

Rapport de laboratoire – programme de Biomonitoring humain Wallon
(phase substances supplémentaires)
Dosage du Nickel en matrice urinaire

Octobre 2022

Professeur Vincent Haufroid
Chef de Service Adjoint

Ingénieure Gladys Deumer
Responsable opérationnelle

Laboratoire de Biochimie Analytique
Département des laboratoires cliniques
Cliniques universitaires Saint-Luc
Avenue Hippocrate 10, B-1200 Bruxelles

Table des matières :

| | |
|--|--------|
| 1. Méthodologie utilisée | page 3 |
| 2. Planning de la réalisation des mesures | page 3 |
| 3. Résultats des analyses | page 4 |
| 4. Contrôles de qualité externe | page 5 |

Annexe 1 : Certificats fournis par le German External Quality Assessment Scheme (G-EQUAS)

1. Méthodologie utilisée :

Les différents échantillons urinaires ont été analysés dans le laboratoire de Biochimie Analytique au sein du Département des laboratoires cliniques des Cliniques Universitaires Saint-Luc (Avenue Hippocrate 10, 1200 Bruxelles). Les analyses ont été réalisées à l'aveugle, c'est-à-dire en fonction de numéros séquentiels fournis par l'ISSeP sans connaissance de la provenance des différents échantillons.

Les différents éléments traces ont été quantifiés au moyen d'une **méthode par plasma à couplage inductif avec détection par spectrométrie de masse en tandem (ICP-MS/MS)** sur un équipement Agilent 8900 Triple Quadrupole ICP-MS en suivant la procédure validée en interne au laboratoire (BIOCA-SOP-2653, dosage des métaux urinaires).

Brièvement, les échantillons urinaires (500 µl de prise d'échantillon) ont été dilués quantitativement (1+9) avec une solution HNO₃ 1%, HCl 0,5% dans l'eau nanopure qui contenait les différents standards internes (Sc, Ge, Rh et Ir). Les différents isotopes quantifiés ainsi que les modes utilisés et les limites de détection et de quantification sont présentés dans le tableau 1.

Tableau 1 :

| | LOD (µg/L) | LOQ (µg/L) | Isotope mesuré | Mode utilisé |
|--------|------------|------------|----------------|--------------|
| Nickel | 0.08 | 1.00 | 60Ni | Hélium |

Lors de chaque série d'analyse, des contrôles internes de concentration 0.50 µg/L et 1.00 µg/L ont été analysés au début et à la fin de chaque run (concentrations 10 fois plus faibles pour les deux éléments suivants : Béryllium et Thallium).

De la même manière, trois contrôles certifiés ont été analysés au début et à la fin de chaque série d'analyse. Il s'agit des contrôles suivants :

ICP1814 ; Institut national de santé publique, Québec, programme d'assurance qualité externe multiélément (QMEQAS), contrôle QMEQAS 1814.

ICP1905 ; Institut national de santé publique, Québec, programme d'assurance qualité externe multiélément (QMEQAS), contrôle QMEQAS 1905.

ClinChek® - Control ; Urine control lyophilised for Trace elements level 1 (Ref.8847), RECIPE Chemicals (ci-après dénommé **MU**).

2. Planning de la réalisation des mesures :

Les différents échantillons reçus de l'ISSeP ont été analysés dans 2 séries différentes par Mme Gladys Deumer, responsable opérationnelle du plateau de Biochimie Analytique et spécialisée dans le dosage des métaux par ICP-MS ou ICP-MS/MS.

Série 1 dosée le 07 juillet 2020 lors de la première phase du biomonitoring humain wallon et incluant les échantillons 388 → 500 et 557 → 564 (+ blancs).

Série 2 dosée le 19 septembre 2022 et incluant 106 échantillons sélectionnés par l'ISSeP parmi des échantillons issus de la première phase de biomonitoring humain et stockés en sérothèque.

3. Résultats des analyses :

Les résultats d'analyse de la série 1 ont été transmis à l'ISSEP sous la forme d'un fichier excel le 29 septembre 2022.

Les résultats d'analyse de la série 2 ont été transmis à l'ISSEP sous la forme d'un fichier excel le 28 septembre 2022.

Le résultat des contrôles internes pour le dosage du Nickel urinaire est repris en détail ci-dessous (les valeurs mesurées sont présentées en gras, respectivement en début et fin de run).

