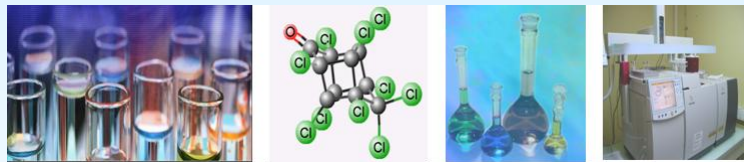




Dosage des Pesticides au Laboratoire Départemental de Martinique



GREPHY 10 Novembre 2009

1

L'Unité des micropolluants Organiques



Recrutement du personnel en 2008

- 3 personnes
- Une ingénieur
- Deux techniciennes

GREPHY 10 Novembre 2009



Matériel de l'UMPO

Équipements modernes

- Des extracteurs
- Des concentrateurs
- Un chromatographe en phase gazeuse couplé à un détecteur ECD
- Un chromatographe couplé à un spectromètre de Masse



GREPHY 10 Novembre 2009



Les Extracteurs

Extraction liquide-liquide



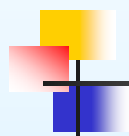
Extraction des sols



Extraction à chaud et à haute pression

GREPHY 10 Novembre 2009





Les Concentrateurs

Turbo-Vap pour les liquides



Évaporation sous courant d'azote

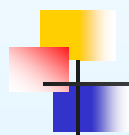
Genevac Sol



Évaporateur centrifuge



GREPHY 10 Novembre 2009



Chromatographie gazeuse



2 Détecteurs spécifiques

- **Détecteur à capture d'électron** : spécifique aux composés organochlorés
- **Détecteur thermoionique** : spécifique aux composés organophosphorés



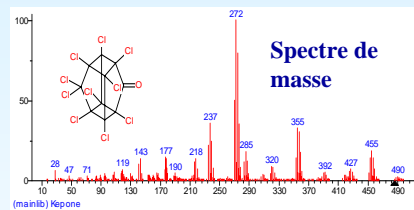
GREPHY 10 Novembre 2009

Chromatographie gazeuse couplés à un détecteur de masse



Détecteur universel

obtention d'un spectre de masse
Empreinte digitale de la molécule



GREPHY 10 Novembre 2009



Alimentation en fluide (1)

- Acquisition de générateurs de gaz à des qualités différentes adaptées à chaque application

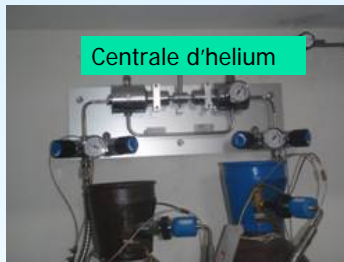


GREPHY 10 Novembre 2009



Alimentation en fluide (2)

- D'importants travaux d'aménagement des salles pour les gaz



Centrale d'hélium



Local de gaz

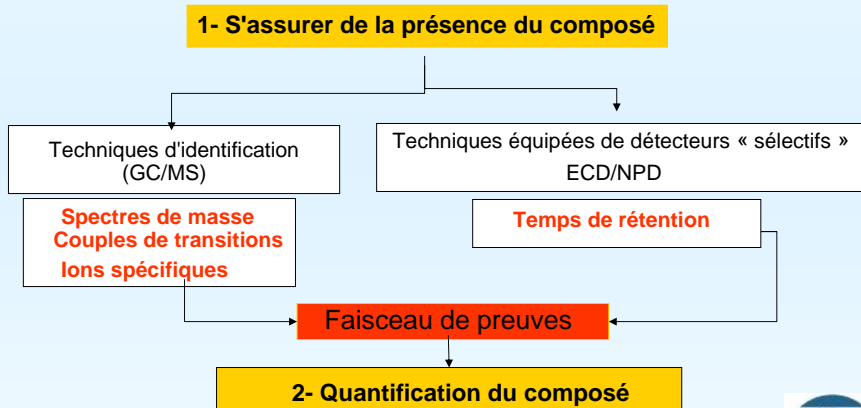


Circuits d'arrivées des gaz

GREPHY 10 Novembre 2009



Stratégie de l'analyse (1)



GREPHY 10 Novembre 2009



Stratégie de l'analyse (2)

3- Obtention du résultat

Vérification des étalonnages. Observation des points de contrôle.

