANSES**

Développement des approches ciblées et non-ciblées en LC-HRMS pour traquer les pesticides dans l'alimentation. Mise en évidence de l'importance du choix de l'échantillon de référence pour l'élucidation d'une toxico-infection alimentaire (TIAC)

11h45 – 12h15 **Laurent DEBRAWER - INRA**

Approches non ciblées en spectrométrie de masse pour la caractérisation de l'exposome chimique : le cas des pesticides

12h15 – 13h45

Déjeuner

Après-Midi

Matrices environnementales

13h45 – 14h15 **Hélène BUDZINSKI – EPOC - Université de Bordeaux**

De l'analyse ciblée à la non ciblée : quand la chimie analytique ouvre le champ d'investigation des micropolluants ; application au milieu aquatique

14h15 - 14h45 **Emmanuelle VULLIET – Institut des sciences analytiques**

Caractérisation d'un pilote de traitement tertiaire par une approche globale basée sur la spectrométrie de masse haute résolution

14h45 – 15h15 **Anne TOGOLA – BRGM/AQUAREF**

Positionnement et actions AQUAREF sur l'analyse non ciblée dans le cadre de la surveillance des milieux aquatiques

15h15 – 15h35

Pause

15h35 – 16h05 **Maurice MILLET – Université de Strasbourg**

Identification rétrospective de métabolites de pesticides dans l'air ambiant par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse à haute résolution

16h05 - 16h35 **Valeria DULIO – INERIS**

Actions du réseau Norman : partager les connaissances et harmoniser les pratiques pour une meilleure exploitation de l'analyse non-ciblée dans le domaine environnemental

16h35 – 17h00 **Discussions/échanges/perspectives sur les analyses non-ciblées**

17h00

Clôture

Positionnement et actions d'AQUAREF sur l'analyse non ciblée pour la surveillance des milieux aquatiques

BRGM: Anne TOGOLA; C. Soulier

INERIS : F Lestremau; V Dulio

Irstea : C. Margoum; C. Miège

LNE : S. Lardy-Fontan; J. Cabilic

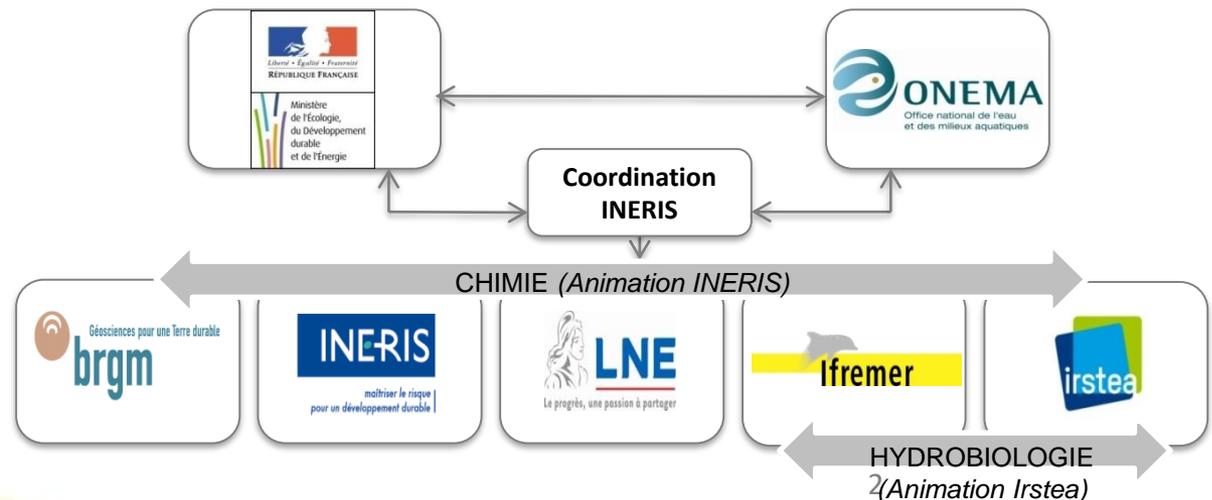
Un besoin...

- Surveillance
 - pilier de la politique de l'eau (DCE, 2000 et ses directives filles, puis DCSMM, 2008)
 - en France, mobilise de multiples acteurs, est basée principalement sur des marchés publics
- Besoin des pouvoirs publics : assistance pour la définition et la mise en œuvre de la surveillance

Rapport de l'Inspection générale de l'Environnement préconisant la création d'un laboratoire de référence réunissant les laboratoires des établissements publics exerçant dans le domaine de l'eau (2006)

Une organisation centrée sur l'expertise collective

- Accord de partenariat entre les 5 membres (2007 puis 2011)
- Soutien du MEDDE et de l'ONEMA

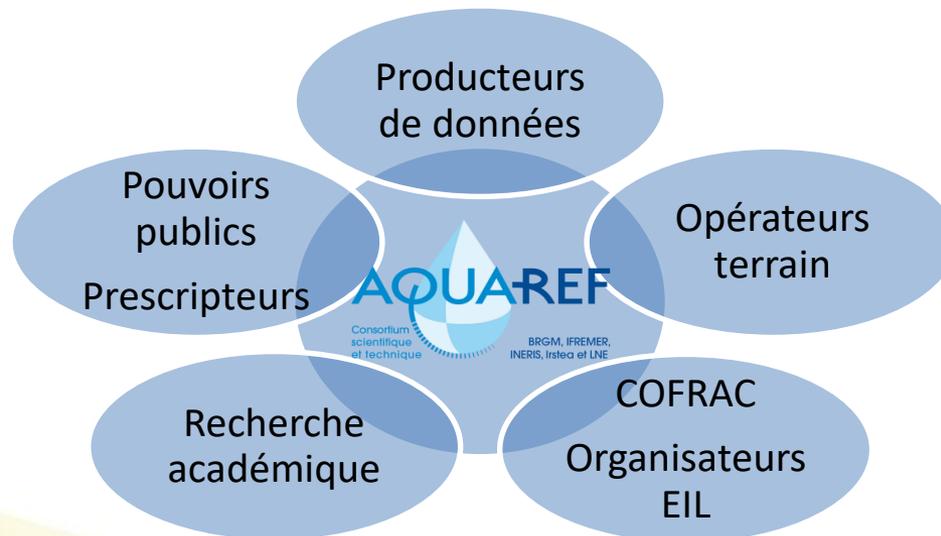


Des missions confiées par les pouvoirs publics



- **Élaborer des règles relatives aux processus de mesure, de prélèvement et d'analyse afin de fiabiliser la qualité des données de surveillance**
- Constituer une force de proposition pour l'anticipation de la surveillance
- Représenter la France dans les groupes d'experts techniques européens

