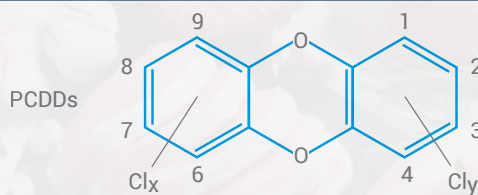
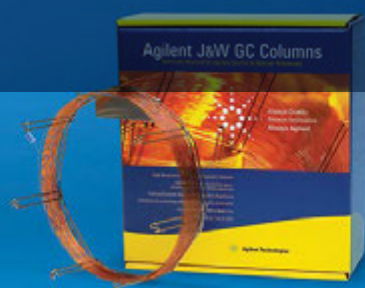


Analyse des dioxines par GC/MS dans les aliments pour l'homme et l'animal

Guide des références de consommables



Polychlorodibenzo-p-dioxines (PCDD) et polychlorodibenzofuranes (PCDF) dans les aliments

Les dioxines et les PCB de type dioxine sont des polluants environnementaux et des polluants organiques persistants (POP). Ce sont des produits secondaires de procédés industriels comme le blanchiment de la pâte à papier, la fabrication des pesticides et l'incinération des déchets. Ces composés s'accumulent dans la chaîne alimentaire, principalement dans le tissu adipeux des animaux, et peuvent être ingérés en consommant de la viande, des produits laitiers, du poisson et d'autres produits d'origine animale.

Les organismes de réglementation, notamment la Commission de l'Union européenne (UE), ont instauré de strictes limites pour les teneurs en dioxines dans les aliments pour l'homme et l'animal. Les laboratoires du secteur de l'alimentation et de la sécurité alimentaire suivent généralement l'une des réglementations ci-dessous :

- RÈGLEMENT (UE) 2017/644 DE LA COMMISSION du 5 avril 2017 portant fixation des méthodes de prélèvement et d'analyse d'échantillons à utiliser pour le contrôle des teneurs en dioxines, en PCB de type dioxine et en PCB autres que ceux de type dioxine de certaines denrées alimentaires et abrogeant le règlement (UE) n° 589/2014.
- RÈGLEMENT (UE) 2017/771 DE LA COMMISSION du 3 mai 2017 portant modification du règlement (CE) n° 152/2009 en ce qui concerne les méthodes de détermination des teneurs en dioxines et en polychlorobiphényles.
- RÈGLEMENT (UE) N° 589/2014 DE LA COMMISSION du 2 juin 2014 portant fixation des méthodes de prélèvement et d'analyse d'échantillons à utiliser pour le contrôle des teneurs en dioxines, en PCB de type dioxine et en PCB autres que ceux de type dioxine de certaines denrées alimentaires et abrogeant le règlement (UE) n° 252/2012.
- RÈGLEMENT (UE) N° 709/2014 DE LA COMMISSION du 20 juin 2014 portant modification du règlement (CE) n° 152/2009 en ce qui concerne la détermination des teneurs en dioxines et en polychlorobiphényles.

Les méthodes d'origine exigeaient une haute résolution de masse $\geq 10\,000$ qui ne pouvait être atteinte qu'à l'aide de GC/HRMS en raison de l'absence de meilleures solutions. Ces instruments requièrent une maintenance coûteuse, et leur utilisation nécessite des compétences hautement spécialisées.

La technologie MS/MS offre de nombreux avantages semblables aux méthodes HRMS en termes de spécificité et de sensibilité, sans l'exigence d'une haute résolution de masse ni le coût et la complexité des instruments de HRMS. Une méthode permettant la détermination des dioxines et des furanes par GC/MS/MS (GC/TQ) a le potentiel d'abaisser les coûts du laboratoire.

Les organismes de réglementation commencent à reconnaître la capacité des systèmes quadripolaires en tandem à identifier et quantifier efficacement les dioxines et les furanes préoccupants. Après une validation rigoureuse, les règlements de la Commission de l'Union européenne n° 589/2014 et n° 709/2014 ont permis l'utilisation des GC/TQ pour les mesures des dioxines dans les aliments pour l'homme et l'animal^{1,2}.

La colonne Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert présente une sélectivité avantageuse pour la séparation des 1,2,3,6,7,8-HxCDF isomères toxiques et non toxiques. Pour que la séparation entre les 1,2,3,4,7,8-HxCDF et 1,2,3,6,7,8-HxCDF isomères soit considérée comme suffisante, la hauteur de la vallée entre les pics d'isomères doit être < 25 %. L'inertie supérieure de la colonne Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert permet l'obtention de pics symétriques, ce qui est essentiel pour satisfaire à ce critère de 25 % pour les vallées.

Tableau 1. Ce tableau indique les conditions GC³ qui sont communes aux deux fractions. Le triple quadripôle 7010 a été utilisé en mode MS/MS-EI (ionisation par impact électronique) MRM (multiple reaction monitoring). Le MS/MS a aussi été utilisé en résolution à une unité de masse afin d'obtenir une résolution suffisante pour séparer deux pics différant d'une unité de masse et afin de diminuer les interférences possibles avec les composés d'intérêt.