4 – Validation du résultat

*Vérification des traceurs internes ajoutés
Comparaisons des valeurs les deux techniques*

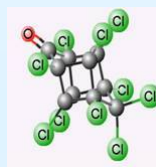
5- Conservation des extraits et des échantillons

GREPHY 10 Novembre 2009



L'Unité des micropolluants Organiques Les Méthodes

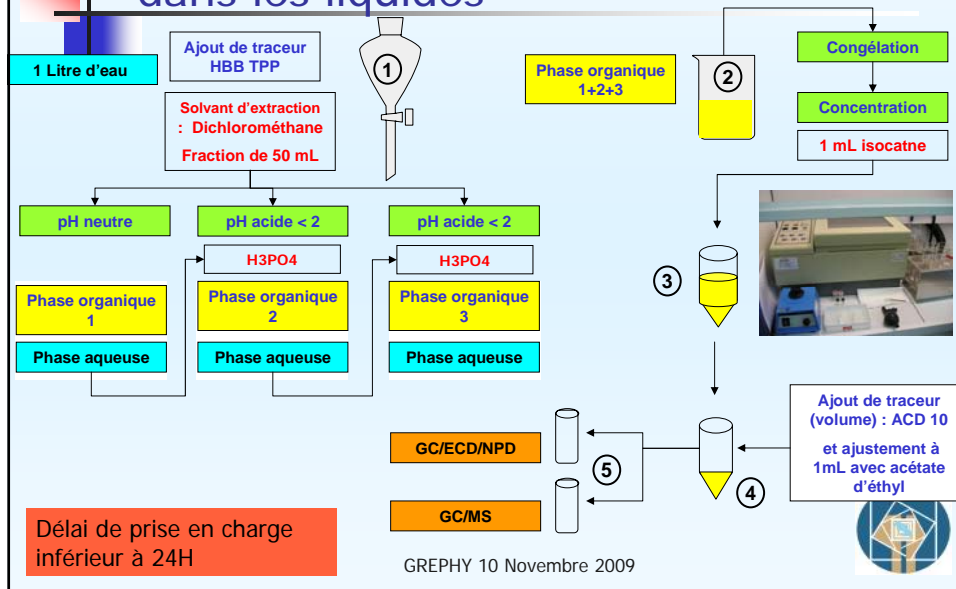
- Dosage des pesticides dans les échantillons liquides
- Dosage des organochlorés dans les sols



GREPHY 10 Novembre 2009



Méthode d'analyse des pesticides dans les liquides



Dosage des pesticides dans les liquides

Exemples de molécules analysées au LDA (familles organochlorés et organophosphorés)

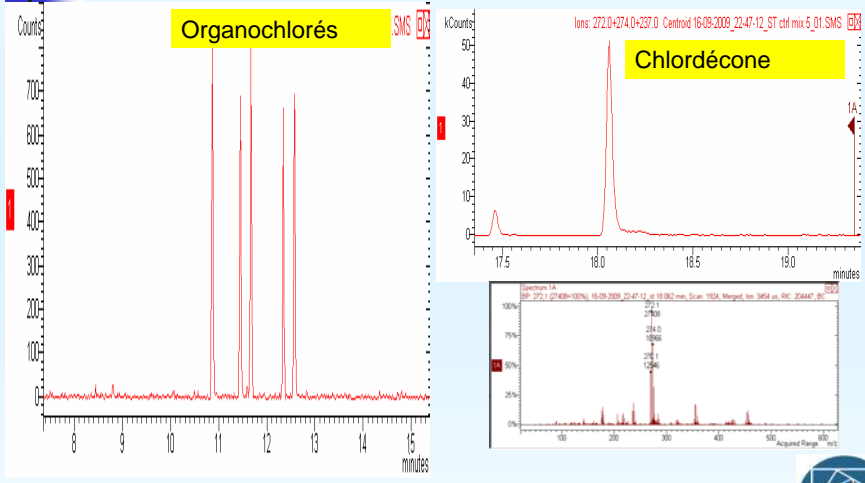
- Extraction liquide liquide au dichlorométhane
- Dosage GC ECD et GC MS