Un rôle d'interface entre les acteurs de la surveillance



Améliorer la qualité des données de chimie

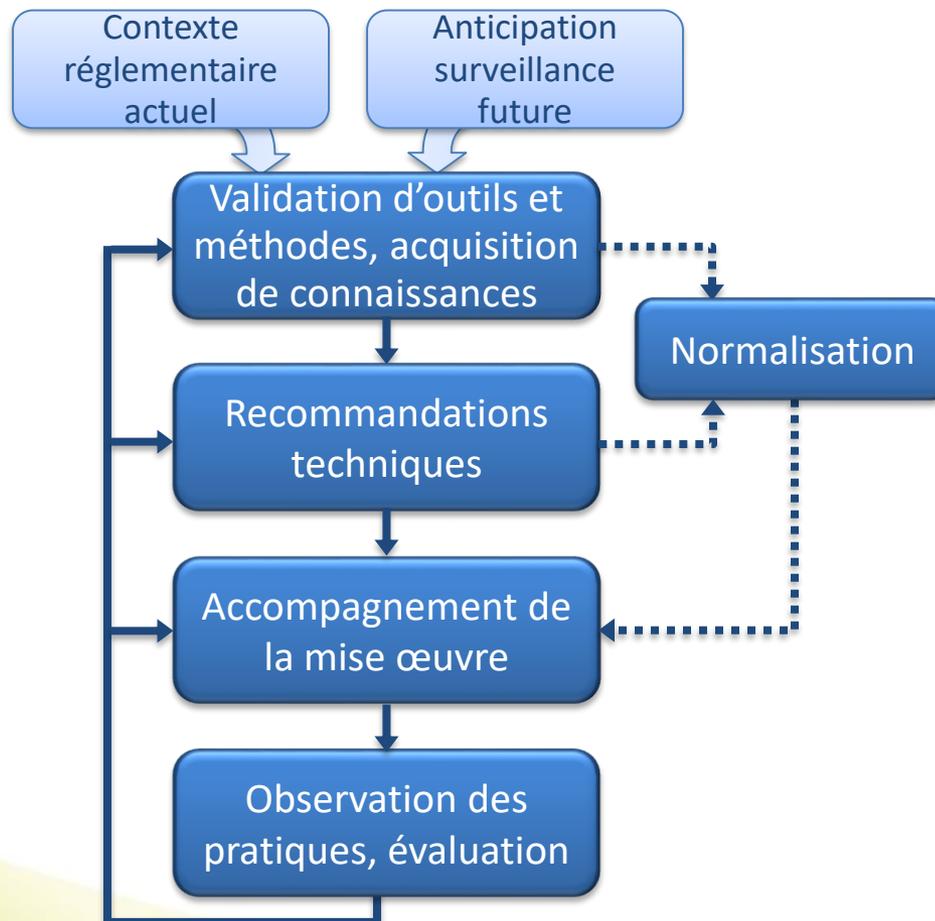


macro et micropolluants organiques, métaux traces

➤ Sur toute la chaîne d'acquisition de la donnée

➤ En tenant compte des besoins actuels et en préparant le futur

➤ Aux différents stades de l'amélioration et de l'encadrement des pratiques, dans un processus d'amélioration continue



⇒ rapports d'études, notes techniques, fiches méthodes, ...

⇒ projets de normes

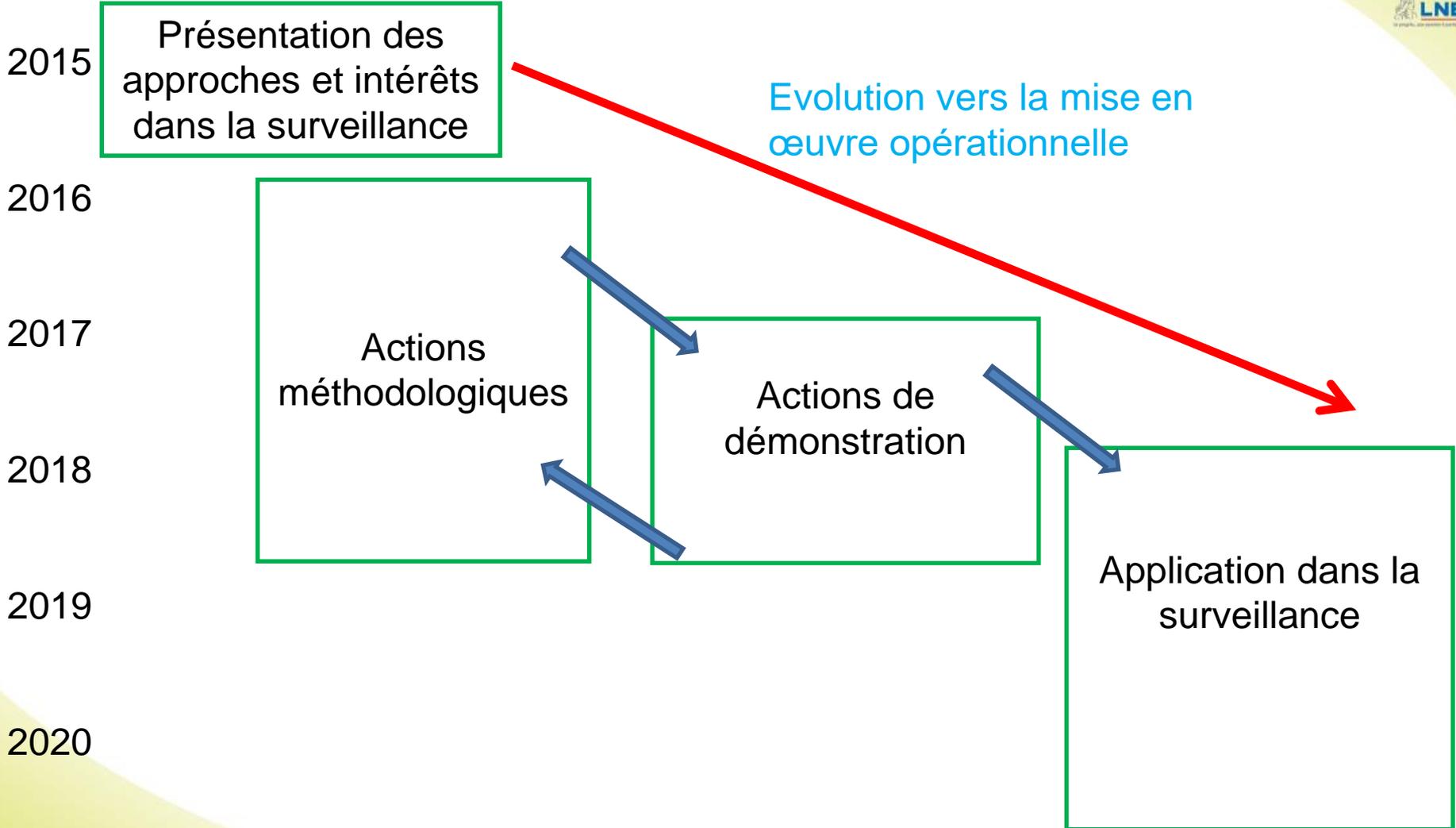
⇒ guides techniques + appui aux besoins des prescripteurs

