

UTILISATION DE LA SPECTROMETRIE DE MASSE POUR LE DOSAGE DU BISPHENOL A DANS LES MATRICES ALIMENTAIRES

Yoann DECEUNINCK, Zita ZENDONG, Emmanuelle BICHON, Jean-Philippe ANTIGNAC,
Bruno LE BIZEC



Laboratoire d'Étude des Résidus et Contaminants dans les Aliments, USC INRA 2013
École Nationale Vétérinaire, Agroalimentaire, et de l'Alimentation Nantes Atlantique
BP 50707 - 44307 Nantes Cedex 3 - France
Fax : 33 2 40 68 78 78 - Tél : 33 2 40 68 78 80
e-mail : laberca@oniris-nantes.fr



INTRODUCTION

Le bisphénol A (BPA, 4,4'-dihydroxy-2,2-diphénylpropane, N° CAS : 80.05-7) appartient à la famille des diphenylalcanes hydroxylés ou bisphénols. Ce composé est utilisé aujourd'hui comme monomère pour la fabrication industrielle par polymérisation de plastiques de type polycarbonate et de résine époxy. Il est également utilisé comme antioxydant dans le plastifiants et le PVC, et comme inhibiteur de polymérisation dans le PVC.

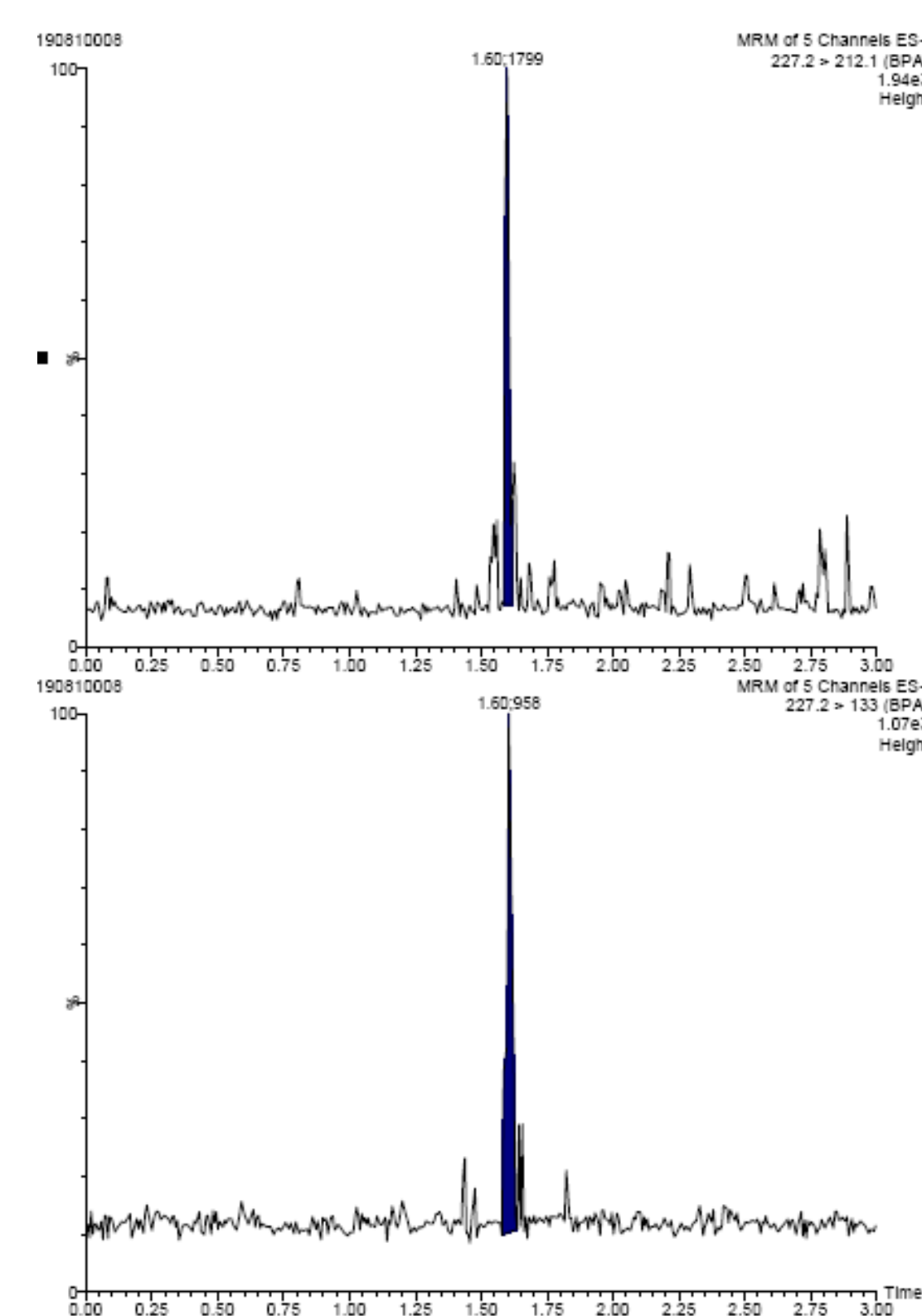
Largement présent dans notre environnement quotidien, des questions sont aujourd'hui posées quant à l'occurrence du BPA dans les matrices alimentaires.