- Aldrine
- Dieldrine
- Heptachlore
- Heptachlore epoxyde endo
- Heptachlore epoxyde exo
- Chlordécone
- Chlordécone 5B hydro
- Endosulfan alpha
- Endosulfan Béta
- Endosulfan sulfate
- Endrine
- HCH Alpha
- HCH Beta
- HCH Delta
- HCH Gamma (Lindane)
- Mirex
- Chlorfenvinphos
- Chlorpyrifos éthyl
- Diazinon
- Parathion ethyl
- Parathion méthyl

GREPHY 10 Novembre 2009

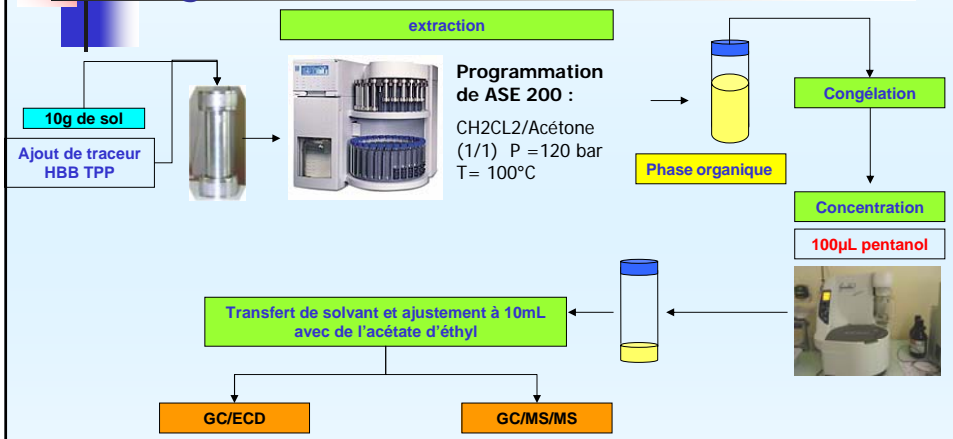
Analyse en GC MS



GREPHY 10 Novembre 2009



Méthode d'analyse des pesticides organochlorés dans les sols



GREPHY 10 Novembre 2009





Dosage des organochlorés dans les sols

- Extraction à haute pression et à haute température / Dosage GC ECD et GC MS MS

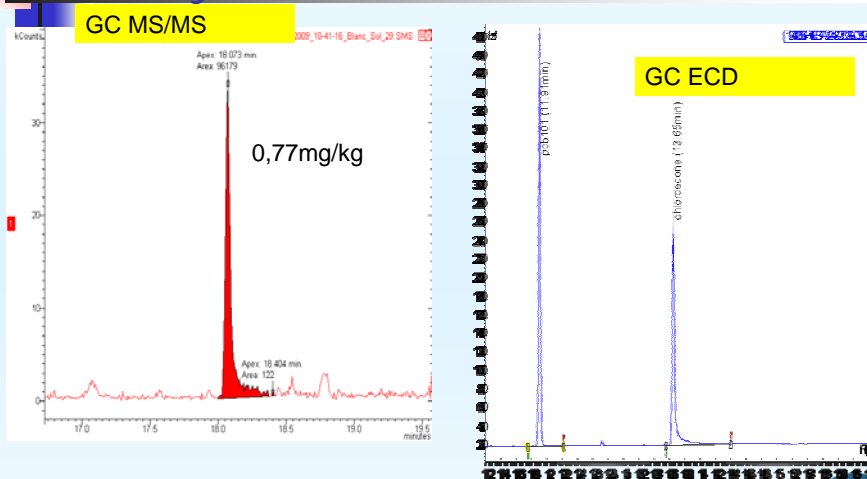
Chlordécone
Chlordécone 5B hydro
HCH Beta
HCH Gamma (Lindane)



GREPHY 10 Novembre 2009



Analyse du chlordécone

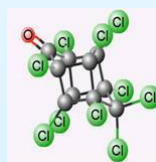


GREPHY 10 Novembre 2009



Validation des méthodes d'analyses

- Application de la norme T90-210 pour les liquides
- Utilisation d'un sol de référence
- Analyses en double avec le LDA26 en septembre 2009



