

# NOTE D'APPLICATION

## Détermination des dioxines et des PCB dans les produits alimentaires et l'alimentation animale (extraction des graisses comme préparation des échantillons)

Méthode basée sur la norme DIN EN ISO 16215:2012-07 Partie 10.3. B II – Alimentation animale – Détermination des dioxines et des PCB de type dioxine par GC/HRMS, EPA 1613 – Tetra-Through Octa-Chlorinated Dioxins and Furans by Isotope HRGC/HRMS, EPA 1668 – Toxic Polychlorinated Biphenyls by Isotope Dilution HRGC/HRMS



### Introduction

Dans le langage courant, le terme de dioxines regroupe plusieurs composés organiques qui font partie des dioxines chlorées (PCDD) et des furanes chlorés (PCDF). Avec les polychlorobiphényles (PCB), qui ressemblent aux dioxines, ils font partie des polluants organiques persistants – en anglais persistent organic pollutants (POP). Les POP sont des polluants hautement toxiques qui ne se dégradent que très lentement dans la nature. Ils se forment généralement comme sous-produits indésirables de processus thermiques et industriels, par exemple dans les incinérateurs, lors d'incendies de forêt ou d'un incendie domestique. Malgré la présence naturelle relativement faible de dioxines et de PCB, ceux-ci peuvent devenir tout à fait dangereux pour l'homme. En effet, comme ils sont liposolubles ou lipophiles, ils s'accumulent dans les tissus adipeux des êtres humains et des animaux et peuvent atteindre des concentrations plus élevées au cours de la chaîne alimentaire. L'être humain absorbe par exemple les dioxines principalement par le biais de produits animaux comme la viande, les œufs, le poisson ou le lait. Comme les dioxines et les PCB ne se dégradent que très lentement, des quantités dangereuses pour la santé peuvent s'accumuler dans le corps humain et provoquer, entre autres, des cancers. C'est pourquoi des valeurs limites strictes sont désormais en vigueur dans le monde entier pour les dioxines et les PCB dans les produits alimentaires et l'alimentation animale. Selon l'OMS, la dose journalière tolérable se situe par exemple entre 1 et 4 pictogrammes par kilogramme de poids corporel. Dans le cadre du monitoring des produits alimentaires, les organismes publics analysent donc les produits alimentaires et l'alimentation animale afin de déterminer la présence de dioxines. Mais les entreprises de transformation des produits alimentaires sont également tenues de documenter la qualité des matières premières utilisées dans le cadre d'autocontrôles. La contamination du lait maternel par les dioxines est également souvent contrôlée, ce qui sert notamment de référence pour la contamination de l'ensemble de la population par les dioxines. Les dioxines et les PCB étant solubles dans les graisses, SOX THERM, en tant que système de détermination de la teneur en matières grasses, est idéal pour la préparation des échantillons en vue de l'analyse ultérieure des dioxines et des PCB par chromatographie en phase gazeuse (GC) et spectrométrie de masse (MS).

Appareils C. Gerhardt :

- SOX THERM

Équipements supplémentaires :

- GPC / HPLC
- GC-MS
- Four
- Dessiccateur

# NOTE D'APPLICATION

## La méthode

### Préparation des échantillons

Broyage et homogénéisation de l'échantillon obtenue par une méthode appropriée jusqu'à une taille de particules d'environ 1 mm. En outre, les échantillons sont séchés par trituration avec du sulfate de sodium et du sable marin.

### Prise d'essai

Une partie représentative de l'échantillon est pesée à  $\pm 0,1$  mg près, directement dans la cartouche d'extraction pré-extraite, et recouverte d'ouate pré-extraite. Selon la méthode de détection, un étalon interne doit être pesé pour la quantification.

### Extraction

Après l'ajout d'un solvant approprié, l'échantillon est extrait soit de manière classique dans un appareil Soxhlet, soit de manière efficace en termes de temps dans le SOXTHERM (~1-2h).

### Purification

Après une extraction réussie, le résidu dans le bécher d'extraction est purifié par des méthodes appropriées (p. ex. chromatographie de perméation sur gel (GPC) ou chromatographie liquide haute performance (HPLC)).

### Détection

L'échantillon purifié est analysé par une méthode de détection appropriée (p. ex. GC-(HR)MS)

### Méthode alternative avec HYDROTHERM et SOXTHERM :

Une méthode expérimentale alternative pour la détermination de la teneur en dioxines indépendante de la matrice d'échantillonnage a été développée en collaboration avec la Food and Drug Administration (FDA). Pour plus d'informations, veuillez consulter la publication suivante :  
J.C. Archer, R.G. Jenkins Jr., *J. Chromatogr.*, 2017, B 1 041–1 042, 70–76.

# NOTE D'APPLICATION

## Résultats analytiques pour l'oxyde de zinc

| Congénères           | Écart-type  | Récupération |
|----------------------|-------------|--------------|
| 2,3,7,8-TCDD         | 0.025244467 | 87.66810345  |
| 1,2,3,7,8-PeCDD      | 0.175425676 | 111.234375   |
| 1,2,3,4,7,8-HxCDD    | 0.268234535 | 85.74002217  |
| 1,2,3,6,7,8-HCDD     | 0.187068963 | 90.55260047  |
| 1,2,3,7,8,9-Hexa CDD | 0.344476386 | 86.66143822  |
| 1,2,3,4,6,7,8-HpCDD  | 1.764433337 | 88.06133625  |
| Octa CDD             | 1.812959425 | 99.89959839  |
| 2,3,7,8-TCDF         | 0.102194419 | 95.92411839  |
| 1,2,3,7,8-PeCDF      | 0.614111083 | 111.1676578  |
| 2,3,4,7,8-PeCDF      | 1.32486836  | 95.55419781  |
| 1,2,3,4,7,8-HxCDF    | 3.427227606 | 98.68334213  |
| 1,2,3,6,7,8-HxCDF    | 1.636451358 | 97.90557404  |
| 2,3,4,6,7,8-HxCDF    | 2.229423535 | 113.8436939  |
| 1,2,3,7,8,9-HxCDF    | 0.539590035 | 91.12525458  |
| 1,2,3,4,6,7,8-HpCDF  | 2.251761463 | 117.1330846  |
| 1,2,3,4,7,8,9-HpCDF  | 2.54736345  | 109.4093407  |
| Octa CDF             | 4.344917424 | 118.5165006  |

## Conclusion

Les dioxines étant des substances lipophiles, SOXTHERM, en tant qu'unité d'extraction automatique des graisses, est idéal pour la préparation des échantillons en vue de la détermination ultérieure des dioxines. En combinaison avec l'application correspondante pour la détermination des dioxines et des PCB dans les produits alimentaires et l'alimentation animale, l'utilisateur peut effectuer la préparation des échantillons de manière efficace en termes de temps et de coûts. En alternative à la méthode standard, la préparation des échantillons peut également être effectuée avec une hydrolyse supplémentaire grâce à l'appareil HYDROTHERM. Cela permet d'augmenter encore la cadence d'analyse.

Pour plus d'informations ou d'autres applications, veuillez nous contacter :

**application@gerhardt.de**