Lorsque la limite de quantification pour un élément est supérieure à la valeur d'un contrôle, les résultats de ce contrôle ne sont pas présentés. De la même manière, lorsqu'un contrôle ne contient pas une valeur certifiée pour un élément ou lorsque le dossier de validation ISO15189 a exclu une combinaison élément/contrôle dans le processus de validation technique, celui-ci n'est pas présenté.

Nickel

Série 1

CTL 1.00 µg/L : **1.10** et **0.93**

ICP1814 : **2.94** et **2.40** (3.22 ; range : 1.70-4.74)

ICP1905 : **44.29** et **42.13** (44.78 ; range : 36.23-52.94)

MU₁₂₂₇ : **3.36** et **2.96** (3.24 ; range 2.59-3.88)

Série 2

CTL 1.00 µg/L : **0.96** et **0.94**

ICP1814 : **2.79** et **2.69** (3.22 ; range : 1.70-4.74)

ICP1905 : **46.27** et **45.01** (44.78 ; range : 36.23-52.94)

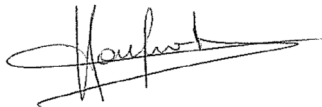
MU₂₁₇₀ : **3.11** et **3.30** (3.25 ; range 2.60-3.90)

4. Contrôles de qualité externe :

Le laboratoire de Biochimie Analytique participe à de nombreux contrôles externes de qualité pour le dosage des métaux en matrice urinaire.

Parmi ceux-ci, le German External Quality Assessment Scheme (**G-EQUAS**) organisé par l'Institute and Out-Patient Clinic for Occupational, Social and Environmental Medicine of the Friedrich-Alexander University of Erlangen, Germany fait office de référence en la matière. Ce contrôle de qualité est organisé deux fois par an (couvrant normalement les périodes février-mai et août-novembre). Les résultats pour notre laboratoire concernant le round le plus proche de nos séries (G-EQUAS 66, deadline for results November, 2020 et G-EQUAS 69, deadline for results May, 2022) est présenté pour le dosage du Nickel urinaire, en **annexe 1** à ce rapport.

Rapport clôturé le 14 novembre 2022,



Professeur Vincent HAUFROID



Ingénieure Gladys DEUMER

ANNEXE 1 : Certificats fournis par le German External Quality Assessment Scheme (**G-EQUAS**)

Prof. Dr. med. H. Drexler
Institute and Outpatient Clinic for Occupational, Social and Environmental Medicine of
the University of Erlangen-Nuremberg
Henkestr. 9-11, D-91054 Erlangen

Intercomparison programme 66, 2020 for toxicological analyses in biological materials

Inst. für Arbeits-, Sozial- und Umweltmedizin, Henkestr. 9-11, 91054 Erlangen

Prof. V. Haufroid - Univ. catholique de Louvain
 Unité de Toxicologie Ind. et Environnementale
 Ave. Hippocrate 10
 1200 Bruxelles
 Belgium

