

Caractérisation des émissaires gazeux du bassin de Lacq

Hugues PREUD'HOMME Responsable scientifique

Hervé GARRAUD Coordinateur projet



Inventaire des sources

- réalisé par les industriels -

Liste exhaustive des points d'émission

Référencement par atelier de production

Fréquence ou durée de fonctionnement

Accessibilité du point (évent, trappe normalisée, etc...)

Listes des risques

Caractéristiques des flux

Composition connue ou supposée (eau, poussières, espèces majeures)

Débit

Température

Choix des techniques d'analyses

Tableau des méthodes proposées

- CATÉGORIE DE COMPOSÉS
- PHASE
- TYPE DE PRÉLÈVEMENT
- DOMAINE D'APPLICATION PRÉLÈVEMENT
- LIMITATIONS PRÉLÈVEMENT
- TYPE D'ANALYSES
- DOMAINE D'APPLICATION ANALYSES
- LIMITATIONS ANALYSE
- LQ
- RÉFÉRENCE NORMES / BIBLIOGRAPHIE

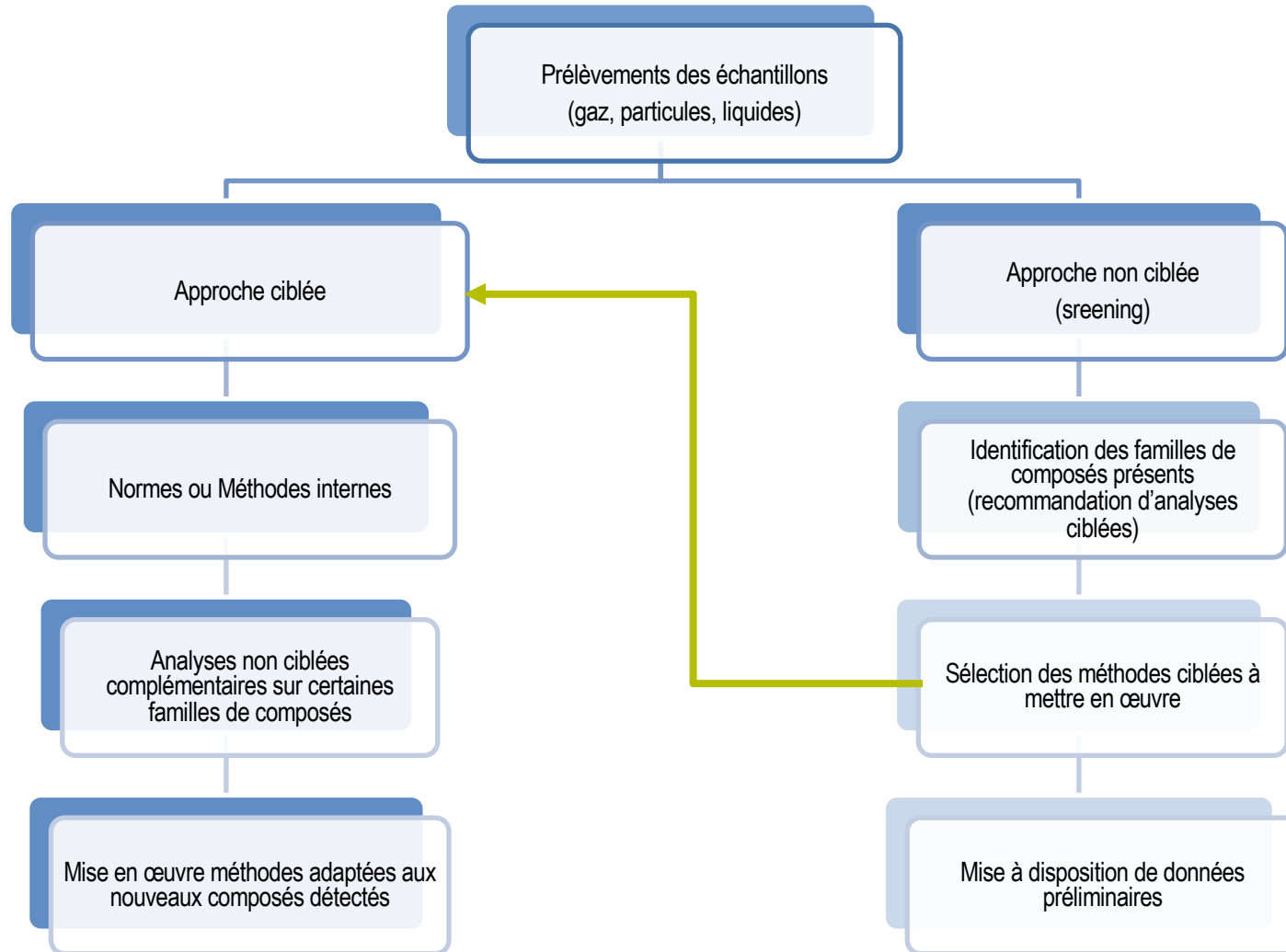
TABLEAU « [APPROCHES ANALYTIQUES](#) »

