

LA MESURE DU BDE-209 À L'ÉTAT D'ULTRA-TRACE DANS LES MATRICES BIOLOGIQUES : CHALLENGE ANALYTIQUE ET NOUVELLES STRATÉGIES ENVISAGEABLES

Emmanuelle Bichon¹, Fabrice Monteau¹, Anaïs Vénisseau¹, Philippe Marchand¹, Ronan Cariou¹, Jean-Philippe Antignac¹, Bruno Le Bizec¹

1 - LUNAM Université, Oniris, Laboratoire d'Étude des Résidus et Contaminants dans les Aliments (LABERCA), Nantes, F-44307, France

Les Polybromodiphenylethers (PBDEs) une des principales familles de retardateurs de flamme bromés. Ces composés ont été largement utilisés sur les produits électriques et électroniques, les textiles ou encore dans les mousses d'extincteurs. La réglementation européenne a interdit la production et l'utilisation de certains mélanges comme les penta et octa-BDE et l'Europe élimine progressivement le déca-BDE. En effet, des études de toxicité ont démontré des effets néfastes de ces composés lipophiles sur l'animal. Afin de mieux appréhender l'occurrence de ces composés dans l'environnement, l'alimentation, et chez l'Homme, des méthodes d'analyse ont été développées, reposant le plus souvent sur une mesure par couplage GC-HRMS pour pouvoir quantifier les PBDE jusqu'à des concentrations de l'ordre du pg/g de matière grasse. Le déca-BDE présente néanmoins une relative instabilité avec ses 10 atomes de brome. Sa masse moléculaire élevée rend de plus difficile son analyse en HRMS dans le cadre d'une méthode multirésidus (*i.e.* ciblant les composés tri- à déca-BDE). Dans ce contexte, une technique d'analyse alternative a été développée, avec comme objectif d'atteindre une sensibilité équivalente à celle obtenue sur les autres PBDE (inférieure au pg injecté). Deux instruments ont alors été testés, tout d'abord le système APGC-XevoTQS (Waters) puis le système GC-MS/MS 7000 (Agilent). La première idée était d'apporter une énergie d'ionisation douce à pression atmosphérique grâce au système APCI. En condition anhydre, l'ion moléculaire m/z 959 est apparu formé majoritairement, ce qui a permis d'optimiser une méthode d'acquisition dans le mode SRM hautement spécifique sur l'instrument de type GC-APCI-MS/MS. Néanmoins, le gradient de température décroissant dans l'interface à pression atmosphérique est apparu fortement affecter la qualité du pic chromatographique et nous a forcé à abandonner cette technique. L'ionisation par impact électronique a alors été envisagée, sur un système GC-MS/MS Agilent 7000. C'est en optimisant l'ionisation de l'ion dichargé $[M-Br_2]^{2+}$ puis en jouant sur la résolution des quadripôles en SRM que nous avons pu obtenir des résultats probants. Enfin, en utilisant un système chromatographique couplant un insert inerte et une colonne capillaire de type Rtx-1614 (10 m x 0,25 mm, 0,1 μ m), la mesure du déca-BDE à un seuil inférieur à 1 pg injecté a été atteinte. Nous avons de plus confirmé que la qualité d'introduction de l'analyte dans la source d'ionisation est une condition nécessaire à la bonne réalisation de l'analyse par spectrométrie de masse, particulièrement pour ce composé difficile au plan analytique.