Labor: 902

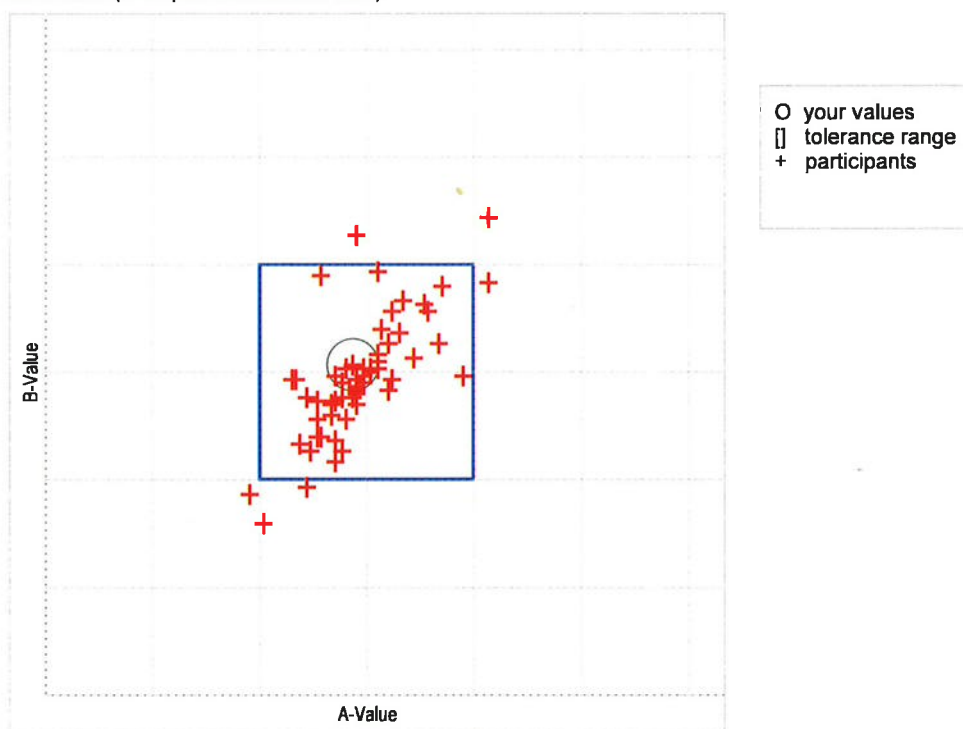


Erlangen, 2021/01/13

Youden Plot

| No. | parameter | evaluation | your results | ref. value | tolerance range | unit |
|-----|-------------|------------|--------------|------------|-----------------|------|
| 23 | Ni in urine | A: + | 11.0 | 11.3 | 9.2 - 13.4 | µg/l |
| | | B: + | 25.6 | 25.4 | 21.8 - 29.0 | µg/l |

Ni in urine (Occupational medical field)



| | | |
|---|----------|------------------|
| | A | B |
| number of participants | 62 | 62 |
| within 3-fold tolerance range | 62 | 62 |
| mean of 3-fold tolerance range | 11.2 | 25.2 |
| standard deviation 3-fold tolerance range | 0.9 | 1.9 |
| both values within tolerance range | | 56 Labs; (90.3%) |

Prof. Dr. med. H. Drexler
Institute and Outpatient Clinic for Occupational, Social and Environmental Medicine of
the University of Erlangen-Nuremberg
Henkestr. 9-11, D-91054 Erlangen

Intercomparison programme 66, 2020 for toxicological analyses in biological materials

Inst. für Arbeits-, Sozial- und Umweltmedizin, Henkestr. 9-11, 91054 Erlangen

Prof. V. Haufroid - Univ. catholique de Louvain
Unité de Toxicologie Ind. et Environnementale
Ave. Hippocrate 10
1200 Bruxelles
Belgium