Rapprochement par point de prélèvement

- Création d'un fichier plan analytique issu de l'inventaire
- Définition du plan analytique par point de prélèvement et par inventaire (remise d'un tableau xl bilan par industriel)

NB : Pour l'évaluation d'émission à partir de liquides (bacs, STEB,...), possibilité d'approches par caractérisation, « headspace » ou « purge and trap ».

Déploiement des " METHODES "



INVENTAIRES des émissaires

Le projet de caractérisation des inventaires EN CHIFFRES

Près de **600** points de
prélèvement pour **15** lotis



+ **5400** situations identifiées
(1 composé pour 1 point de
prélèvement)

+ de **8500** analyses
(base de 3 répliques par point)



2 approches analytiques possibles
(ciblées et non ciblées)
66 types d'analyses répertoriées

COVEL – Analyses non ciblées: GC/UHPLC...Gaz/Liquides/Particulaires...

Dr. Preud'homme Hugues¹. (HDR)

1: IPREM-UMR5254, E2S UPPA, Pau, France

hugues.preudhomme@univ-pau.fr



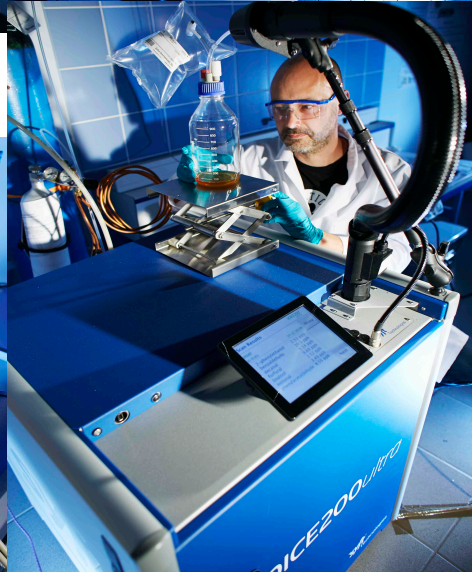
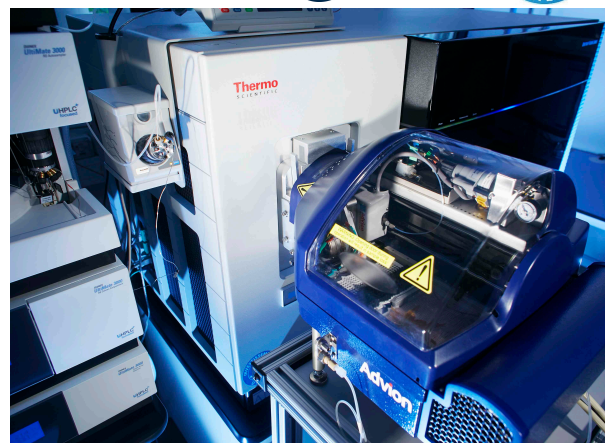
UNE DIVERSITE DE MOYENS ANALYTIQUES UNIQUE



