

COLLOQUE SCIENTIFIQUE
"CHLORDÉCONE, COMPRENDRE & AGIR"
23 • 24 • 25 juin 2026

Développement d'une méthode pour analyser la chlordécone et trois de ses produits de transformations dans les sols antillais

Maïlie SAINT-HILAIRE, Didier PLUMAIN, Anatja SAMOUELIAN,
Pierre-Loïc SAAIDI, Antoine RICHARD

Sommaire

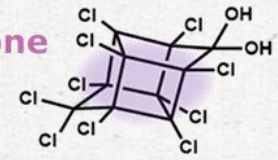
- **Contexte et enjeux**
  - Un suivi analytique de la chlordécone (CLD) et ses Produits de Transformations (PTs) insuffisant dans les sols aux Antilles
  - Une spécificité pédologique
- **Matériel et méthodes**
  - Site d'échantillonnage et panel de sols
  - Protocole d'extraction QuEChERS-LC-MS/MS
  - Test spécifique avec ajout de fluorure de sodium
- **Résultats**
  - Développement de la méthode et détermination des Limites de Quantification (LOQ)
  - Comparaison des méthodes IPG et TERANA
  - A1 dans les sols antillais
  - Effet des allophanes sur l'extraction de la CLD et ses PTs dans les sols
- **Conclusion**

Contexte et enjeux

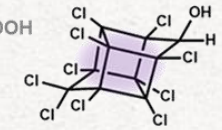
Un suivi analytique de la CLD et de ses PTs encore insuffisant aux Antilles

- Actuellement toutes les analyses de dosage de la CLD, du chlordécol (CLDOH) et de la 8-monohydrochlordécone ou 5b-monohydrochlordécone (A2) dans les sols se font au laboratoire TERANA en Hexagone

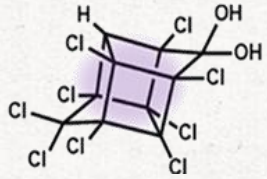
Chlordécone
CLD



Chlordécol
CLDOH



A2



Conséquence : délai analytique important et les acteurs ont de plus en plus de mal à envoyer les sols (douane)
➔ Besoin fort de relocalisation des analyses aux Antilles

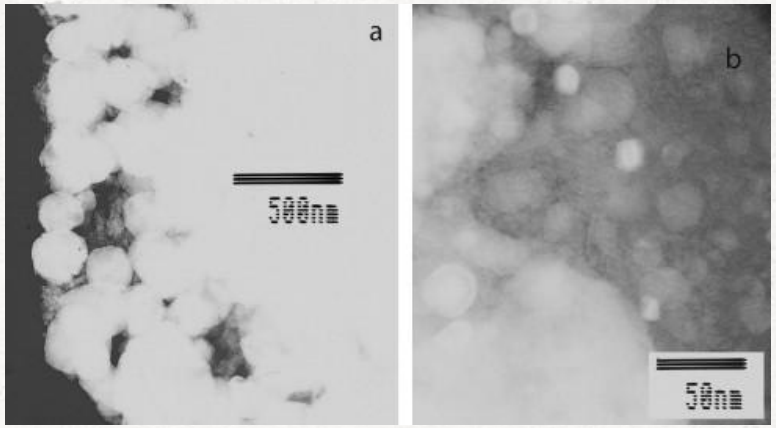
- Plusieurs PTs de la CLD ont été identifiés à l'aide d'une campagne environnementale (sol, eau et sédiments) par l'équipe du Genoscope (Chevallier 2019; Della-Negra 2020)

➔ Importance de disposer d'outils fiables permettant de **quantifier précisément** la CLD et ses PTs dans les sols antillais

Spécificité pédologique des sols antillais

- Différents types de sols aux Antilles = andosols et nitisols
- Les andosols en particulier peuvent présenter des teneurs parfois importantes en allophane qui stabilisent la matière organique et favorisent la rétention de la CLD (Woignier et al 2012, Fernandez Bayo et al., 2013).
- Allophane = Type d'argile d'origine volcanique amorphe (non cristallisées), de taille nanométrique et qui a la propriété d'interagir fortement avec la matière organique du sol.

➔ Important d'interroger les développements analytiques à mettre en place pour doser la CLD en fonction des spécificités pédologiques.



