

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

Développement d'une méthode d'analyse sensible et rapide du chlordécone et du chlordécol dans des matrices alimentaires crues et cuites

Marine Lambert, Fiona Lobo, Lénaïc Cabestant, Gwenaëlle Lavison-Bompard, Jean-Charles Leblanc, Chanthadary Inthavong

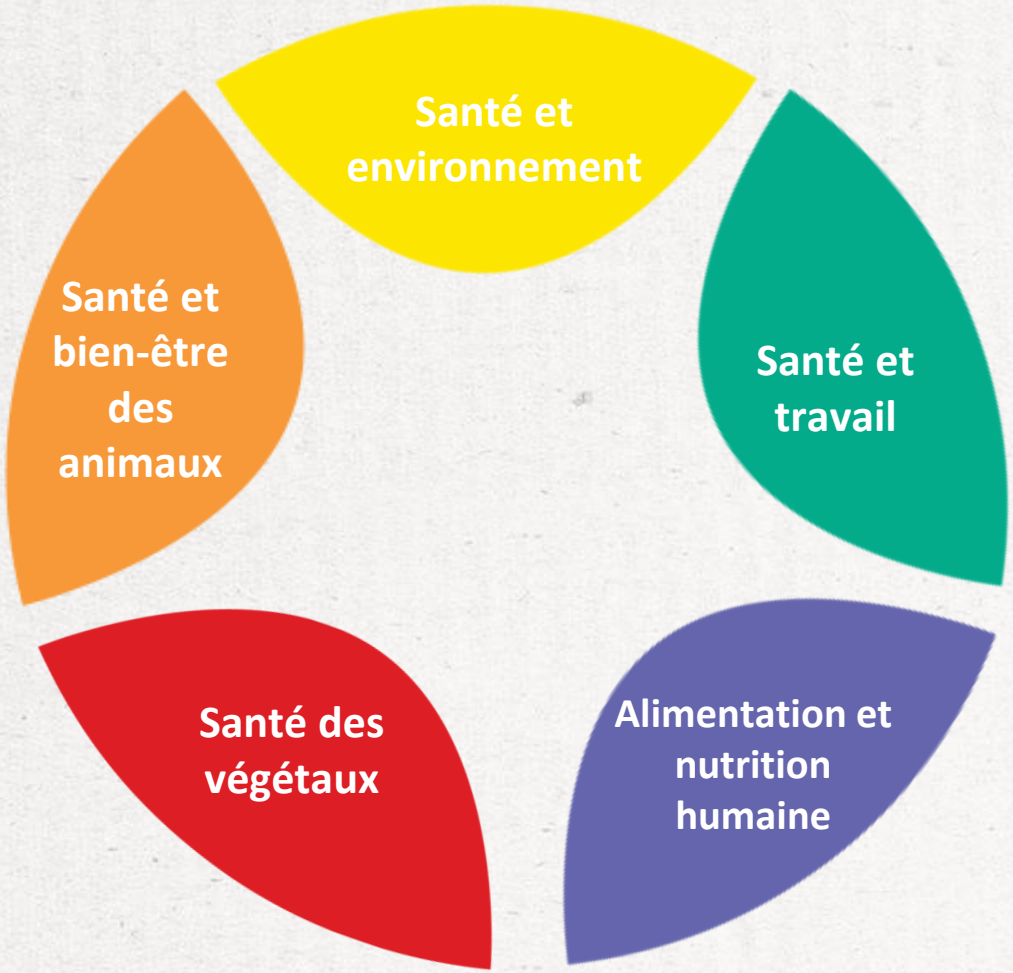
Sommaire

- **Contexte**
  - Quelques mots sur notre laboratoire
  - Contexte des travaux
- **Protocole d’extraction et de purification**
  - Méthodologie
  - Exemple des œufs cuits
- **Performances de la méthode**
- **Conclusion**

Contexte

Quelques mots sur notre laboratoire...

Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail



Laboratoire de Sécurité des Aliments

Unité Pesticides et Biotoxines Marines

- Laboratoire National de Référence (LNR) pesticides multirésidus denrées alimentaires d'origine animale (DAOA) et monorésidus (dont chlordécone)

- Développement et validation de méthodes
- Organisation d'EILA
- Support technique et scientifique
  - aux laboratoires agréés
  - à l'autorité compétente
- Participation aux comités de normalisation (AFNOR, CEN)
- Analyses officielles

Contexte des travaux

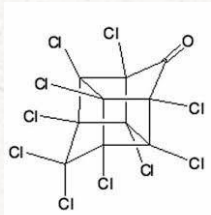
Projet ChlorExpo[1]

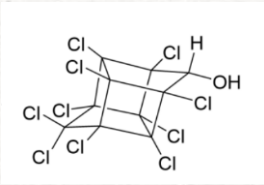
Anses
2021-2026

Objectif :
Affiner l'évaluation de l'exposition de la population des Antilles au chlordécone

Incluant son principal métabolite chlordécol

LQ basses





Echantillonnage alimentaire représentatif
723 échantillons (349 Guadeloupe / 374 Martinique)

- Diversité des matrices
- Aliments crus et cuits « tels que consommés »
- Différents modes de préparation et de cuisson

[1] ChlorExpo Etude affinée de l'exposition alimentaire de la population des Antilles au chlordécone – Avis de l'Anses Rapport d'expertise collective (Juin 2026)

Contexte des travaux

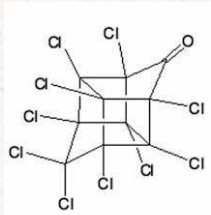
Projet ChlorExpo[1]

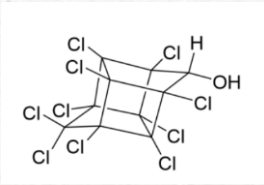
Anses
2021-2026

Objectif :
Affiner l'évaluation de l'exposition de la population des Antilles au chlordécone

Incluant son principal métabolite chlordécol

LQ basses





Echantillonnage alimentaire représentatif
723 échantillons (349 Guadeloupe / 374 Martinique)

- Diversité des matrices
- Aliments crus et cuits « tels que consommés »
- Différents modes de préparation et de cuisson

Méthode officielle actuelle :
- LQ entre 3 et 5 µg/kg ☹
- CLDOH non analysé ☹
- Matrices crues ☹
- Méthode fastidieuse ☹

[1] ChlorExpo Etude affinée de l'exposition alimentaire de la population des Antilles au chlordécone – Avis de l'Anses Rapport d'expertise collective (Juin 2026)

Contexte des travaux

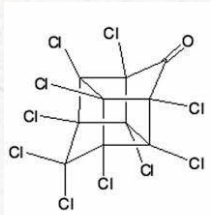
Projet ChlorExpo[1]

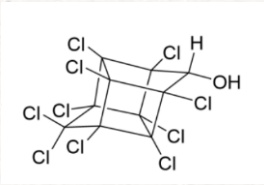
Anses
2021-2026

Objectif :
Affiner l'évaluation de l'exposition de la population des Antilles au chlordécone