Labor: 902

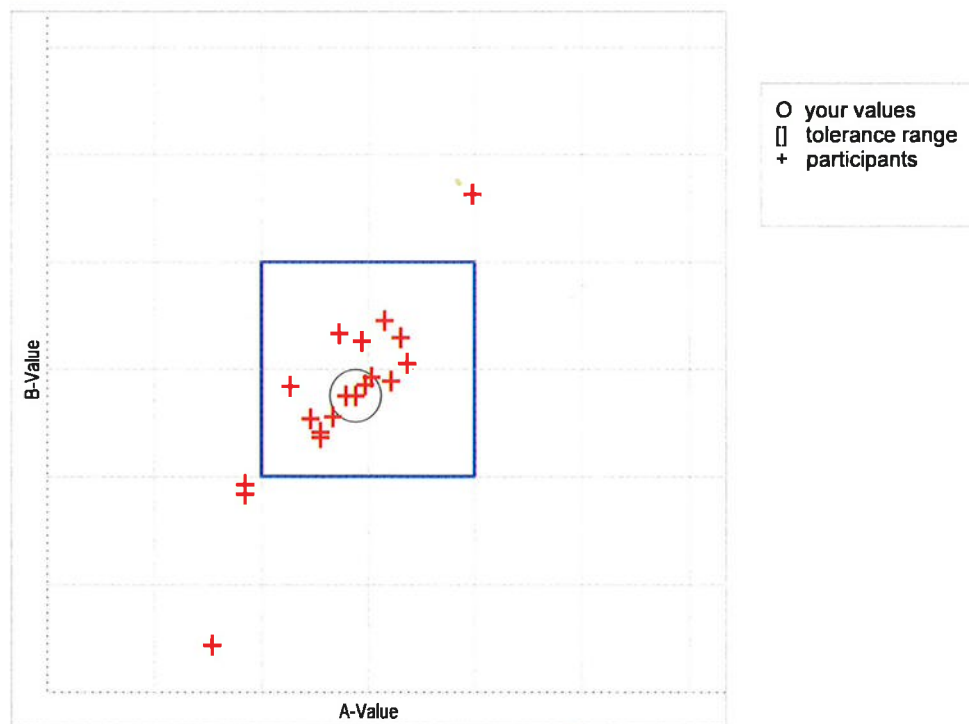


Erlangen, 2021/01/13

Youden Plot

| No. | parameter | evaluation | your results | ref. value | tolerance range | unit |
|-----|-------------|--------------|--------------|--------------|----------------------------|--------------|
| 76 | Ni in urine | A: + B: + | 0.94 2.82 | 0.98 2.96 | 0.65 - 1.31 2.39 - 3.53 | µg/l µg/l |

Ni in urine (Environmental medical field)



| | | |
|---|----------|------------------|
| | A | B |
| number of participants | 21 | 21 |
| within 3-fold tolerance range | 20 | 21 |
| mean of 3-fold tolerance range | 0.89 | 2.81 |
| standard deviation 3-fold tolerance range | 0.18 | 0.45 |
| both values within tolerance range | | 16 Labs; (76.2%) |

Prof. Dr. med. H. Drexler
Institute and Outpatient Clinic for Occupational, Social and Environmental Medicine of
the University of Erlangen-Nuremberg
Henkestr. 9-11, D-91054 Erlangen

Intercomparison programme 69, 2022 for toxicological analyses in biological materials

Inst. für Arbeits-, Sozial- und Umweltmedizin, Henkestr. 9-11, 91054 Erlangen

Prof. V. Haufroid - Univ. catholique de Louvain
 Unité de Toxicologie Ind. et Environnementale
 Ave. Hippocrate 10
 1200 Bruxelles
 Belgium

Labor: 902

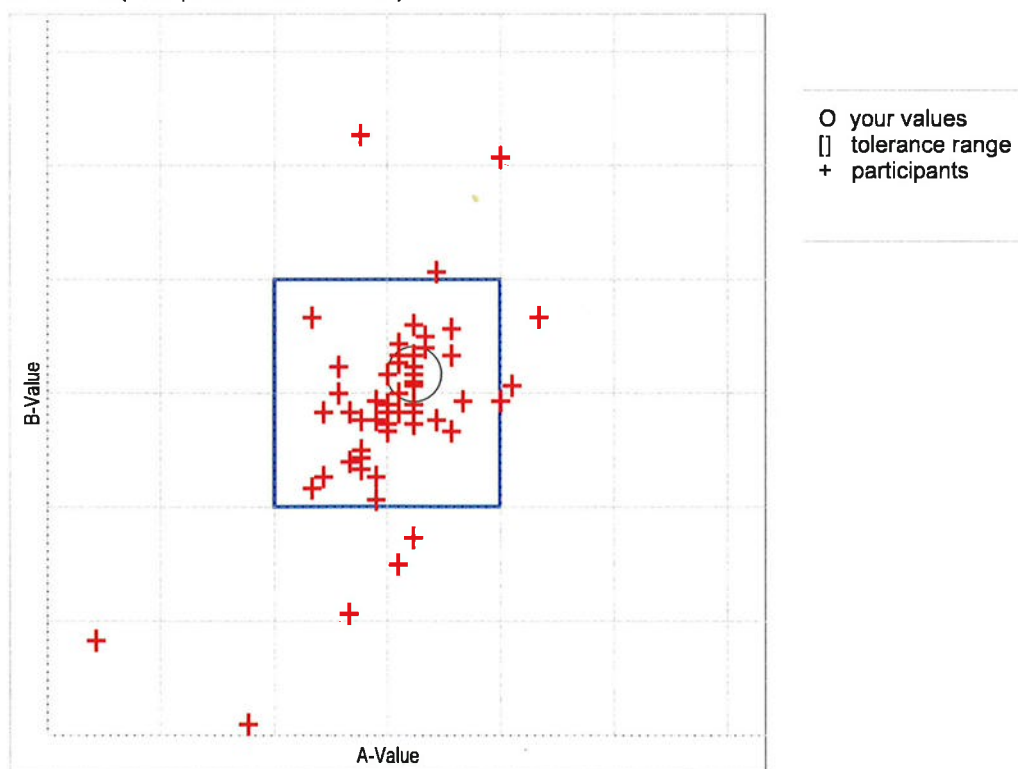


Erlangen, 2022/07/14

Youden Plot

| No. | parameter | evaluation | your results | ref. value | tolerance range | unit |
|-----|-------------|------------|--------------|------------|-----------------|------|
| 23 | Ni in urine | A: + | 3.7 | 3.5 | 2.6 - 4.4 | µg/l |
| | | B: + | 19.2 | 18.9 | 17.1 - 20.7 | µg/l |