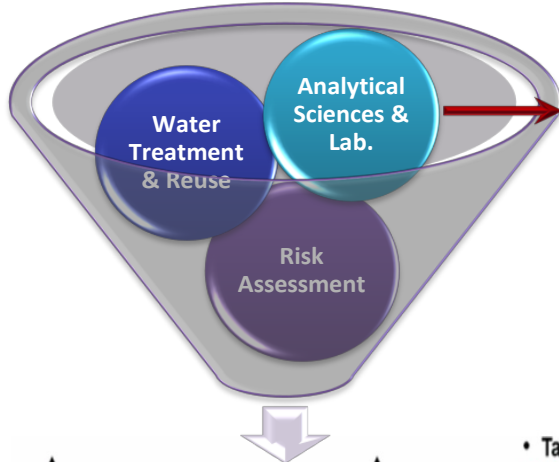
Un centre d'expertise en spectrométrie de masse:

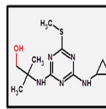
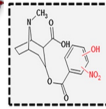
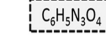
20M€ HT CAPEX au cours des 15 dernières années

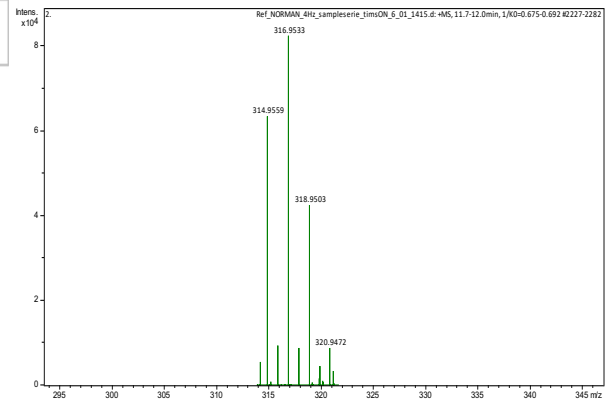
- **2018 1er High Definition Hybrid Ion Mobility - Mass Spectrometer.** <ppb Full Scan.
- 20-30,000 m/z mass range; > 5 dynamic orders...
- 10,000 Hz acquisition rate, 10 Bits DAC...
- Chromatographie (UPLC 1D/2D Acquity Waters, GC Scion Bruker, Triversa nanomate,...)
- Biggest European ICPCMS center (8 ICPCRCMS, 3 SP-ICPCRCMS(MS) 2016, 2 ICPCRMS, 2 MC-ICPCRMS ...)
- 1er GC/EA-IRMS (2015) in UPPA
- 1PyrGCMS
- **Mars 2021, MultiQuad-ICPMSMS avec SP/SC, GC & LC (1er installation en Europe). 70 elts en 2'30 (<0,01ppt)**