⇒ information, journées techniques, référentiels formation, ... + appui aux commanditaires

⇒ essais collaboratifs, visites terrain, ...

Anticiper la surveillance de demain : le screening environnemental

Les actions AQUAREF sur le screening



2015 : Note de positionnement

- L'intérêt de ces techniques dans la surveillance
- Ce qui est fait en Europe
- Les apports de cette technique
- Les verrous identifiés

RAPPORT DE POSITIONNEMENT SUR L'UTILISATION DE LA SPECTROMETRIE DE MASSE HAUTE RESOLUTION POUR LE CRIBLAGE ENVIRONNEMENTAL

Thème F
**Métrologie pour l'anticipation de la future surveillance et
l'amélioration des connaissances sur les substances émergentes**

A. Togola, S. Lardy-Fontan, F. Lestremau, C. Soulier Avec la collaboration de
C Margoum et P. Bados

Décembre 2015

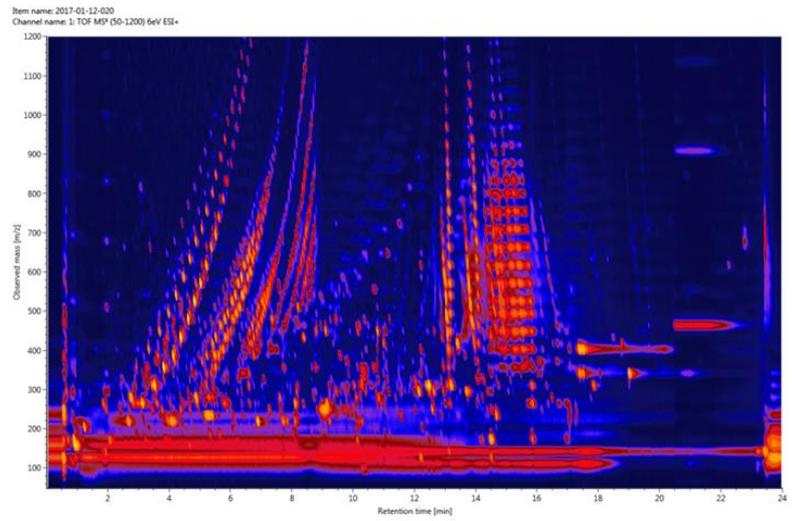
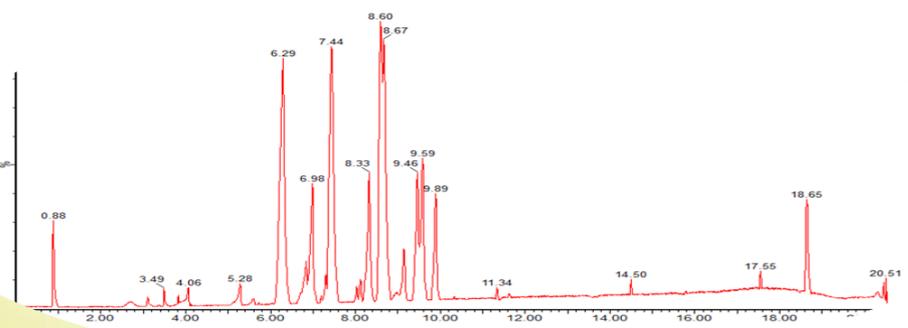
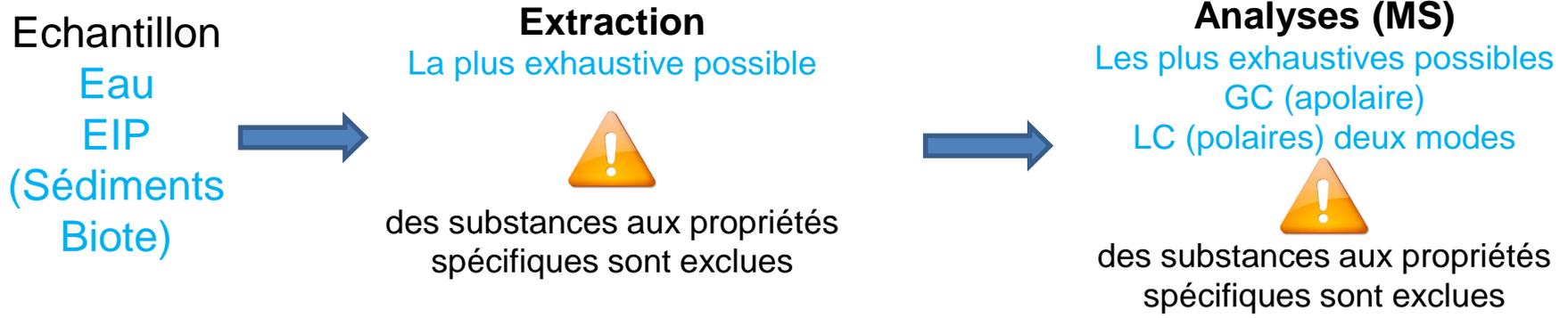
Programme scientifique et technique
Année 2015