Pour répondre à cette problématique, une méthode analytique utilisant la spectrométrie de masse a été développée et validée conformément aux exigences réglementaires de la décision 2002/657/EC. Cette méthode permet le dosage du BPA dans l'ensemble des matrices alimentaires, par dilution isotopique à partir de 0,1 µg/kg.

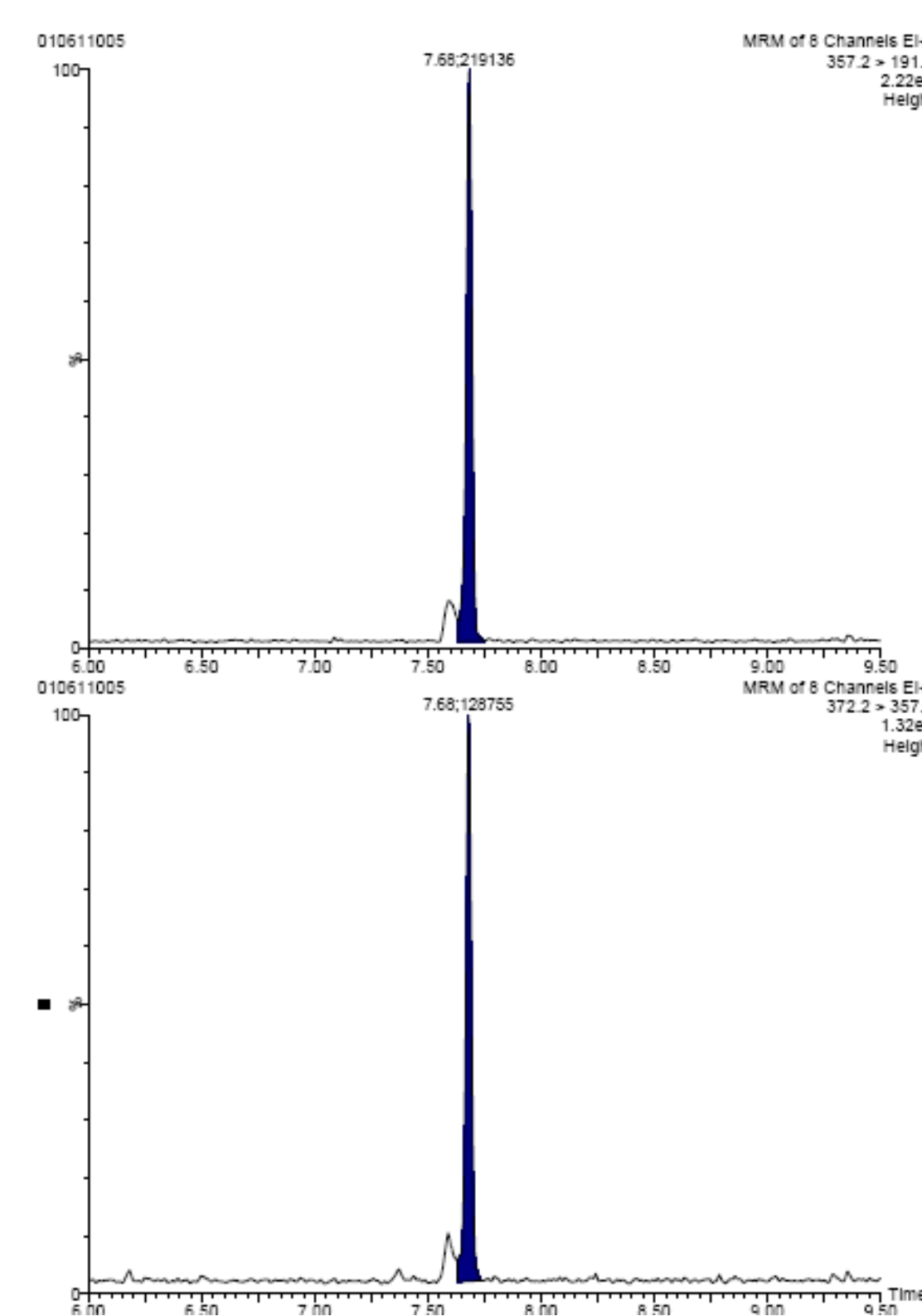
RESULTATS & DISCUSSION

CHOIX DE LA TECHNIQUE ANALYTIQUE

Le choix de la technique analytique a été conditionné par les objectifs définis lors de l'élaboration du projet. Compte tenu des données bibliographiques publiées concernant les niveaux de concentration mis en évidence dans diverses denrées alimentaires [1], la limite de quantification de la méthode à développer a été fixée à 0,1 µg/kg. Pour atteindre cet objectif, 2 techniques ont été testées (**UHPLC-MS/MS** et **GC-MS/MS**) afin d'évaluer le niveau de sensibilité de chaque approche. La **mesure du BPA (dérivé TMS) en GC-MS/MS, en mode SRM** apparaît comme la technique ad hoc pour le dosage du BPA aux niveaux de concentration cibles.



