



HAL
open science

Les QuEChERs pour l'analyse GC-MS des Polychlorobiphényles (PCB) dans la viande, une nouvelle alternative

Sylvie S. Chevolleau, Ndeye Dieng, Emma Sanna, Alyssa Bouville, Erwan Engel, Frédéric Mercier, jérémy ratel, Laurent Debrauwer

► **To cite this version:**

Sylvie S. Chevolleau, Ndeye Dieng, Emma Sanna, Alyssa Bouville, Erwan Engel, et al.. Les QuEChERs pour l'analyse GC-MS des Polychlorobiphényles (PCB) dans la viande, une nouvelle alternative. SEP23, Mar 2023, Paris, France. hal-04404889

HAL Id: hal-04404889

<https://hal.science/hal-04404889>

Submitted on 19 Jan 2024

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Les QuEChERS pour l'analyse GC-MS des Polychlorobiphényles (PCB) dans la viande, une nouvelle alternative.

Sylvie Chevolleau^{1,2}, Ndeye Dieng^{1,2}, Emma Sanna^{1,2}, Alyssa Bouville^{1,2}, Erwan Engel³, Frédéric Mercier³, Jérémy Ratel³, Laurent Debrauwer^{1,2}

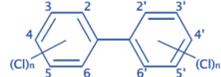
¹ Toxalim (Research Center in Food Toxicology), INRAE, ENVT, INP-Purpan, Université de Toulouse, F-31027 Toulouse, France

² Axiom Platform, UMR 1331 Toxalim, INRAE, MetaboHUB-MetaToul, National Infrastructure of Metabolomics and Fluxomics, F-31027 Toulouse, France

³ QuaPA, MASS group, INRAE, UR370, F-63122 Saint-Genès-Champanelle, France

Introduction

Les polychlorobiphényles (PCB) sont des molécules de synthèse largement utilisées dans divers secteurs industriels en France au cours du 20ème siècle. Ces polluants organiques persistants (POP) sont aujourd'hui présents dans l'alimentation humaine et s'accumulent dans les tissus adipeux des organismes vivants. Leur toxicité pour l'homme et l'environnement est bien connue.



Les méthodes actuelles de préparation des échantillons pour l'analyse des PCB dans la viande (Soxhlet, extraction assistée par micro-ondes, ASE) sont souvent longues et fastidieuses.

L'objectif de ce travail (programme ANR SENTINEL (ANR-19-CE21-0011)), est de développer une méthode simple et rapide utilisant l'extraction QuEChERS pour proposer une méthodologie permettant d'améliorer le débit d'analyse GC/MS et de réduire la consommation de solvant par rapport aux méthodes traditionnelles d'analyse des PCB de la viande.

