Outils de traçabilité des analyses de micropolluants dans l'environnement : exemple des pesticides

Béatrice LALERE, Véronique LE DIOURON, Sophie VASLIN-REIMANN
Pôle Chimie et Biologie - Direction Métrologie Scientifique et Industrielle
Laboratoire national de métrologie et d'essai, LNE, 1 rue Gaston Boissier 75724 Paris Cedex 15

LNE
Le progrès, une passion à partager

INTRODUCTION

Un des objectifs prioritaires du laboratoire de métrologie chimique du LNE est la recherche et le développement de méthodes primaires, en vue d'établir la traçabilité des analyses de terrain aux unités du S.I..

L'établissement de la traçabilité métrologique des analyses chimiques implique l'existence d'une chaîne continue entre la définition du mesurande conformément au système international d'unité et le résultat de l'analyse de terrain.

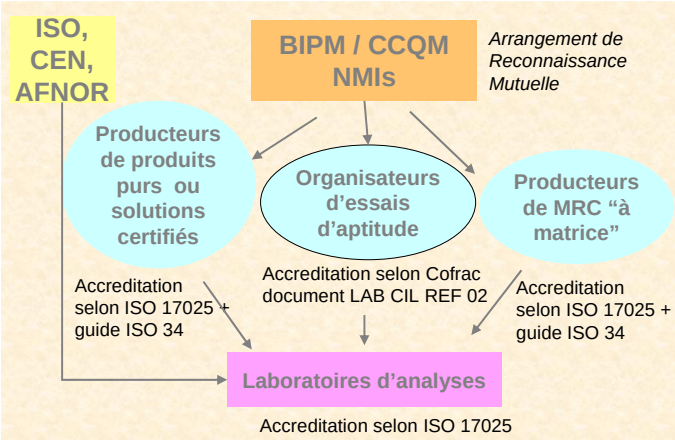
Selon le Comité Consultatif pour la Quantité de Matière, CCQM, une méthode de référence primaire est une méthode :

- ❖ ayant les plus hautes qualités métrologiques,
- ❖ dont la mise en œuvre est entièrement décrite par une équation reliant la mesure à la quantité de substances,
- ❖ pour laquelle un budget complet d'incertitudes est évalué et exprimé en termes d'unités du S.I..

Les méthodes dont les caractéristiques répondent à cette définition ont été identifiées par le CCQM. Il s'agit de la coulométrie, la gravimétrie, la titrimétrie, la dilution isotopique couplée à la spectrométrie de masse (DI-SM) et la calorimétrie différentielle.

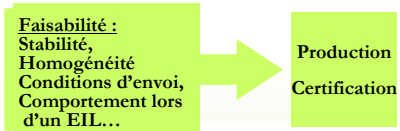
Néanmoins, ces méthodes nécessitent une approche métrologique de manière à prendre en compte l'ensemble de leurs sources d'incertitudes. Leur mise en œuvre est donc le plus souvent complexe, ce qui ne les rend guère applicables aux analyses quotidiennes dans les laboratoires d'analyses chimiques. Les laboratoires nationaux de métrologie les destinent au raccordement de campagnes interlaboratoires et à la certification de matériaux de références (MRC).

SCHEMA DE TRAÇABILITE DES ANALYSES CHIMIQUES



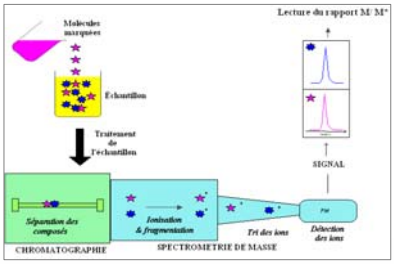
MATERIAUX DE REFERENCE CERTIFIES

Un MRC se doit d'être stable dans le temps et homogène. C'est pourquoi avant d'atteindre la phase de production, il est nécessaire d'en étudier la faisabilité ainsi que la stabilité.



Différentes étapes de l'étude

Afin de développer le MRC, il est nécessaire de disposer d'une méthode de référence basée sur la dilution isotopique. Les méthodes développées doivent permettre le dosage simultané d'un grand nombre de composés et conduire à des seuils de quantification de plus en plus faibles. La chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem (HPLC/MS²) permet d'atteindre ces objectifs.

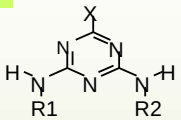


Principe de la DI-HPLC/MS²

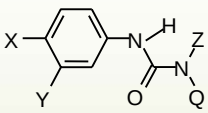
HERBICIDES DANS LES EAUX

Composés

TRIAZINES



PHENYLUREES



MRC : KIT

AMPOULES

CARTOUCHES

Valeurs certifiées

	AMPOULES		CARTOUCHES	
Composé	Concentration (µg/l)	Incertitude élargie k=2 (µg/l)	Concentration (µg/l)	Incertitude élargie k=2 (µg/l)
Atrazine	0,103	0,022	0,395	0,088
DEA	0,098	0,034	0,49	0,12
DIA	0,089	0,025	0,41	0,13
Simazine	0,113	0,029	0,36	0,11
Terbutryne	0,122	0,039	0,407	0,093
Terbutylazine	0,099	0,044	0,39	0,10
Chlortoluron	0,116	0,029	0,39	0,11
Diuron	0,104	0,019	0,39	0,12
Isoproturon	0,128	0,032	0,50	0,12
Linuron	0,112	0,038	0,41	0,12

CONCLUSION

Afin de pouvoir répondre aux exigences de la Directive Cadre Eau (DCE), les laboratoires d'analyses doivent développer des méthodes permettant d'atteindre des concentrations proches des niveaux de qualité (NQE). Les MRC font partie des outils permettant de valider et de rendre traçables ces méthodes. Même si leur nombre (20 000) peut paraître élevé, ils ne couvrent qu'une faible part des besoins analytiques pour le contrôle environnemental, et en particulier pour la détermination des composés organiques.

Pendant trois ans, le LNE a donc développé un MRC pour l'analyse des herbicides dans les eaux. A travers cette étude, il a acquis la méthodologie permettant de développer des MRC pour des analytes instables dans l'eau.

MIEUX CONNAÎTRE LES USAGES DE PESTICIDES POUR COMPRENDRE LES EXPOSITIONS / 11-12 MARS 2009 - PARIS

Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

ORP Observatoire des Résidus de Pesticides

afsset