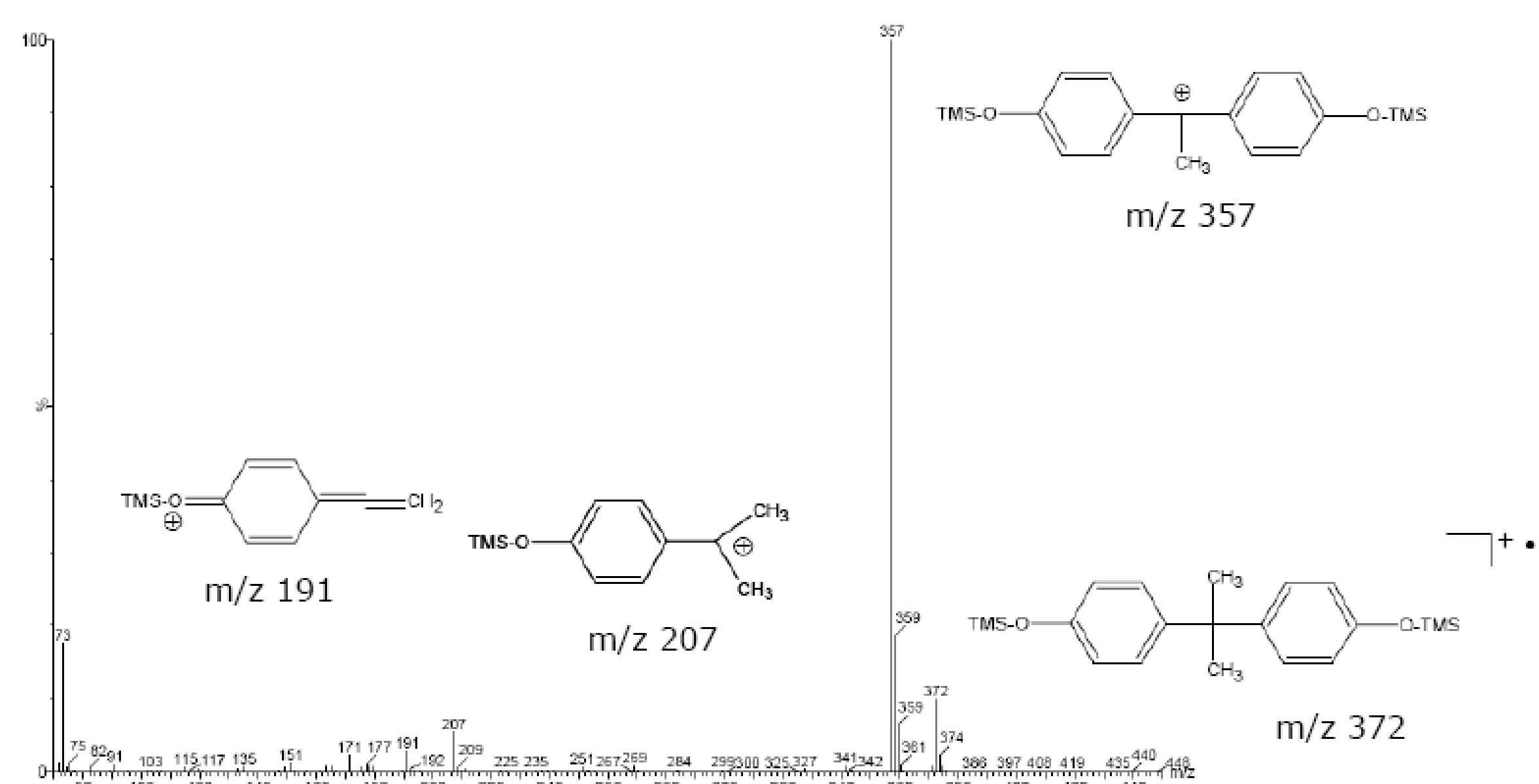
UHPLC-MS/MS : standard 0,1 µg/kg



GC-MS/MS : standard 0,1 µg/kg

IDENTIFICATION

Une **identification non ambiguë** de la molécule cible a été réalisée sur la base des 3 transitions programmées dans la méthode d'acquisition (372>357, 357>191, 357>207). D'autre part, 2 transitions ont été définies pour les molécules utilisées comme étalon interne (¹³C-BPA) et externe (BPF).