Document final

En partenariat avec



• Des précisions sur le processus d'acquisition



SCREENING

Suspect

Est –ce que le composé X est dans mon échantillon??

Liste de composés injectés avec la méthodologie mise en œuvre:

- Tous les composés standards à disposition au laboratoire

Liste de composés non injectés

- Base de données fournisseurs
- Bibliographie

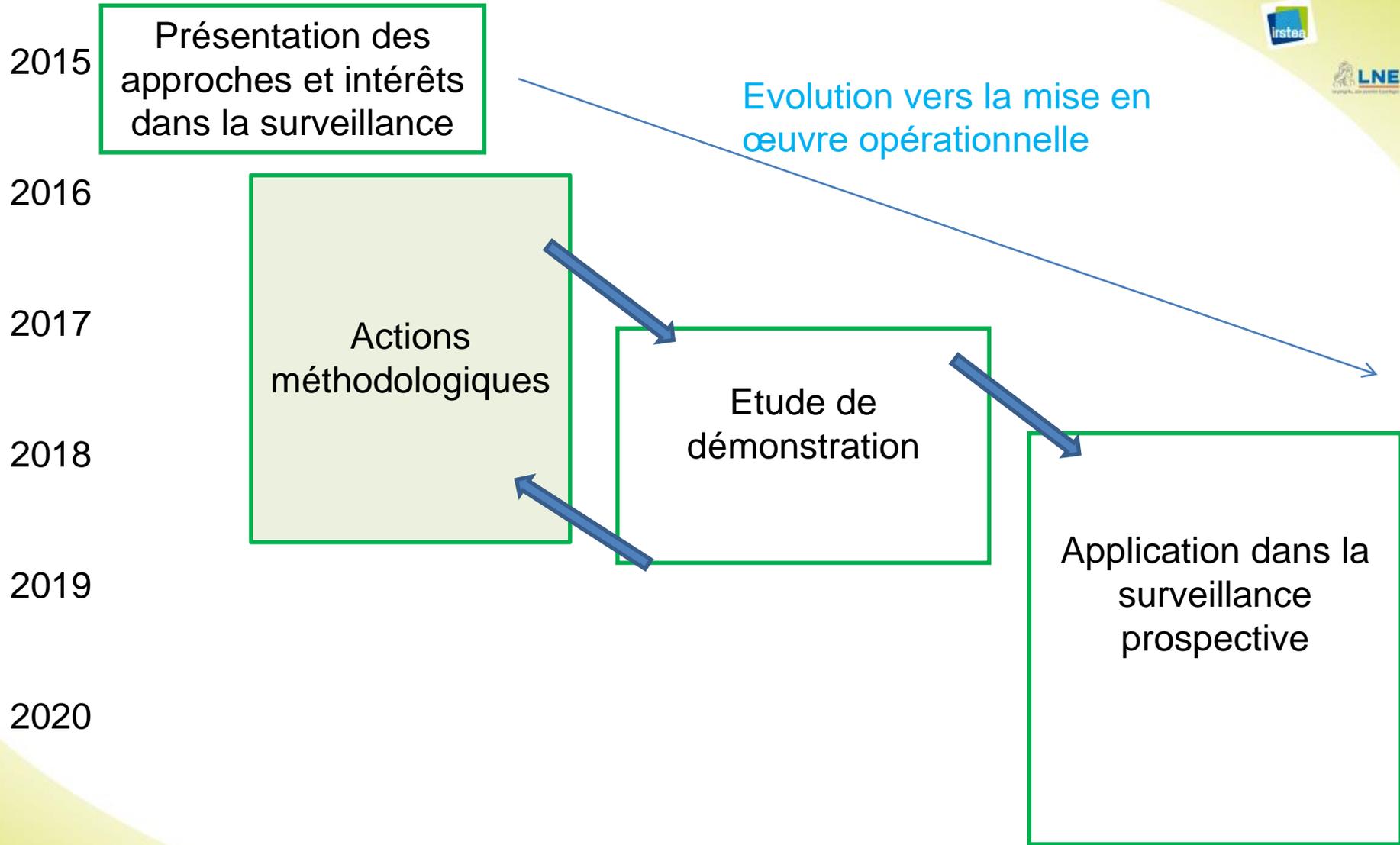
Applicable dans la surveillance

Non ciblé

Qu'y a-t-il dans mon échantillon??

Tous les composés présents dans un échantillon considéré

Applicable ponctuellement, plutôt R et D que routine



Harmonisation des méthodologies : volet analyse

- Impact des méthodes d'analyses
- Traitement (ciblé/suspect)
- Définition de critères communs d'identification
 - Focus sur méthodes LC HRMS non spécifiques
 - Essai collaboratif (11 laboratoires de recherche du « GT NTS »)

Merci !