Allophanes observés au TEM (Woignier 2012)

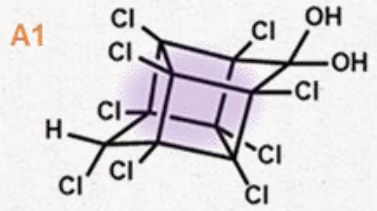
Objectifs

- Ce travail s'inscrit dans le cadre du projet **ANR CHLOR2NOU** dont un des objectifs est de développer de nouveaux outils de surveillance pour la CLD et ses PTs.

➔ Mettre en place une méthode de dosage de la CLD et de ses PTs permettant :

- Un suivi analytique fiable aux Antilles
- La recherche en particulier de la 10-monohydrochlordécone (5-monohydrochlordécone, A1)
- De vérifier l'impact de la minéralogie lors des analyses CLD

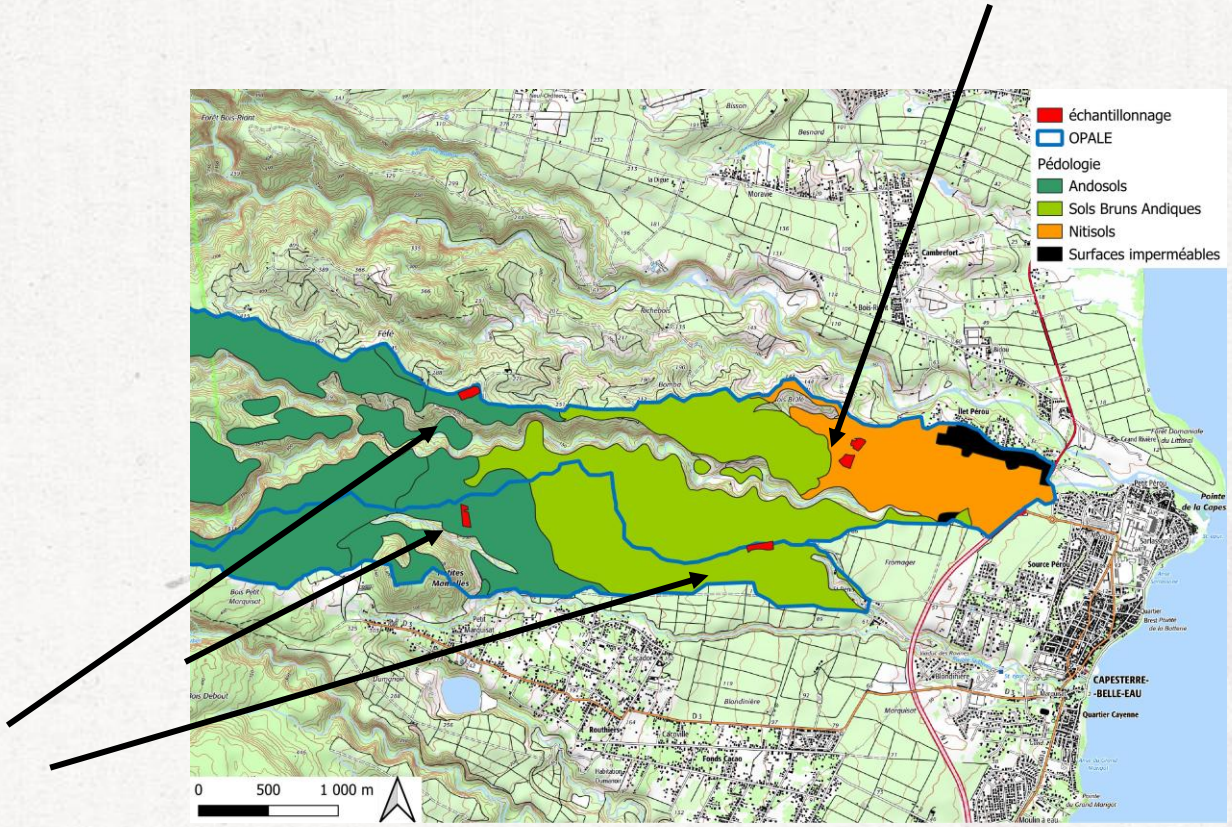
A1



Matériel et méthodes

Site d’échantillonnage et panel de sols

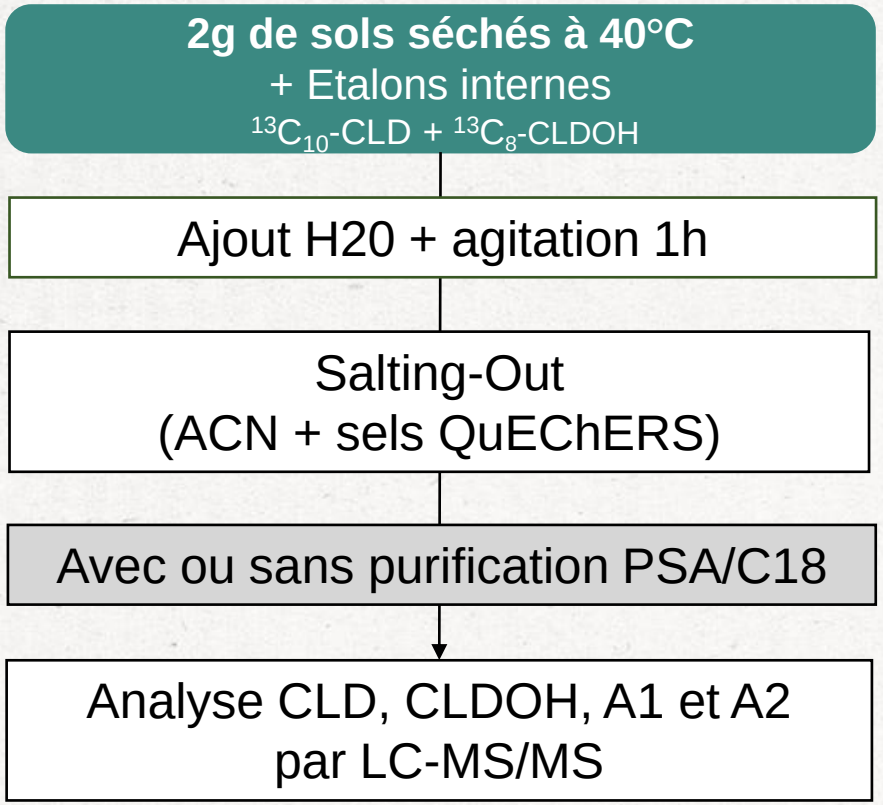
- 25 Echantillons de sols prélevés sur 5 parcelles (Observatoire OPALE)
  - 10 andosols (allophanes ++)
  - 5 sols bruns andiques (andosols évolués, allophane +/-)
  - 10 Nitisols (allophane --)
- Echantillons analysés en routine par TERANA pour CLD, CLDOH et A2