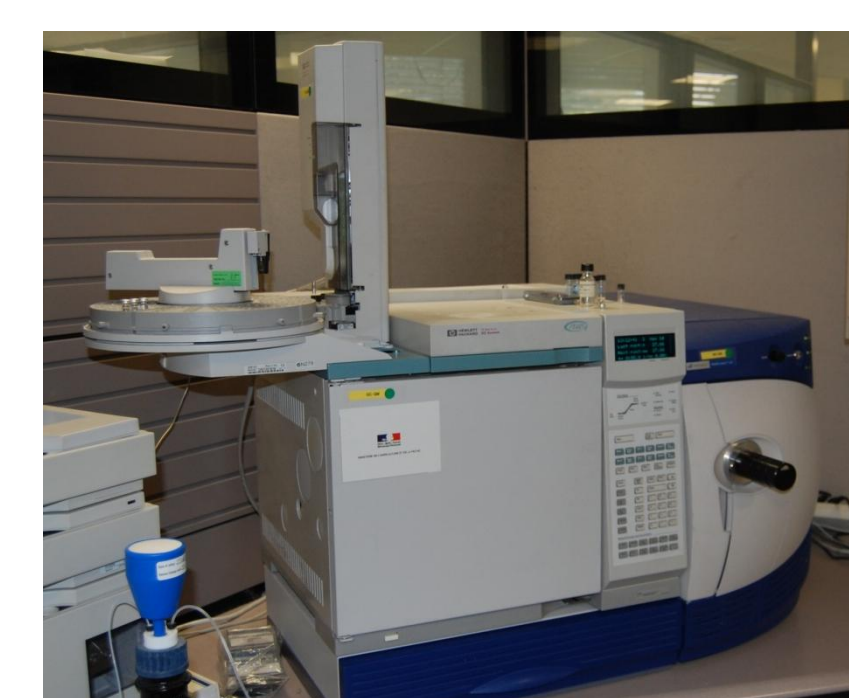