Exercice 2016

■ À partir d'extraits communs

- ✓ Mélange standard
- ✓ Extrait naturel (SPE)

■ Analyse des échantillons

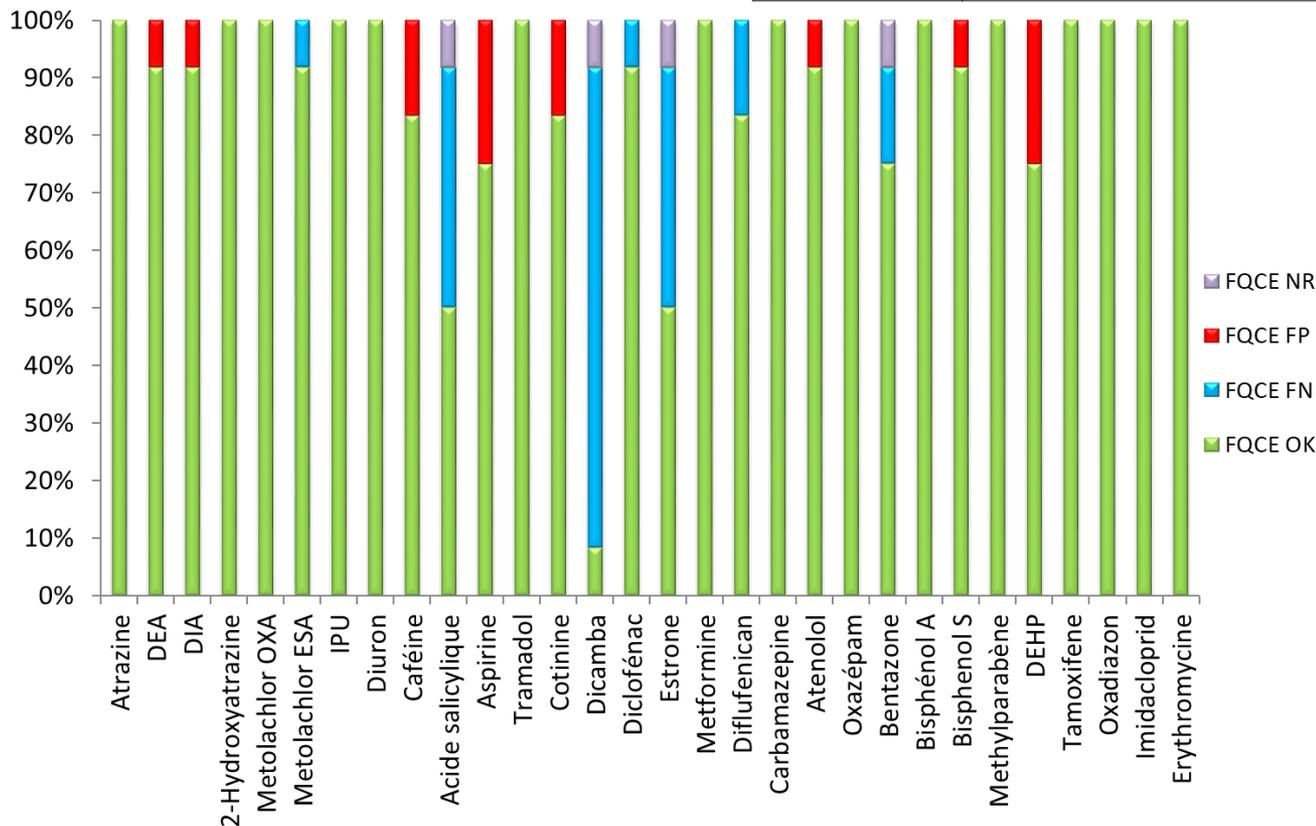
- ✓ Méthode commune
- ✓ Méthode propre à chaque laboratoire

■ Traitement des résultats

- ✓ Liste de composés ciblés « AQUAREF »
- ✓ Liste propre à chaque laboratoire
- ✓ Demande complémentaire

Résultats sur le mix de standards

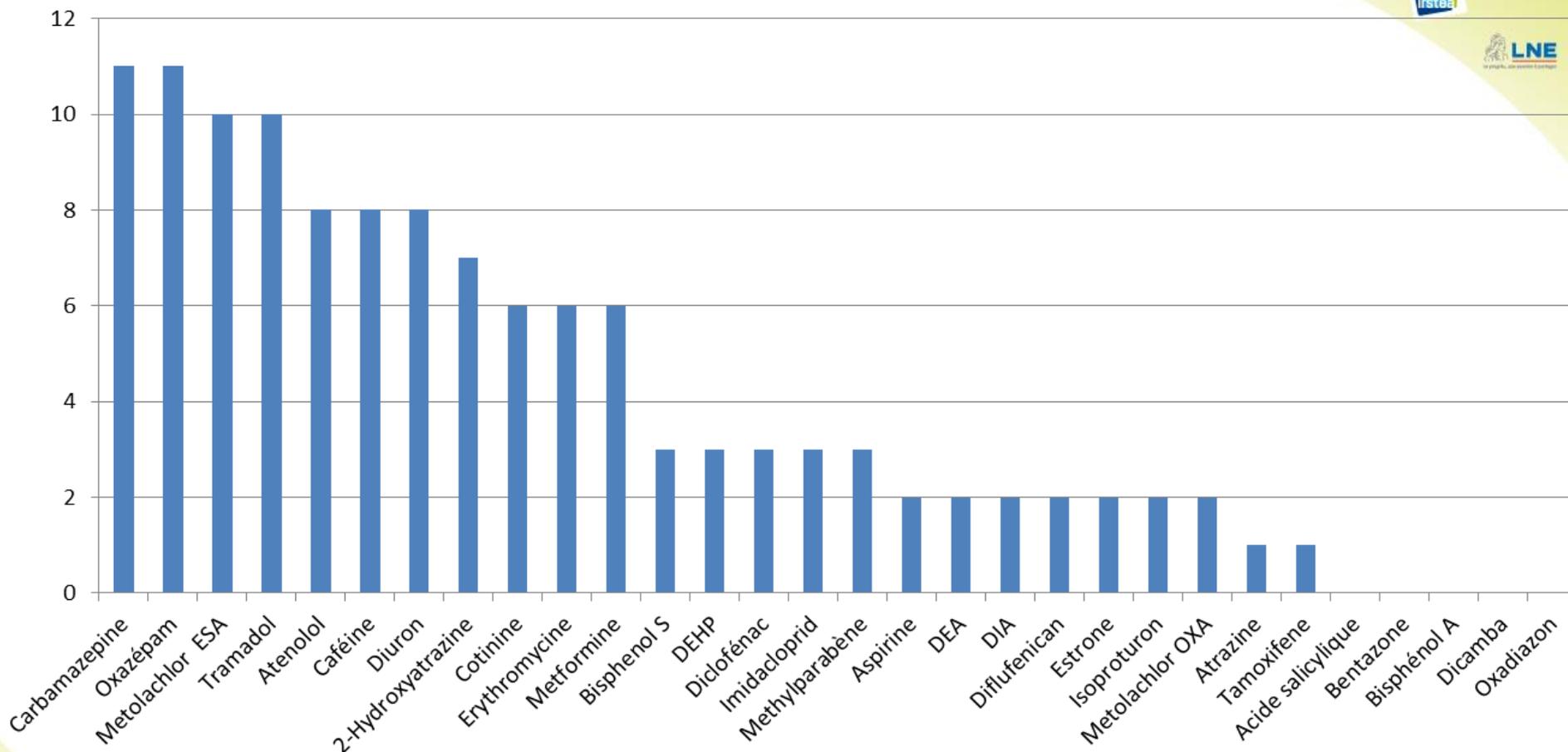
OK	MOLECULE PRESENTE DANS MELANGE ET DETECTEE PAR LABO
FAUX NEGATIF	MOLECULE PRESENTE DANS MELANGE MAIS NON DETECTEE PAS LABO
FAUX POSITIF	MOLECULE NON PRESENTE (SPIKEE) DANS MELANGE MAIS DETECTEE PAR LABO
NR	MOLECULE NON RECHERCHEE