Conditions GC			
Colonne	DB-5ms Ultra Inert 60 m × 0,25 mm de d.i., 0,25 µm		
Injection	1 µL, sans division, à froid, MMI refroidi* à l'aide d'air/CO2 comprimé		
Solvant	N-nonane		
Insert du port d'injection	4 mm de d.i., Ultra Inert, sans division, simple rétreint, laine de verre		
Programme de température de l'injecteur	Montée	Temp.	Durée
	Initiale-ment	60 °C	0,31 min
	Montée 1	600 °C/min	330 °C
Gaz vecteur	He, débit constant		
Débit de purge vers événement de division	60 mL/min à 2,57 min		
Programme du four	Montée	Temp.	Durée
	Initiale-ment	60 °C	1 min
	Montée 1	30 °C/min	270 °C
	Montée 2	2 °C/min	310 °C
	Montée 3	5 °C/min	350 °C
Température de la ligne de transfert du MS	280 °C		

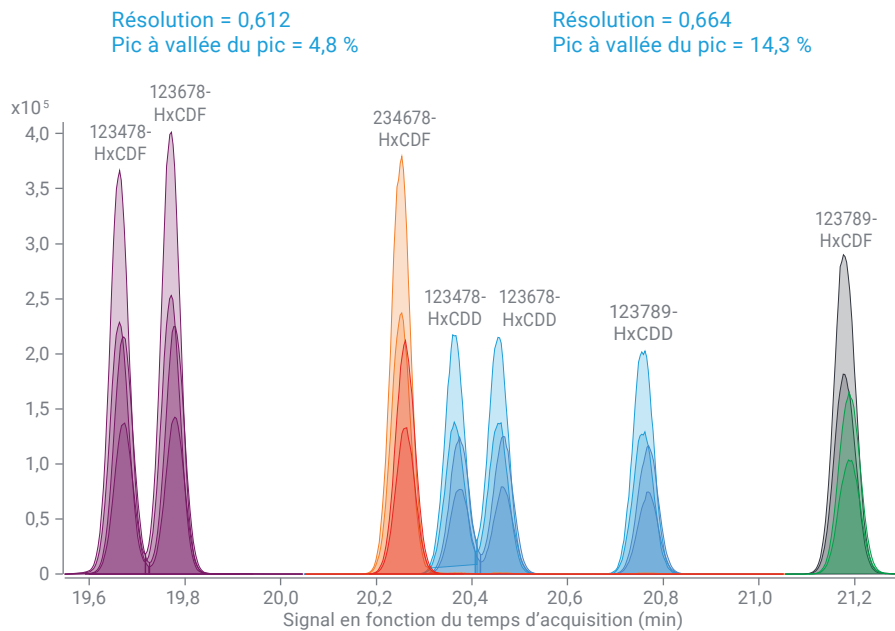


Figure 2. Séparation chromatographique des hexa-PCDD/F isomères (deux transitions pour les composés natifs et marqués C13 ; à un niveau d'étalonnage intermédiaire) obtenue à l'aide de la configuration de la figure 1 et des paramètres de méthode du tableau 1 et répondant au critère de vallée de pic à pic < 25 % de l'UE.



Figure 1. Représentation schématique de la configuration GC/TQ avec le GC Agilent 8890 et le triple quadripôle Agilent 7010³. Le GC série 8890 est configuré avec un injecteur multimode (MMI) refroidi à l'air ou au dioxyde de carbone.

Références

- 5990-6594EN - Determination of Polychlorinated Dibenzo-p-dioxins (PCDD) and Polychlorinated Dibenzofurans (PCDF) in Foodstuffs and Animal Feed using the Agilent 7000 Triple Quadrupole GC/MS System
- 5991-6590EN - Validation of a Confirmatory GC/MS/MS Method for Dioxins and Dioxin-like PCB
- Agilent G3881AA GC/TQ (GC/MS/MS) Reporting Software and Workflow Guide with analytical methods for Dioxins, Furans, and Dioxin-like PCBs in Food and Feed.

MaListe de tous les consommables pour l'analyse des dioxines indiquées dans le tableau.