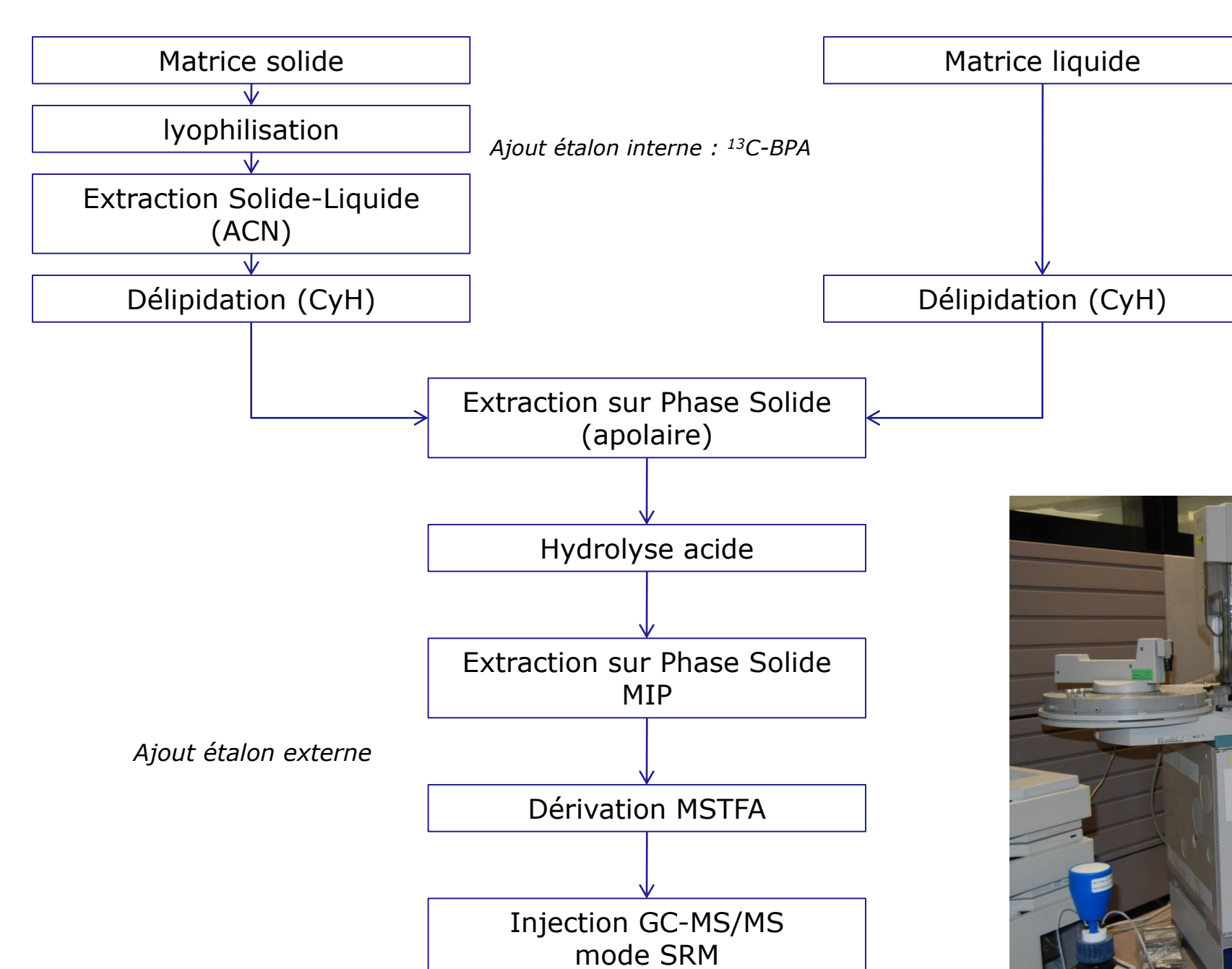