Difficultés essentiellement en ESI neg (sensibilité, ex oestrone)
Pollution ex DEHP

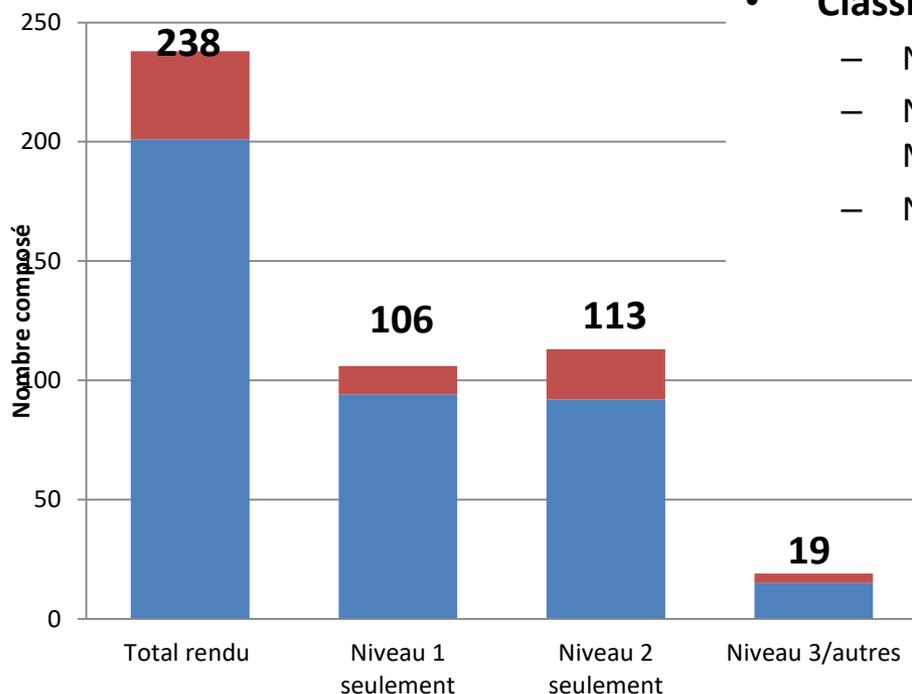
Résultats sur échantillon naturel

nb détection



Résultats homogènes sur les molécules les plus conventionnelles
CBZ, OXA, METOLACHLOR ESA, TRAMADOL

Bilan global molécules détectées hors liste AQUAREF

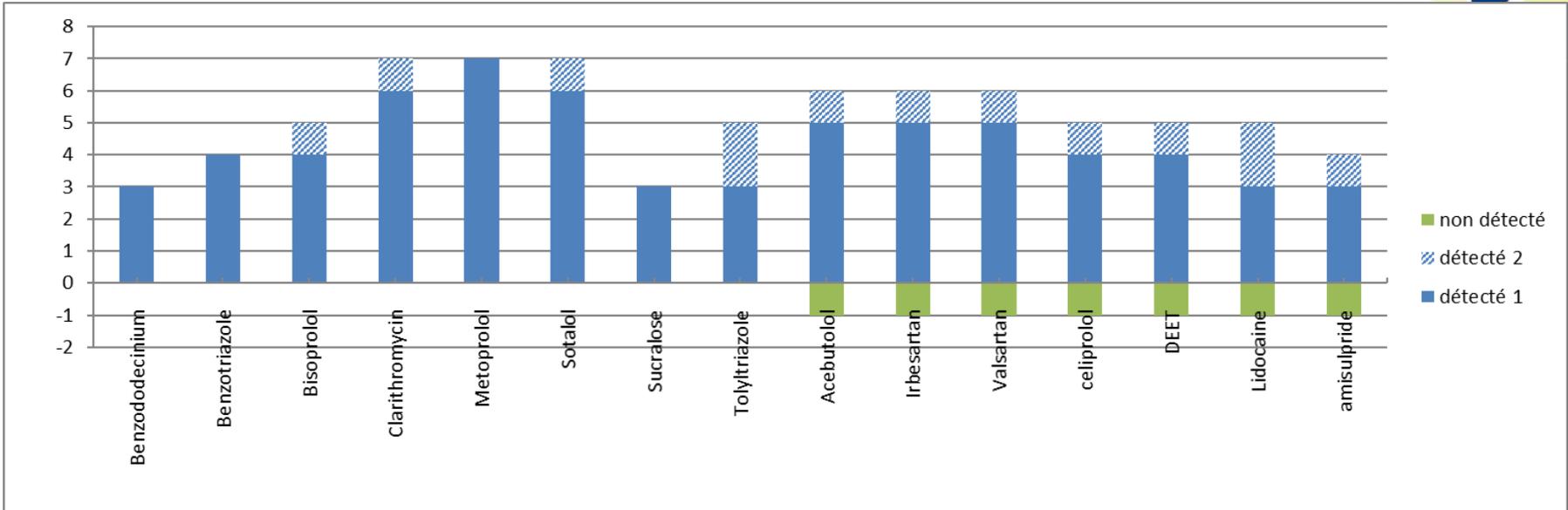


Classification

- Niveau 1 : standard au laboratoire
- Niveau 2 : pas de standard /travail sur BDD (avec spectre MS/MS)
- Niveau 3 : masse..

