

Congrès International de Métrologie Lille 2007

Proposition de communication

Evaluer les incertitudes associées aux rendements d'extraction : un challenge pour l'analyste. Application à l'analyse de spéciation du sélénium dans des levures par HPLC-ID-ICP-MS

Evaluation of uncertainties of extraction recovery : a challenge for the analyst. Application to selenium speciation in yeasts by HPLC-ID-ICP-MS

Sébastien SANNAC

Laboratoire national de métrologie et d'essais

De nos jours, l'analyse d'un élément depuis un échantillon ne se fait plus seulement sur la teneur totale de celui-ci. En effet, cette information ne nous donne qu'une indication parcellaire de l'interaction de l'élément avec l'environnement. Pour comprendre pleinement son impact, il est essentiel de déterminer les différentes formes sous lesquelles l'élément est rencontré dans l'échantillon, c'est à dire réaliser une analyse de spéciation.

Mais actuellement le manque de matériaux de référence limite la validation des méthodes d'analyses. Dans notre programme de recherche, nous mettons en place un protocole de dosage des différentes formes du sélénium. Les composés sont séparés par chromatographie liquide haute performance (HPLC), reliée en ligne à une détection par un spectromètre de masse à couplage inductif du plasma (ICP-MS), le dosage est réalisé par dilution isotopique (ID). L'objectif étant de pouvoir disposer d'une méthode de référence primaire dont les incertitudes sur la mesure sont pleinement connues pour permettre la certification de matériaux de référence. La démarche pour réaliser une analyse de spéciation est composée de plusieurs étapes essentielles. L'une d'entre elles, et des plus importantes, est l'extraction des formes du sélénium depuis notre échantillon solide pour leur passage en chromatographie liquide. La difficulté provient de la nécessité d'être quantitatif sans pour autant modifier la spéciation originelle de nos analytes contenus dans notre échantillon.

A partir de levures, nous avons comparé l'efficacité de différents solvants et méthodes pour extraire les formes du sélénium. Les rendements d'extraction ont été calculés et leur incertitude déterminée. Plusieurs matrices de levures ont été étudiées afin de s'assurer de la reproductibilité des extractions dans ce type de matrice.

E-Mail: sebastien.sannac@lne.fr