LQ basses

Incluant son principal métabolite chlordécol





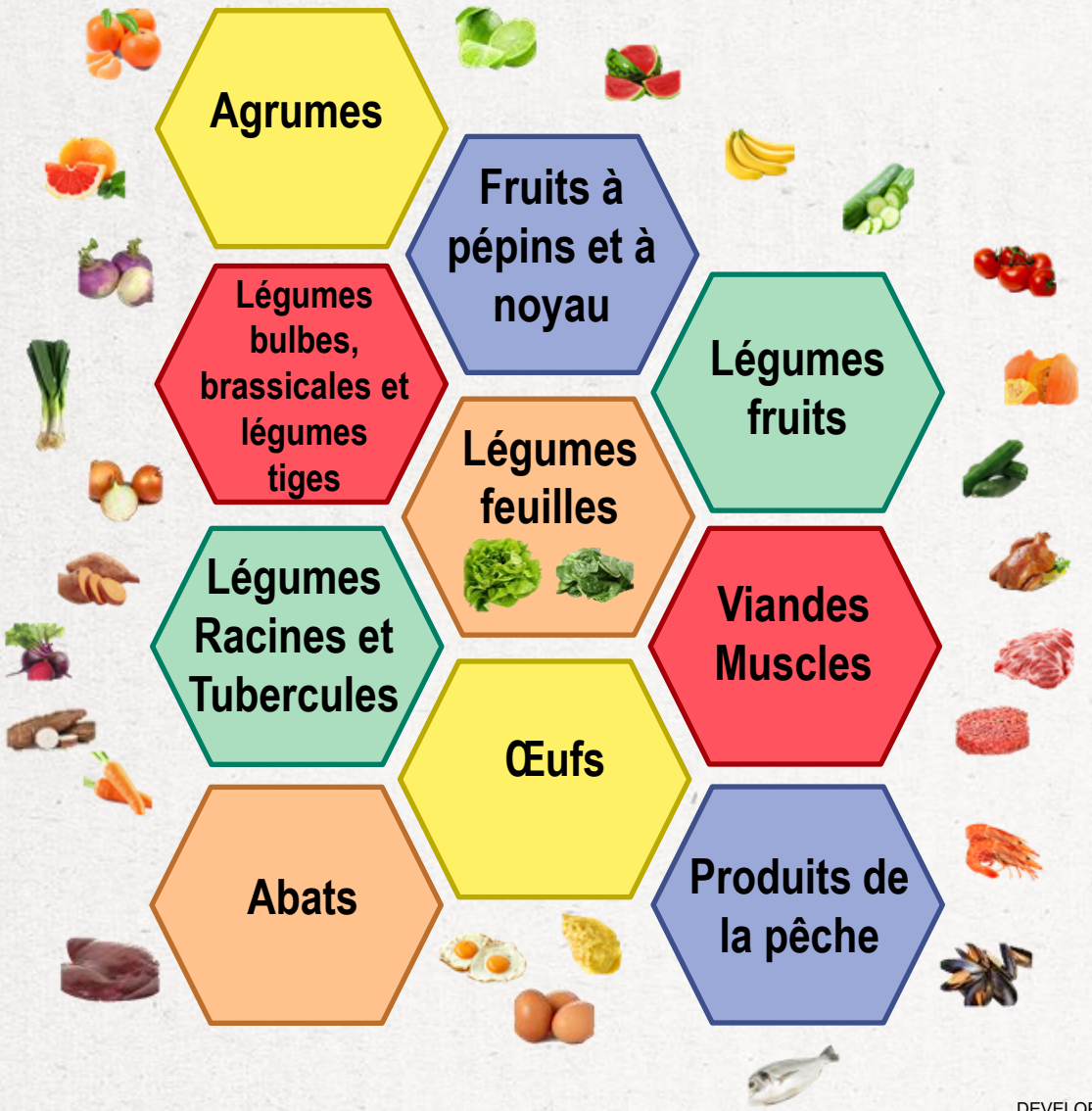
Echantillonnage alimentaire représentatif
723 échantillons (349 Guadeloupe / 374 Martinique)