	Total rendu	Niveau 1 seulement	Niveau 2 seulement	Niveau 3/autres
ES+	201	94	92	15
ES-	37	12	21	4

Intérêt de pouvoir mutualiser les BDD
Faiblesse sur l'ESI neg



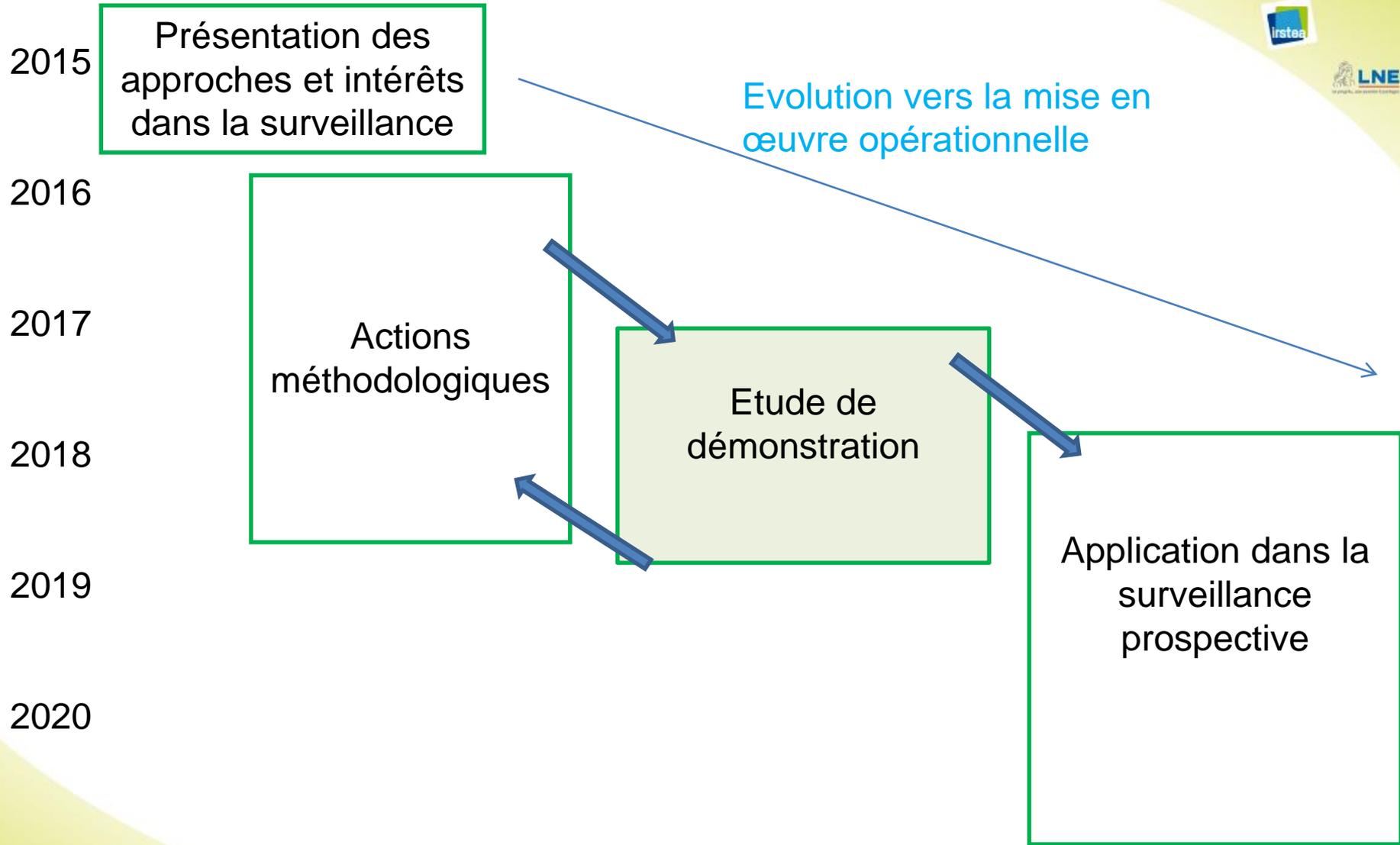
Exemple de résultats détaillés

Besoin d'améliorer la communication sur le niveau de confiance de l'identification

- critères d'identification
- limites de détection

Harmonisation des méthodologies : extraction

- Impact de l'extraction sur l'analyse
- Méthode de compromis
- Essai de différentes méthodologies
 - Essais de différentes cartouches
 - Effet pH
 - Effet élution
- Choix d'une méthode la plus large possible
- Utilisation de traceurs d'extraction pour couvrir le plus large spectre de composés