GREPHY 10 Novembre 2009

Validation selon la norme 90-210

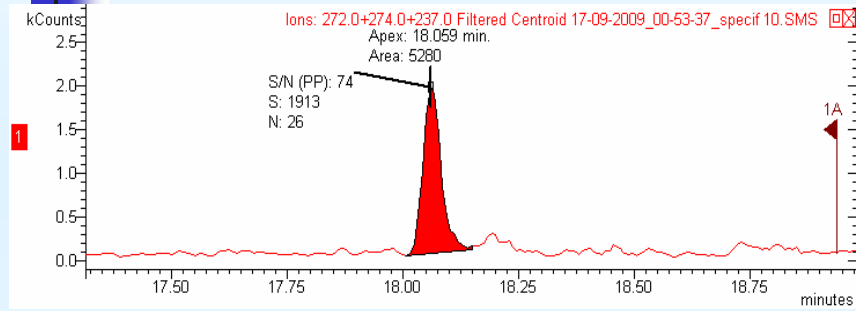
100 analyses environ par composé

Critère testé	Définition	Type d'essai
LINEARITE	S'assurer de la linéarité du domaine d'étalonnage choisi	Injecter 5 gammes d'étalonnage
ETUDE DE LA LIMITE DE QUANTIFICATION	S'assurer de la justesse et de la fidélité de la limite de quantification choisie	Extraire et injecter 10 préparation de LQ dans des condition de répétabilité et reproductibilité
ETUDE DE RENDEMENT D'EXTRACTION	S'assurer que le type d'extraction permet la récupération des molécules	Doper chaque type d'eau sur tout le domaine d'étalonnage
ETUDE DE L'EXACTITUDE	S'assurer de la justesse et la fidélité des mesures dans sur le domaine de travail	Extraire et injecter 10 préparation à au moins 3 niveaux différents dans des condition de répétabilité et reproductibilité
EVALUATION DE L'INCERTITUDE DE MESURE	Évaluer l'incertitude de mesure au niveau de la LQ et du contrôle	Mise en place de la méthode GUM



GREPHY 10 Novembre 2009

Les limites de quantification



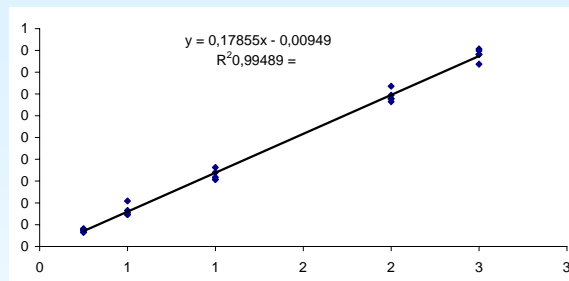
Chlordécone : 10µg/l en solvant, équivalent à 0,010µg/l dans l'eau et 10µg/kg dans les sols

GREPHY 10 Novembre 2009



Chlordécone T90-210

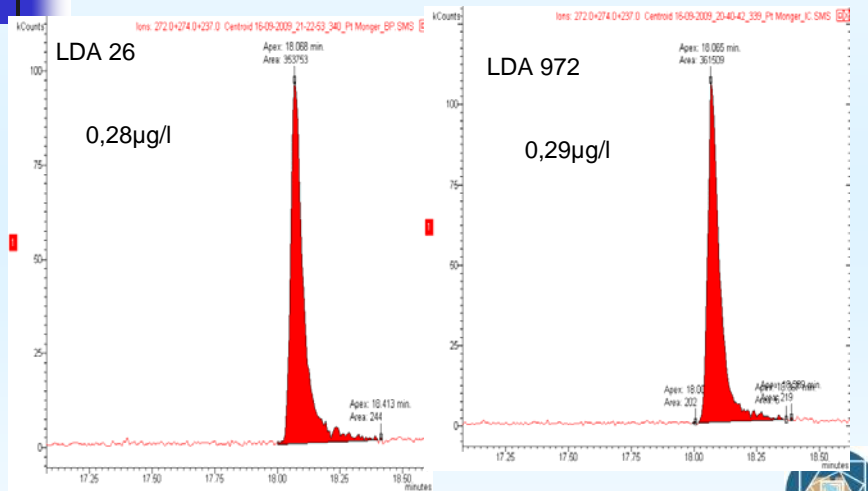
date	niv1 0,25	niv2 0,5	niv3 1	niv4 2	niv5 2,5	coefficient de détermination	coefficient de corrélation	CV résiduel
09.06.09	0,040	0,073	0,154	0,339	0,441	0,997553	0,998776	4,7%
25.06.09	0,038	0,082	0,170	0,368	0,453	0,999467	0,999734	2,2%
03.07.09	0,032	0,077	0,159	0,332	0,418	0,999932	0,999966	0,8%
09.07.09	0,040	0,073	0,154	0,339	0,441	0,997553	0,998776	4,7%
22.07.09	0,036	0,104	0,182	0,347	0,449	0,996587	0,998292	5,2%
effectif	5	5	5	5	5			
moyenne	0	0	0	0	0			
Ecart-type	0	0	0	0	0			
CV	8,9%	15,9%	7,3%	4,0%	3,1%			