MAITRISE DES POINTS CRITIQUES

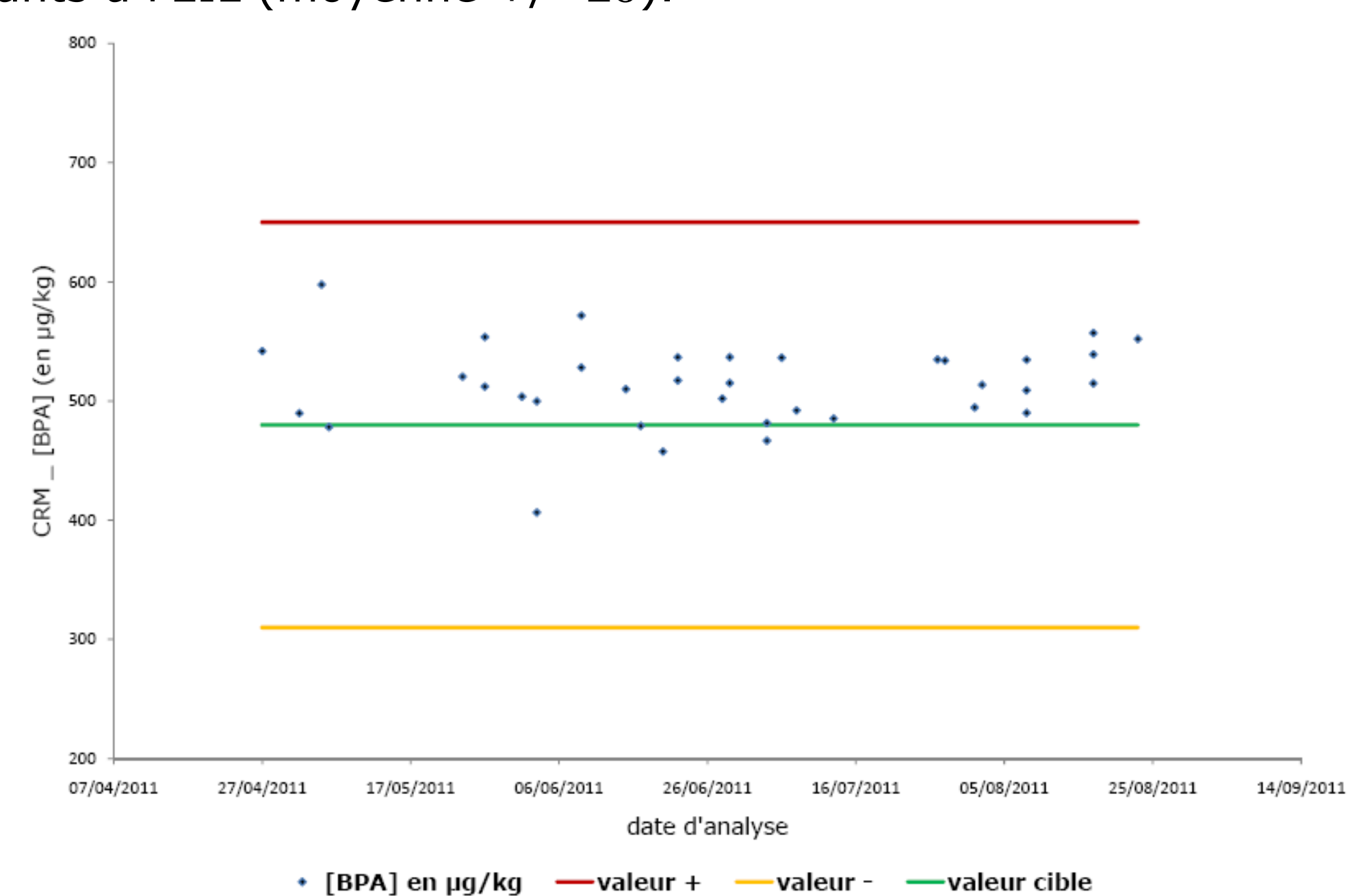
Au cours de la phase de développement, deux **paramètres critiques** ont été **identifiés**. Le **premier point critique** concerne la mesure et la **maîtrise de la contamination résiduelle** systématiquement mis en évidence dans l'ensemble des séries d'analyses analysées. L'origine de cette contamination peut être multiple (matériels et matériaux utilisés, environnement de travail, ...). Cette contamination est donc mesurée, suivie au cours du temps par l'intermédiaire d'une carte de contrôle et prise en compte dans le calcul de la concentration en BPA dans les échantillons d'intérêt. Le **second point critique** concerne la **maîtrise de la justesse** dans toutes les séries d'analyse réalisées. La justesse de la mesure a été vérifiée à partir du dosage d'un matériau de référence certifié (huile végétale).