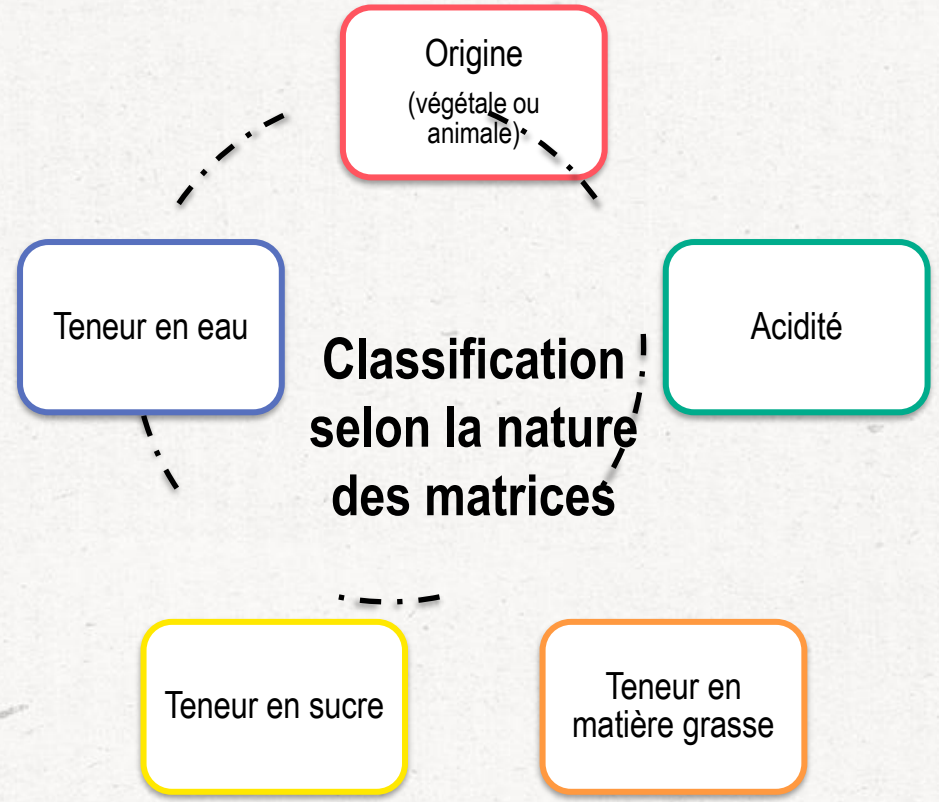
- Diversité des matrices
- Aliments crus et cuits « tels que consommés »
- Différents modes de préparation et de cuisson

Développement d'une nouvelle méthode d'analyse et validation selon les référentiels en vigueur

[1] ChlorExpo Etude affinée de l'exposition alimentaire de la population des Antilles au chlordécone – Avis de l'Anses Rapport d'expertise collective (Juin 2026)