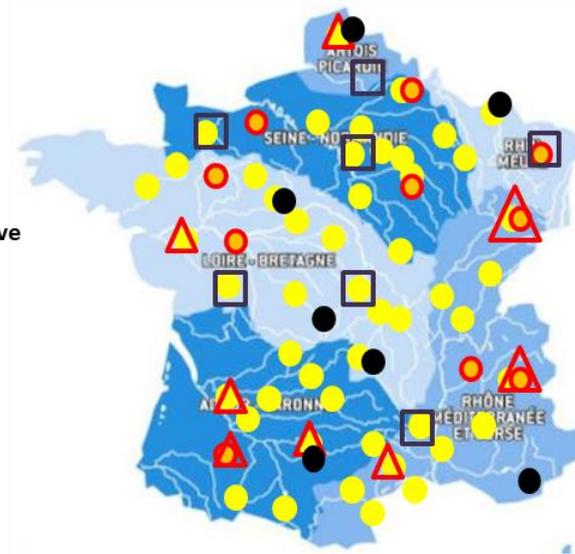
LE RESEAU DE SURVEILLANCE PROSPECTIVE

Objectif de mise en place d'un réseau pérenne de sites

□ #1 Watch List
26 sites

△ #2 Etude Prospective
70 sites

● #3 SPAS
350 sites



● #4 Outils innovants
23 sites

● #5 Outils biologiques
in vitro/in vivo
23 sites = #4

● #6 R&D
Surveillance Biote
20 sites

Identifier de nouvelles molécules d'intérêts
Evaluer de nouveaux outils pour la surveillance

Actions d'archivage environnemental

DEMO : Mise en œuvre actions de démonstration autour du screening environnemental sur une sélection de 20 stations

- ⇒ 2018 collecte des échantillons / EAU et EIP-POCIS
- ⇒ analyses,
- ⇒ 2018-2019 traitements « suspect » à partir de diverses BDD
- ⇒ Objectifs : améliorer les préconisations, évaluer la faisabilité, démontre le mise en œuvre des traitements des données

EMNAT-NTS : Archivage « NTS » des échantillons de la campagne nationale

- ⇒ Sur une sélection de 85 échantillons (115 échantillons, certains sur les 3 campagnes)
- ⇒ réalisation SPE/ UPLCQ TOF - LLE/GCMS selon méthode harmonisée AQUAREF.
- ⇒ Objectifs : démarrer la constitution d'une base de données « virtuelle »

Réflexion sur la mise en œuvre d'échantillothèque physique et spectrothèque

- ⇒ PI de la donnée, communication, diffusion, accessibilité...
- ⇒ CDC spectrothèque nationale, européenne ...

⇒ Réflexion sur la bancarisation BDD nationale

- ⇒ Echange avec le SANDRE pour tracer l'information

Fortes interactions avec les laboratoires européens: le réseau NORMAN

Le RTI (Retention Time Index) : solution de référence permettant de corriger les décalages de TR selon les méthodes afin de pouvoir comparer des jeux de données différents, utiliser des bases de données de diverses origines etc...

Digital Sample Freezing Platform : Echantillothèque digitale d'échantillons (spectres) géoréférencés

NORMAN Massbank: base de données de spectres (dont HRMS)

Conclusions

Le screening environnemental :

- un outil de Recherche mais aussi un potentiel atout pour la surveillance

- Une nécessité d'homogénéiser les pratiques dans cet objectif
 - AQUAREF
 - GT national « NTS » : lieu d'échange

- Un besoin de communiquer sur les possibilités et les limites

- Encore des travaux à mener....

Merci !

ANNEXE 3 : 14th ANNUAL LC/MS/MS WORKSHOP ON ENVIRONMENTAL APPLICATIONS AND FOOD SAFETY

How solid phase extraction conditions affect suspect and non-target screening for the evaluation of surface water contamination

Bénilde Bonnefille¹, Céline Guillemain¹, Anne Togola², Coralie Soulier², François Lestremau³, Daniel Léonço³, Sophie Lardy-Fontan⁴, Julie Cabillic⁴, Cécile Miège¹, Christelle Margoum¹

1 Irstea, Lyon, France, cecile.miege@irstea.fr;

2 BRGM, F-45060 Orléans, France;

3 INERIS, Verneuil-en-Halatte, France;

4 LNE, Paris, France

Identifying organic contaminants present in aquatic environments is of major concern for water quality monitoring. New analytical and data treatment tools have been developed to meet this challenge. The sample preparation before analyses is the first crucial step to be optimized before using suspect and non-target-screening approaches for qualitative evaluations of water pollution by contaminants from various chemical and usage families.

As part of the action of Aquaref, which is the French reference laboratory for environmental monitoring in the Water Framework Directive, different solid phase extraction conditions (SPE, n=3 per condition) were tested towards UHPLC-HRMS (separation by UHPLC carried out with a C18) analysis. The SPE protocols varied according to the extraction phase (Oasis HLB[®] or multilayer cartridge), the elution solvent (methanol or methanol and dichloromethane) and sample pH (pH 3 or 7). To ensure data quality, blank solvents, extracted blanks and quality control (QC) were also injected. The QC sample corresponds to a pool of 5 µL of each sample extract and is injected repeatedly throughout the injection sequence to monitor the analytical repeatability.

By suspect screening strategy, most of the investigated compounds were found in all SPE extracts. The results revealed the presence of contaminants such as pesticides, pharmaceuticals, sweeteners, or anti-corrosive agents. For pesticides, approved (e.g. diuron) and not approved (e.g. terbutryn) compounds were both detected. Concerning the pharmaceuticals, drugs acting on the nervous system were most common (e.g. oxazepam), as well as betablockers (e.g. metoprolol).

The without any a priori non-target approach highlighted that the SPE conditions affect the quality and the interpretation of the data. The number of signals (features) detected by each method varies, as does the number of signals associated with background noise, for each sample preparation method tested. These results support the suspect screening results. Data treatment revealed that the two SPE with Oasis HLB extraction phase at pH 7 (elution with methanol or methanol and dichloromethane) lead to detection of more signals with m/z above 600 Da. Based on the retention time distribution of signals detected for each SPE methods, the multilayered cartridge allowed the extraction of more polar compounds than the other SPE methods. The comparison of all the signals detected with each SPE condition revealed that 31% to 57% of them are specific to only one SPE method.

The evaluation of sample preparation methods prior to suspect and non-target screening is required before data treatment to assess the presence of contaminants in water.

Keywords: Suspect screening; Non-target screening; Sample preparation; Water quality; Organic Contaminants