Stratégie du projet Sentinel



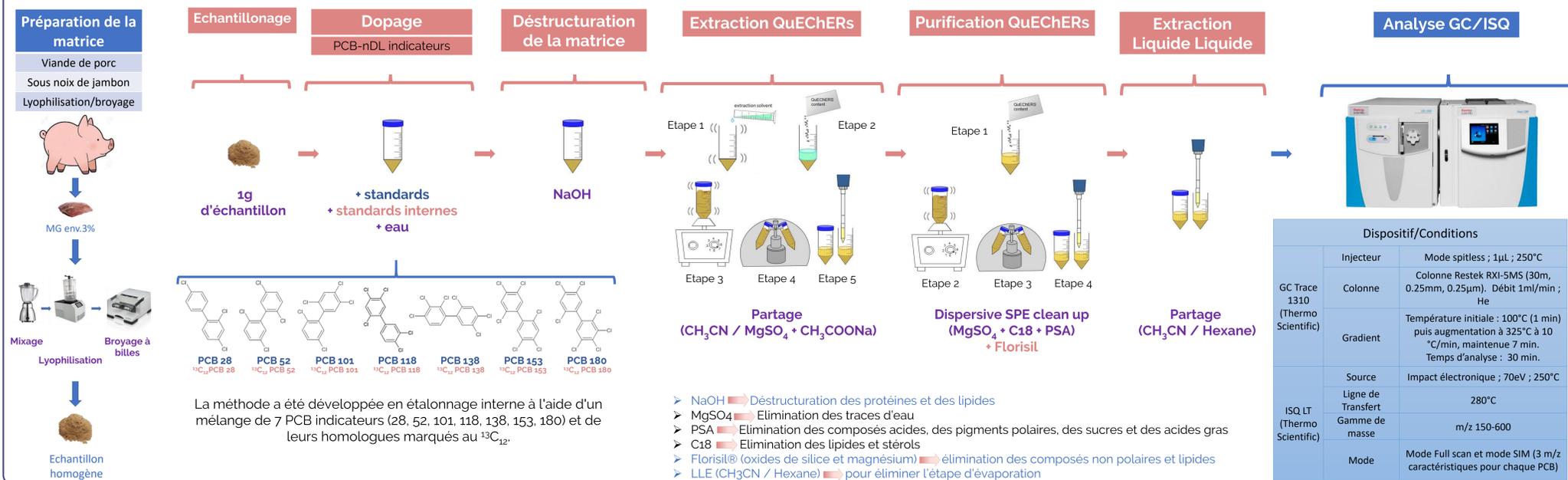
Objectif : Renforcer le système actuel de surveillance de la sécurité chimique des aliments en développant des outils de dépistage à haut débit, sensibles et rentables pour la surveillance des PCB dans la viande.

- 1/ Améliorer l'efficacité des inspections réglementaires des autorités sanitaires
- 2/ Faciliter les autocontrôles industriels
- 3/ Surveiller les contaminants chimiques à des niveaux infra-réglementaires



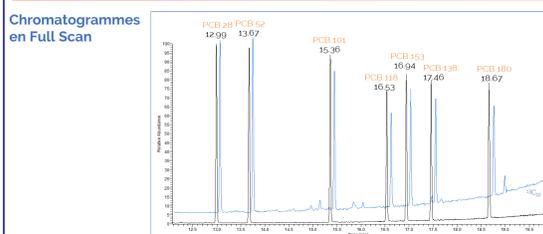
Mieux comprendre les contaminations, mieux prévenir les risques chimiques, mieux comprendre les risques liés aux expositions chroniques à faible dose

Matériels et Méthodes



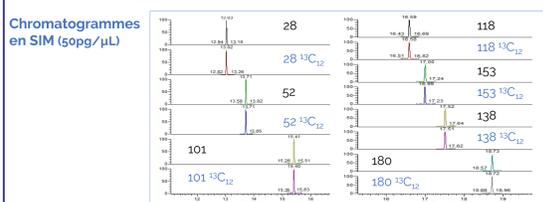
Résultats

Analyses GC-MS sur standards



Sélection des ions en SIM (3 m/z caractéristiques suivis pour chaque PCB)

PCBs (IUPAC)	Raw formula	Molecular mass	Retention time (min)	SIM ions : m/z (relative abundance %)
28 ¹³ C ₁₂	C ₁₂ H ₁₀ Cl ₂	257.54	12.99	256.0 (100) 186.1 (80) 151.1 (29)
52 ¹³ C ₁₂	C ₁₂ H ₈ Cl ₄	291.99	13.67	290.0 (100) 220.0 (100) 255.0 (40)
101 ¹³ C ₁₂	C ₁₂ H ₆ Cl ₆	326.43	15.36	325.0 (100) 254.0 (75) 290.0 (29)
118 ¹³ C ₁₂	C ₁₂ H ₄ Cl ₈	326.43	16.53	325.0 (100) 254.0 (50) 184.0 (30)
153 ¹³ C ₁₂	C ₁₂ H ₂ Cl ₁₀	360.88	16.94	359.8 (100) 287.9 (70) 218.0 (30)
138 ¹³ C ₁₂	C ₁₂ H ₄ Cl ₆	360.88	17.46	359.8 (80) 289.9 (80) 324.9 (30)
180 ¹³ C ₁₂	C ₁₂ H ₂ Cl ₈	395.32	18.67	393.8 (100) 323.9 (80) 251.9 (30)