Non Target Screening (NTS): Principes et pré-requis

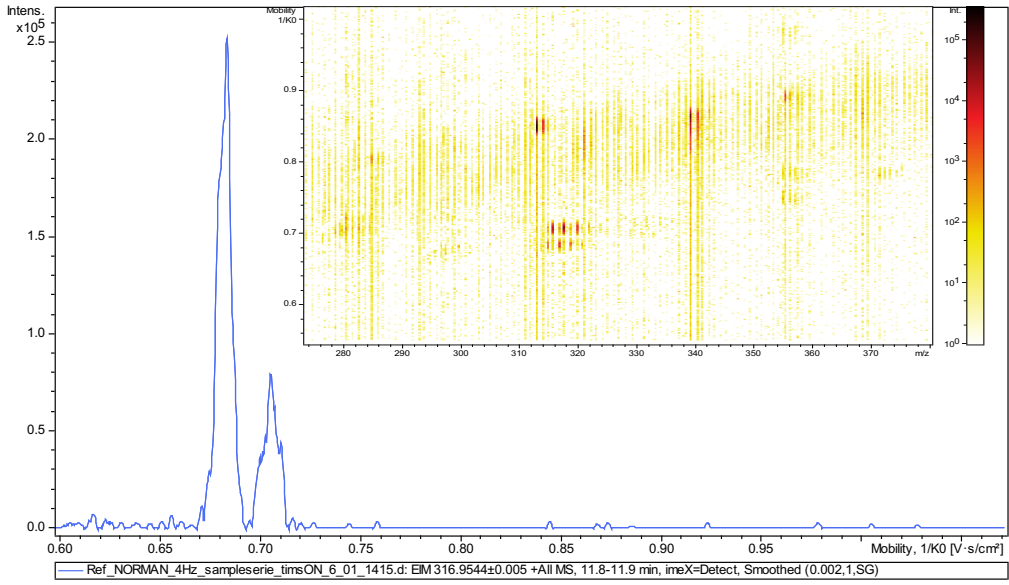
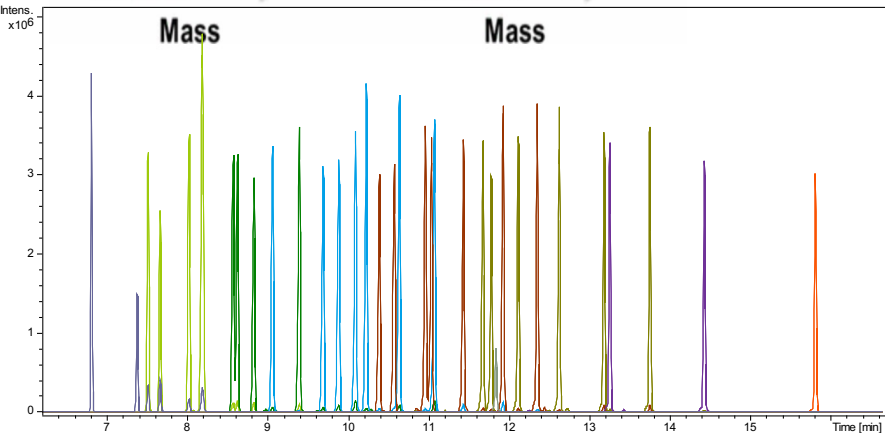
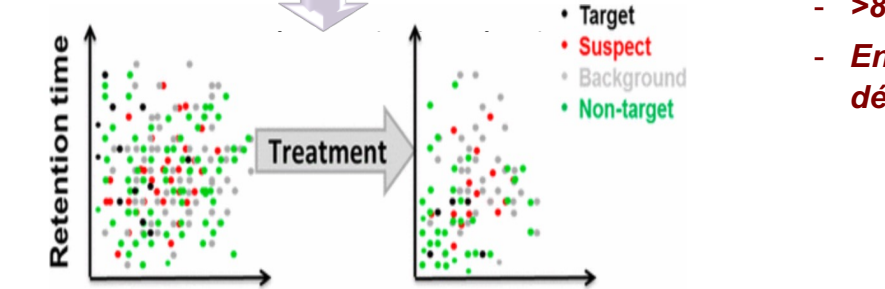


Example	Identification confidence	Minimum data requirements
	Level 1: Confirmed structure by reference standard	MS, MS ² , RT, Reference Std.
	Level 2: Probable structure a) by library spectrum match b) by diagnostic evidence	MS, MS ² , Library MS ² MS, MS ² , Exp. data
	Level 3: Tentative candidate(s) structure, substituent, class	MS, MS ² , Exp. data
$C_6H_5N_3O_4$	Level 4: Unequivocal molecular formula	MS isotope/adduct
192.0757	Level 5: Exact mass of interest	MS