GREPHY 10 Novembre 2009



Analyse de chlordécone (Matrice réelle)



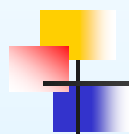
GREPHY 10 Novembre 2009

Essais Interlaboratoires

- BIPEA
- LDA26



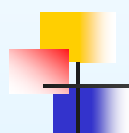
GREPHY 10 Novembre 2009



Résultats BIPEA Avril 2009

	Analyse ORGANO-CHLORES	Valeur à trouver	Valeur labo UMPO du LDA	z- score	Qualité de l'analyse
	Aldrine	41,30	50,00	0,70	Satisfaisant
	Dieldrine	64,80	60,00	-0,25	Satisfaisant
	Endosulphan alpha	49,30	37,00	-0,83	Satisfaisant
	HCH alpha	59,70	49,00	-0,60	Satisfaisant
	Lindane	60,90	47	-0,76	Satisfaisant

GREPHY 10 Novembre 2009



Résultats BIPEA Avril 2009

	Analyse ORGANO-PHOSPHORES	Valeur à trouver	Valeur labo UMPO du LDA	z- score	Qualité de l'analyse
	Chlorpyriphos ethyl	177,60	151,00	-0,50	Satisfaisant
	Diazinon	170,20	156,00	-0,28	Satisfaisant
3.	Parathion-ethyl	199,70	226,00	0,44	Satisfaisant

GREPHY 10 Novembre 2009



Financements

PHASE 1 : 2008-2009

50% : Fonds Européen
50% Conseil Général

Postes	Coût (€TTC)
TRAVAUX	
réaménagement des locaux et mise en place de structure modulaire	135 000
FORMATION	
Stage pour 3 personnes au laboratoire de Valence, transfert technologique	35 000
MATERIELS	
Chromatographie gazeuse GC/MS	206 143,50
Chromatographie gazeuse GC/ECD/NPD	46 215,00
Matériel de préparation d'échantillons	57 681,82
Générateur de gaz	45 497,63
Divers petits matériels	7 412,70
Sous-total matériels	362 950,65
TOTAL	532 950,65

Phase 1 terminée



Financements

PHASE 2 : 2009-2010

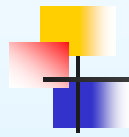
50% : Fonds Européen
50% Conseil Général

MATERIEL	
Type	Estimation (€HT)
Acquisition d'une chromatographie liquide couplée à une spectrométrie de masse HPLC/MS	280 000,00
Un prospek pour extraction en ligne (Paraquat, Aldicarbe sulfone...)	50 000,00
Une chaîne HPLC avec un détecteur fluorescence et DAD et un passeur (glyphosate)	40 000,00
TOTAL	370 000,00

Analyse des propositions des entreprises, en cours, dans le cadre de l'appel d'offre ouvert

GREPHY 10 Novembre 2009

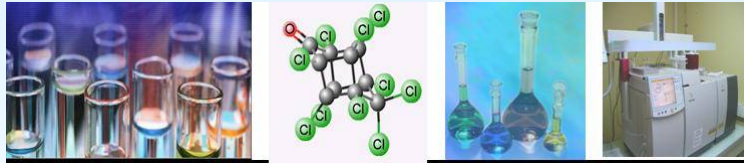




L'Unité des micropolluants Organiques

Démarrage des activités d'analyse

3 novembre 2009



GREPHY 10 Novembre 2009