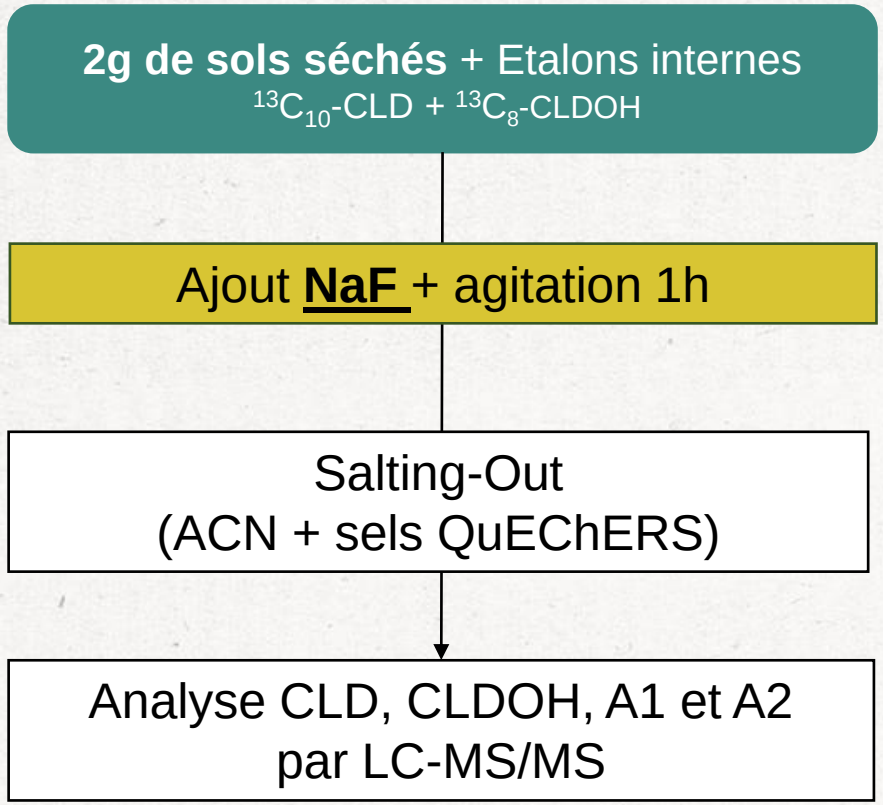
Sites de prélèvement

Protocole d'extraction QuEChERS-LC-MS/MS

Protocole inspiré de Saint-Hilaire et al., 2018 a) et b)



Test spécifique avec ajout de fluorure de sodium



Ajout de Fluorure de Sodium (NaF)
➔ *dissolution des allophanes*

Résultats

Développement de la méthode et détermination des LOQs

- ❑ Tests d'extraction avec ou sans PSA/C18 à l'aide des 25 échantillons de sols

➔ Pas de différence significative entre les résultats : choix de ne pas utiliser la PSA/C18

➔ Taux de récupération des contrôles entre 70 et 120% pour les 4 molécules et $^{13}C_{10}$-CLD compris entre 30 et 140%

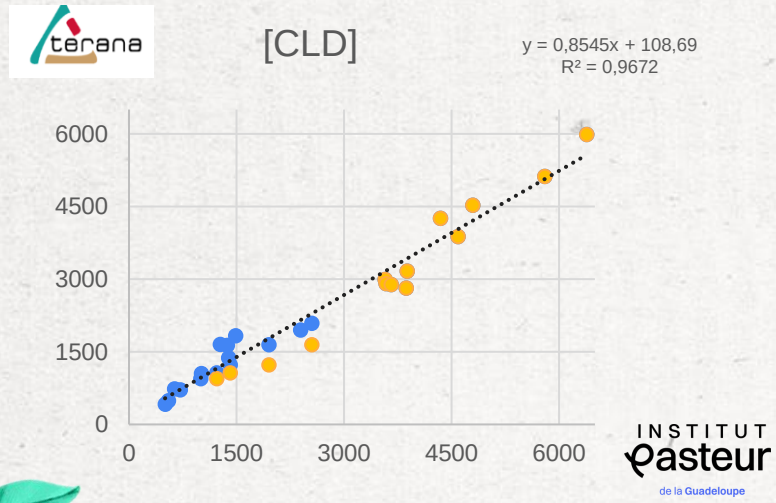
- ❑ Validation de la LOQ pour les 4 molécules à 50 µg/kg MS selon la norme V03-110

(sur 3 semaines par un même opérateur)

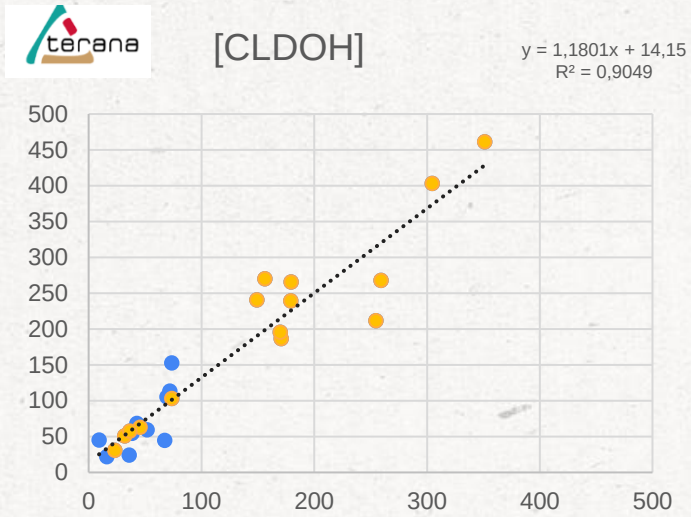
Molécules	Taux de récupération moyen (%)	CVr (%)	Cvfi (%)	Incertitude de mesure (%)
CLD	94%	7,0%	7,4%	16%
CLDOH	96%	14%	14%	30%
A1	98%	6,4%	9,1%	20%
A2	116%	10%	10%	22%