Rappel, dans notre environnement:

- >80,000 contaminants connus et synthétiques peuvent être présents
- En considérant, leurs métabolites, produits secondaires ou de dégradation, leurs isotopes ou adduits, 2,5 Millions de features



- ref_pcb_Tol_3Hz_26min_2_01_1320.d: EIC 221.9997±0.005 +All MS
- ref_pcb_Tol_3Hz_26min_2_01_1320.d: EIC 255.9608±0.005 +All MS
- ref_pcb_Tol_3Hz_26min_2_01_1320.d: EIC 291.9189±0.005 +All MS
- ref_pcb_Tol_3Hz_26min_2_01_1320.d: EIC 325.8799±0.005 +All MS
- ref_pcb_Tol_3Hz_26min_2_01_1320.d: EIC 359.8410±0.005 +All MS
- ref_pcb_Tol_3Hz_26min_2_01_1320.d: EIC 393.8020±0.005 +All MS
- ref_pcb_Tol_3Hz_26min_2_01_1320.d: EIC 429.7601±0.005 +All MS
- ref_pcb_Tol_3Hz_26min_2_01_1320.d: EIC 497.6821±0.005 +All MS
- ref_pcb_Tol_3Hz_26min_2_01_1320.d: EIC 316.9544±0.005 +All MS

Spectrométrie de masse haute résolution & mobilité ionique

Applications (prospectives & recherche) :

➤ Mobilité Ionique et Screening non ciblé (Broadband MS & MSMS):

Détermination et Identification UNIVOQUE de « nouvelles » molécules ou molécules inconnues ou dont on ne suspecte pas la présence

Ajout d'une dimension séparative orthogonale (Mobilité Ionique) capable de séparer des espèces y compris isobariques (même masse exacte) en fonction de leur conformation 3D

Exemple: analyse directe, identification de conformères, levée de doute dans le cas de coélution, MSMS sur l'ensemble des ions, Filtre en amont de la masse...

→ *Spectres MSMS et Empreintes Isotopiques PURES, Mesure de CCS...*



Utilisation d'**outils statistiques** intégré aux logiciels de post-traitement



Spécificité unique, Séparation Orthogonale +
=
Composition élémentaire univoque, pas de coélution ou spectres de mélange



Clear MSMS & Isotopic Pattern
=
élucidation structurale 3D et de conformation



Strengths

- **Laboratoire fonctionnel et experts en place**
- Analyse et empreinte moléculaire globale à haute résolution spécifique et efficace à cout modéré
- **Analyse retrospective possible**
- Souplesse et adaptabilité face aux imprévus
- **Analyse directe en // par GC-APCI-timsTOF & GC-EI-MS**

Opportunities

- **1er exercice du genre à grande échelle**
- Constitution d'une base de données et d'une experience unique (// à Rousse CO2)
- **Acquisition d'une connaissance améliorée du sujet des rejets, des contraintes du NTS et du management du risque**
- Alerte sur des familles non screenées, sur l'absence d'autres et enfin sensibilization sur la qualité du sampling

Weaknesses

- Engagement des partenaires sur nos contraintes de temps
- **Compréhension de nos contraintes recherches par nos parteanires/prestataires et par les instances**
- Absence de Directives/Normes/ Base de données
- **Difficulté de coordination, logistique & gestion des priorités opérationnelles en regard des contraintes analytiques ou recherche**

Threats

- Appétit et acceptance social limités
- **Défiance par rapport à la technologie ou des approches nouvelles ou en rupture**
- Nouvelle règles d'ionisation (M+,M+H+, M+N+, ...)
- **Crainte sur la publication de résultats pris hors contexte**
- Masse des données et temps de traitement initial (Algorithme, et sans AI & ML)

Merci à la Région Nouvelle Aquitaine pour le support financier

Merci aux industriels, la DREAL et autres partenaires pour leur confiance

Merci pour votre attention et pour vos questions futures....