Description	Réf.
MaListe d'étalons chimiques	
Kit d'étalon de vérification d'analyseur de dioxines	G3440-85039
Mélange de chlorodibenzo-p-dioxines, 10 µg/mL, toluène, 1 mL	RPE-065M-1
Mélange de chlorodibenzofuranes, 10 µg/mL, toluène, 1 mL	RPE-045M-1
2,3,7,8-tétrachlorodibenzo-p-dioxine, 50 µg/mL, toluène, 1 mL	RPE-029S-1
Octachlorodibenzo-p-dioxine, 50 µg/mL, toluène, 1 mL	RPE-017S-1
2,3,7,8-tétrachlorodibenzofurane, 50 µg/mL, toluène, 1 mL	RPE-037S-1
1,2,3,7,8-pentachlorodibenzofurane, 50 µg/mL, toluène, 1 mL	RPE-042S-1
1,2,3,4,7,8-hexachlorodibenzofurane, 50 µg/mL, toluène, 1 mL	RPE-043S-1
Octachlorodibenzofurane, 50 µg/mL, toluène, 1 mL	RPE-019S-1
MaListe de colonne et précolonne GC	
DB-5ms Ultra Inert, 60 m × 0,25 mm, 0,25 µm	122-5562UI
Colonne silice fondue désactivée Ultimate Plus, 5 m, 0,25 mm†	CP802505
MaListe de consommables GC	
Raccord Ultimate Union avec purge**	G3186B
Insert, Ultra Inert, sans division, simple rétreint, laine de verre (4 mm de d.i.)	5190-2293
Septa antiadhérents Adv. Green, 11 mm, 50/pqt	5183-4759
Joint en or Ultra Inert, avec rondelle, 1/pqt	5190-6144
Joint en or Ultra Inert, avec rondelle, 10/pqt	5190-6145
Écrou autoserrant de colonne, à collerette, injecteur	G3440-81011
Écrou autoserrant de colonne, à collerette, MSD	G3440-81013
Seringue d'ALS, gamme bleue, 10 µL, aiguille fixe, 23/42/conique, piston à embout en PTFE	G4513-80220
Ferrules 15 % graphite/85 % Vespel, d.i. 0,4 mm, 10/pqt	5181-3323
Kit de maintenance préventive QuickPick, pour piège pour ligne de division, comprenant 1 cartouche**	5181-6495
Coupe-colonne en céramique, 4/pqt	5181-8836
Outil d'installation de colonne	G1099-20030
MaListe de flacons et capsules	
Flacon, à visser, ambré, silanisé, avec plage d'écriture, certifié, 2 mL, 100/pqt	5183-2072
Capsule pour flacons d'ALS, à visser, verte, septa en PTFE/silicone rouge, 100/pqt	5182-0718
Insert de flacon, 250 µL, en verre conique avec pieds en polymère, désactivé, 100/pqt	5181-8872
Taille d'insert : 5,6 × 30 mm	
MaListe de consommables MS	
Filament EI (pour 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, 5977A avec source à extracteur, source inerte ou source en inox et 5975)	G7005-60061
Filament HES pour GC/MS triple quadripôle 7010	G7002-60001
MaListe de filtres à gaz	
Kit pour gaz vecteur Gas Clean pour 7890	CP17988
Kit pour gaz vecteur Gas Clean pour 8890 et 8860	CP179880
Cartouche de remplacement pour purificateur de gaz vecteur Gas Clean	CP17973

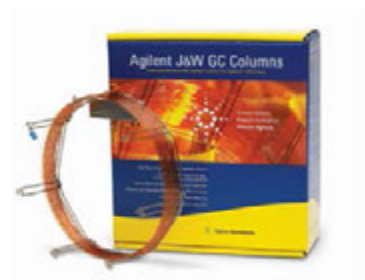
* Si vous utilisez la boutique en ligne d'Agilent pour la première fois, vous serez invité à entrer votre adresse e-mail pour vérifier votre compte. Si vous n'avez pas de compte enregistré chez Agilent, vous devrez en créer un sur www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos. Cette fonctionnalité n'est valide que dans les régions où le commerce en ligne est disponible. Tous les articles peuvent aussi être commandés auprès de vos circuits de vente et de distribution habituels.

** Non disponible à l'achat en ligne. Contactez un représentant local.

† Recommandée en cas de problème d'effet mémoire dû à la matrice des échantillons. La matrice peut entraîner un décalage des temps de rétention, une dégradation des formes de pics et une contamination éventuelle de la source d'ionisation du spectromètre de masse. Le rétrobalayage empêche les composants de la matrice à point d'ébullition élevé de pénétrer dans la colonne analytique, prolongeant la durée de vie de la colonne.

Informations pour commander pour le GC 7890/8890

Ce guide contient des recommandations de produits Agilent utilisés dans cette analyse afin de vous permettre de trouver rapidement ce que vous recherchez. Cliquez sur les liens MaListe* pour ajouter des articles dans la liste de vos « Produits favoris » dans la boutique en ligne d'Agilent. Ensuite, indiquez la quantité souhaitée pour les produits dont vous avez besoin. Votre liste d'articles sera disponible dans la rubrique « Produits favoris » pour faciliter vos futures commandes.



Agilent CrossLab : Une expertise réelle pour des résultats concrets

CrossLab va bien au-delà de l'instrumentation pour vous procurer des services, des consommables et la gestion des ressources à l'échelle du laboratoire, afin que vous puissiez améliorer l'efficacité, optimiser le fonctionnement, augmenter la disponibilité des instruments, développer les compétences des utilisateurs, et plus encore.

Pour en savoir plus sur Agilent CrossLab et voir des exemples d'excellents résultats obtenus grâce aux conseils d'experts, rendez-vous sur www.agilent.com/crosslab

France

0810 446 446

customercare_france@agilent.com

États-Unis et Canada

agilent_inquiries@agilent.com

Europe

info_agilent@agilent.com

Asie et Pacifique

inquiry_lsca@agilent.com

DE44342.5860300926

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Publié aux États-Unis, le 4 juin 2021
5994-3649FR