Ni in urine (Occupational medical field)



| | | |
|---|----------|------------------|
| | A | B |
| number of participants | 63 | 63 |
| within 3-fold tolerance range | 61 | 61 |
| mean of 3-fold tolerance range | 3.5 | 18.7 |
| standard deviation 3-fold tolerance range | 0.5 | 1.5 |
| both values within tolerance range | | 50 Labs; (79.4%) |

Prof. Dr. med. H. Drexler
Institute and Outpatient Clinic for Occupational, Social and Environmental Medicine of
the University of Erlangen-Nuremberg
Henkestr. 9-11, D-91054 Erlangen

Intercomparison programme 69, 2022 for toxicological analyses in biological materials

Inst. für Arbeits-, Sozial- und Umweltmedizin, Henkestr. 9-11, 91054 Erlangen

Prof. V. Haufroid - Univ. catholique de Louvain
 Unité de Toxicologie Ind. et Environnementale
 Ave. Hippocrate 10
 1200 Bruxelles
 Belgium

Labor: 902

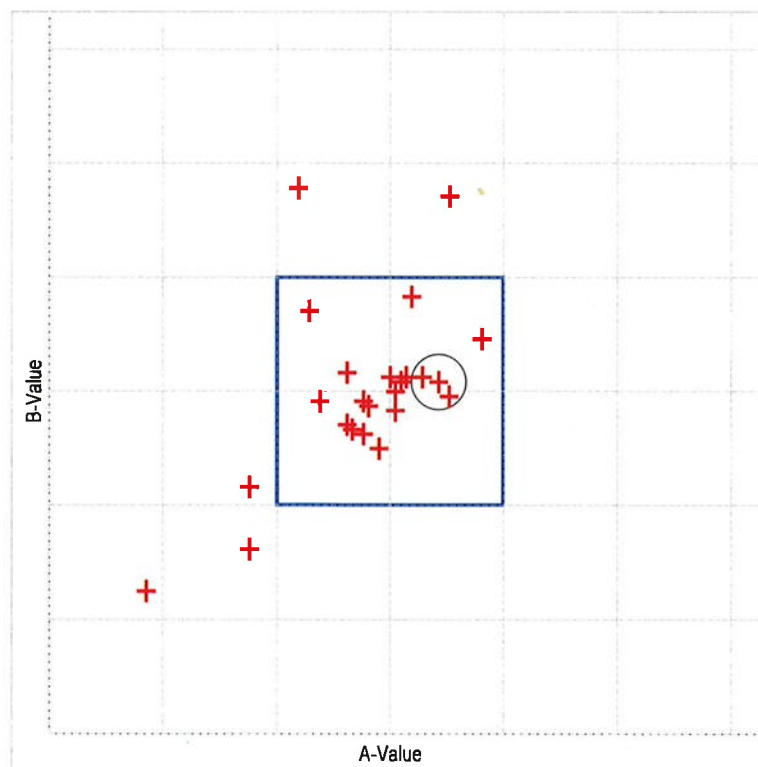


Erlangen, 2022/07/14

Youden Plot

| No. | parameter | evaluation | your results | ref. value | tolerance range | unit |
|-----|-------------|--------------|--------------|--------------|----------------------------|--------------|
| 76 | Ni in urine | A: + B: + | 0.76 0.99 | 0.67 0.97 | 0.46 - 0.88 0.73 - 1.21 | µg/l µg/l |

Ni in urine (Environmental medical field)



O your values
 [] tolerance range
 + participants

| | | |
|---|----------|------------------|
| | A | B |
| number of participants | 28 | 28 |
| within 3-fold tolerance range | 25 | 26 |
| mean of 3-fold tolerance range | 0.62 | 0.99 |
| standard deviation 3-fold tolerance range | 0.13 | 0.18 |
| both values within tolerance range | | 20 Labs; (71.4%) |