Comparaison des méthodes IPG et TERANA

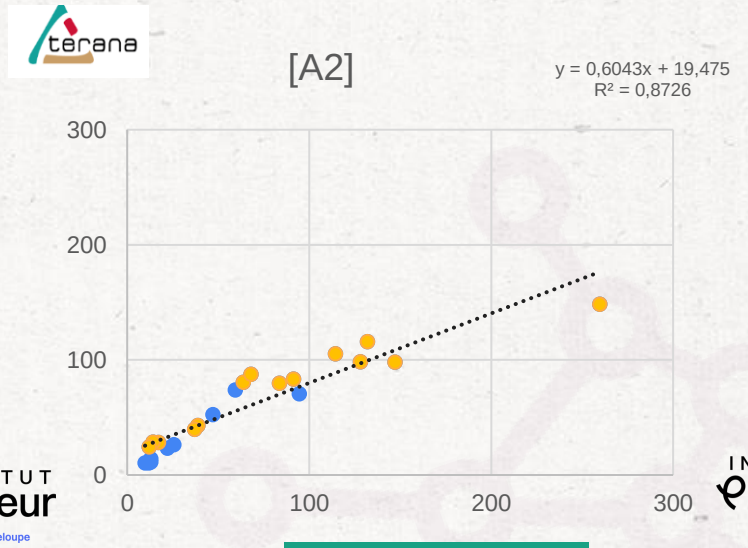
- Méthode TERANA de type QuEChERS-LC-MS/MS (LOQ à 10 µg/kg pour CLD, CLDOH et A2)
- Analyse des 25 échantillons (15 andosols et 10 nitisols) et comparaisons entre les 2 laboratoires
- Bien que la LOQ IPG soit plus haute que celle de TERANA, nous avons traité les résultats afin de comparer le jeu de données



15% d'écart



18% d'écart



40% d'écart

➔ Résultats très bien corrélés entre IPG et TERANA pour les 3 molécules

Quantification de A1 dans les sols antillais

- Méthode qui a permis d'analyser 25 sols antillais en provenance d'OPALE

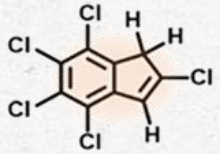
➔ Détection de A1 dans les 5 andosols d'OPALE

Résultats : CLD >>> CLDOH > A2 > A1

- Méthode actuellement utile au laboratoire pour des dosages d'autres sols pour les projets CHLOR2NOU et CASDAR
- Nécessité de proposer une méthode avec une LOQ à 10 µg/kg MS pour les 4 molécules et de développer une méthode pour doser les 2 autres PTs principaux B1 et C1/C2

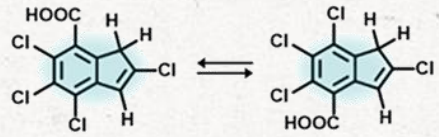
Pentachloroindène

B1



Acides polychloroindènecarboxyliques

C1/C2



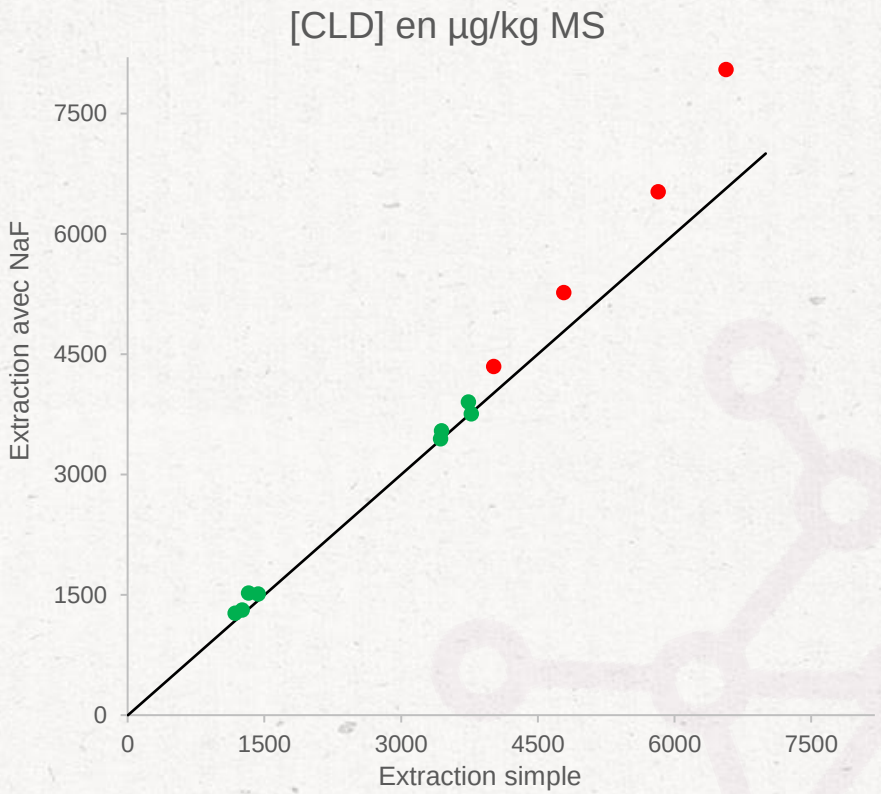
Impact des allophanes des andosols lors de l'analyse des teneurs en CLD