MATERIEL & METHODE

Le protocole analytique développé s'applique à toutes les matrices alimentaires (solides ou liquides). La préparation de l'échantillon dépend de la nature de la matrice analysée mais les étapes de délipidation, d'extraction sur phase solides et de dérivation sont systématiquement appliquées.

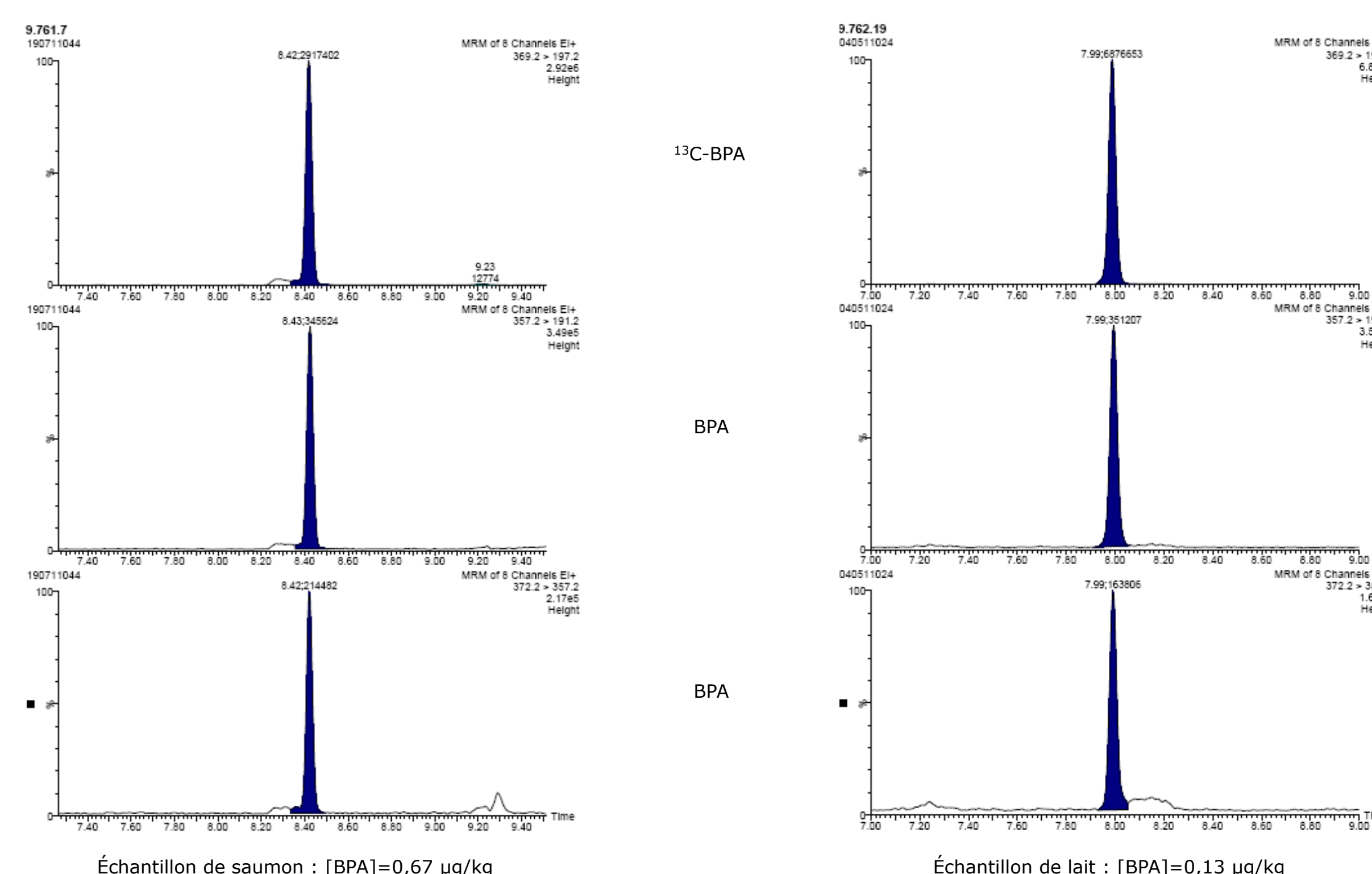


Une carte de contrôle a été également mise en place pour assurer le suivi de la mesure de la justesse au cours du temps. Les limites d'acceptabilité indiquées sur la carte de contrôle ont été déterminées à partir des résultats fournis par les 31 participants à l'EIL (moyenne +/- 2σ).



APPLICATION

La méthode ainsi développée a été mise en œuvre dans pour doser le bisphénol A dans les différentes matrices alimentaires d'intérêt. Des exemples de chromatogrammes sont présentés pour des échantillons de saumon (gauche) et de lait (droite) pour lesquels la concentration de BPA a été évaluée respectivement à 0,67 et 0,13 µg/kg.



CONCLUSION

Une méthode analytique utilisant la spectrométrie de masse comme technique de mesure a été développée pour le dosage de BPA par dilution isotopique dans l'ensemble des matrices alimentaires. L'utilisation de la GC-MS/MS en mode SRM permet de garantir des niveaux de performance largement en adéquation avec les objectifs fixés et les concentrations mesurées dans les échantillons (LOD estimée à un équivalent de 9 ppt sur la matrice lait).

De plus, le niveau de performance affichée par cette méthode la rend applicable à d'autres types d'échantillons (par exemple le sérum ou l'urine) qui permettraient cette fois d'évaluer le niveau d'imprégnation des consommateurs à cette molécule.

Référence bibliographique :
[1] A. Ballesteros-Gómez, S. Rubio, D. Pérez-Bendito. Journal of Chromatography A, 1216 (2009) 449-469.