Conditions testées lors du développement

- Phase d'hydratation de la viande : Différentes proportions d'eau / Différents temps d'agitation
- Extraction QuEChERS avec différents solvants (Acétonitrile, Acétate d'Ethyle, Hexane)
- Extraction sans sels QuEChERS (Acétonitrile, Acétate d'Ethyle, Hexane)
- Utilisation du froid pour solidifier la matière grasse et l'éliminer.
- Phase de purification : Utilisation de cartouche SPE OASIS HLB / Cartouche SPE Oasis HLB Prime
- Réalisation de tests d'évaporations dans différents solvants (Acétonitrile, Acétate d'Ethyle, Hexane) / reprise en vials en verre ou PP dans l'Hexane

Essais réalisés en triplicat

Résultats :

- Effets matrice importants dus à la présence d'interférents résiduels
- Peu compatible avec analyse GC-MS sur simple quadripôle / nombreux interférents
- Pertes des PCB dues à l'évaporation et rendement peu répétables

- L'amélioration de la méthode QuEChERS de base (NaOH, Florisil, LLE) a permis d'éliminer de nombreux interférents et conduit à un extrait injectable en GC-MS sans risque pour la colonne.
- Les rendements bien que faibles sont répétables

Indicateurs des performances des conditions en cours

Parameters tested	7 PCB method performance	
Selectivity (n=3)	Numerous interferences from the matrix and QuEChERS salts	
Carry-over (n=3)	No carry-over in blanks (solvent) at the highest calibration point	
Sensitivity LOD (S/N>3), LOQ (S/N>10) (n=5) (pg/µL)	LOD solvent	PCB 28: 0.1, PCB 52: 0.1, PCB 101: 0.25, PCB 118: 0.25, PCB 153: 0.1, PCB 138: 0.25, PCB 180: 0.25
	LOQ solvent	0.5, 0.5, 1, 1, 0.5, 1, 1
	LOD matrix	0.5, 0.5, 0.5, 0.5, 0.5, 0.5, 0.5
	LOQ matrix	[1-5], 1, 1, 1, [1-5], [1-5], 1
Calibration range 7 or 5 points: 0.5, 1, 5, 10, 50, 100, 500 pg/µL and IS 50 pg/µL (n=3)	Range solvent	0.5 - 500 pg/µL
	Range matrix	1 - 100 pg/µL
	Model solvent	Linear or Quadratic according to PCB
	Model matrix	Linear
Weighting solvent	Weighting solvent	1/X
	Weighting matrix	1/X
	R ² solvent	> 0.9996 for all PCB
	R ² matrix	> 0.9986 for all PCB
Matrix effect Extract blank matrix spiked with 1 QC levels: 50pg/µL (n=6)	Strong effect: ME>+50%	
Recovery rate Blank matrix spiked with 1 QC levels: 50pg/µL (n=6)	[36-40 %]	

Conclusion

- Les principaux paramètres QuEChERS (solvants, concentrations en sel, temps de contact, température...) ont été testés pour l'étape d'extraction. Plusieurs conditions ont également été testées pour la partie purification en utilisant le dSPE et le dSPE + Florisil. Des tests alternatifs sont actuellement menés en utilisant la LLE (Hexane, AcOEt) pour l'extraction et la SPE pour la purification, afin de réduire les interférences et améliorer la performance de la méthode analytique.
- Une fois validée, cette méthode sera transposée à la détection par spectrométrie de masse à haute résolution, ce qui permettra de renforcer le système actuel de surveillance de la sécurité chimique des denrées alimentaires, l'objectif étant d'utiliser cette méthode pour la détermination des PCB à des niveaux infra-réglementaires en améliorant la sélectivité et la sensibilité de la détection.

Acknowledgments

ANR Sentinel (ANR-19-CE21-0011)
MetaboHUB (MetaboHUB-ANR-11-INBS-0010)

* email contact : sylvie.chevolleau@inrae.fr