- Ajout de NaF dans l'eau lors de l'étape d'extraction pour la réhydratation des sols

- Ré-analyse de 12 échantillons de sols différents (4 andosols, 4 nitisols et 4 sol brun andiques) pour comparaison

➔ Observation d'une augmentation de la concentration de CLD en présence de NaF dans les andosols

➔ A confirmer au vu du faible nombre d'échantillons



Conclusion

- Nouvelle capacité d'analyse en local de la CLD et de ses 3 PTs à l'IPG et validation des LOQ à 50 µg/kg MS
- Obtention de résultats comparables entre IPG et TERANA pour CLD, CLDOH et A2 sur 3 types de sol
- La 10-monohydrochlordécone (A1) a été détectée dans 5 sols analysés
- Nécessité de valider complètement la méthode à une LOQ à 10 µg/kg MS et rechercher d'autres PTs
- Nécessité de confirmer notre observation concernant l'ajout de fluorure de sodium qui augmenterait significativement les concentrations de la chlordécone possiblement piégée dans les allophanes



INSTITUT Pasteur de la Guadeloupe

INRAE

UMR GENOSCOPE METABOLIC GENOMICS

C2AS CHIMIE ANALYTIQUE APPLIQUÉE À LA SANTÉ

Merci de votre attention.

anses

anr

REGION GUADELOUPE

l'Europe s'engage en Guadeloupe

Références Bibliographiques

- Chevallier, M. L., Della-Negra, O., Chaussonnerie, S., Barbance, A., Muselet, D., Lagarde, F., ... & Saaidi, P. L. (2019). Natural chlordecone degradation revealed by numerous transformation products characterized in key French West Indies environmental compartments. *Environmental science & technology*, *53*(11), 6133-6143.

- Della-Negra, O., Chaussonnerie, S., Fonknechten, N., Barbance, A., Muselet, D., Martin, D. E., ... & Le Paslier, D. (2020). Transformation of the recalcitrant pesticide chlordecone by Desulfovibrio sp. 86 with a switch from ring-opening dechlorination to reductive sulfidation activity. *Scientific reports*, *10*(1), 13545.

- Woignier, T., Clostre, F., Macarie, H., & Jannoyer, M. (2012). Chlordecone retention in the fractal structure of volcanic clay. *Journal of Hazardous Materials*, *241*, 224-230.

- Fernández-Bayo, J. D., Saison, C., Voltz, M., Disko, U., Hofmann, D., & Berns, A. E. (2013). Chlordecone fate and mineralisation in a tropical soil (andosol) microcosm under aerobic conditions. *Science of the total environment*, *463*, 395-403.

- Saint-Hilaire, M., Inthavong, C., Bertin, T., Lavison-Bompard, G., Guérin, T., Fournier, A., ... & Parinet, J. (2018). Development and validation of an HPLC-MS/MS method with QuEChERS extraction using isotopic dilution to simultaneously analyze chlordecone and chlordecol in animal livers. *Food Chemistry*, *252*, 147-153.

- Saint-Hilaire, M., Bertin, T., Inthavong, C., Lavison-Bompard, G., Guérin, T., Fournier, A., ... & Parinet, J. (2018). Validation of analytical methods for chlordecone and its metabolites in the urine and feces of ewes. *Journal of Chromatography B*, *1093*, 66-76.

Photo