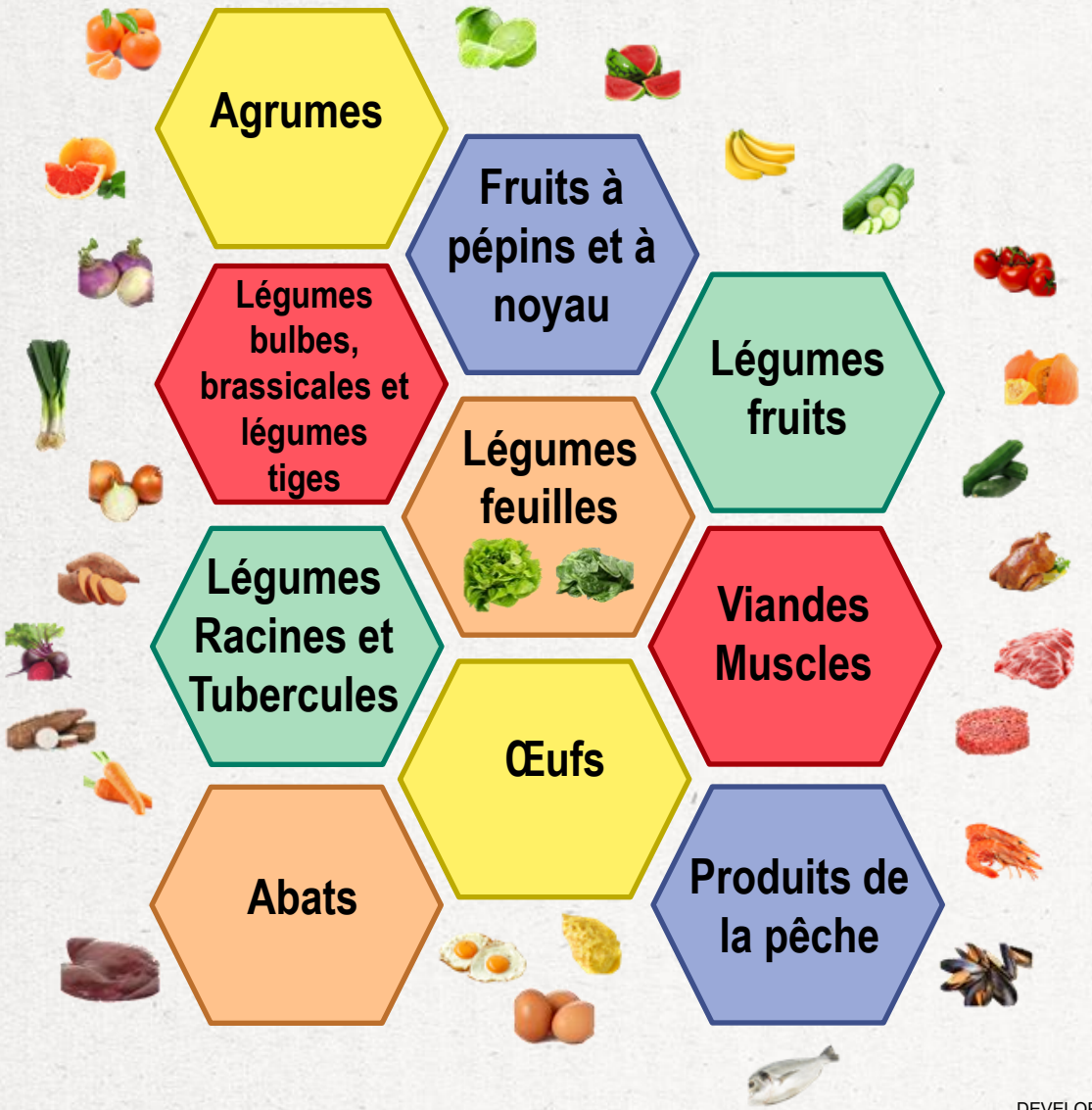
Contexte des travaux – Catégories de matrices

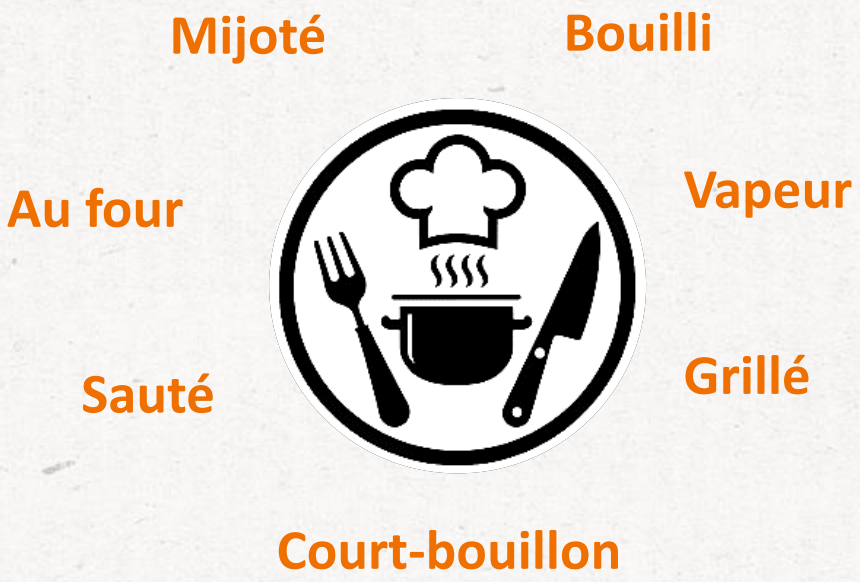




Basée sur le LAB GTA 26 et le guide SANTE/11312/2021

Contexte des travaux – Catégories de matrices

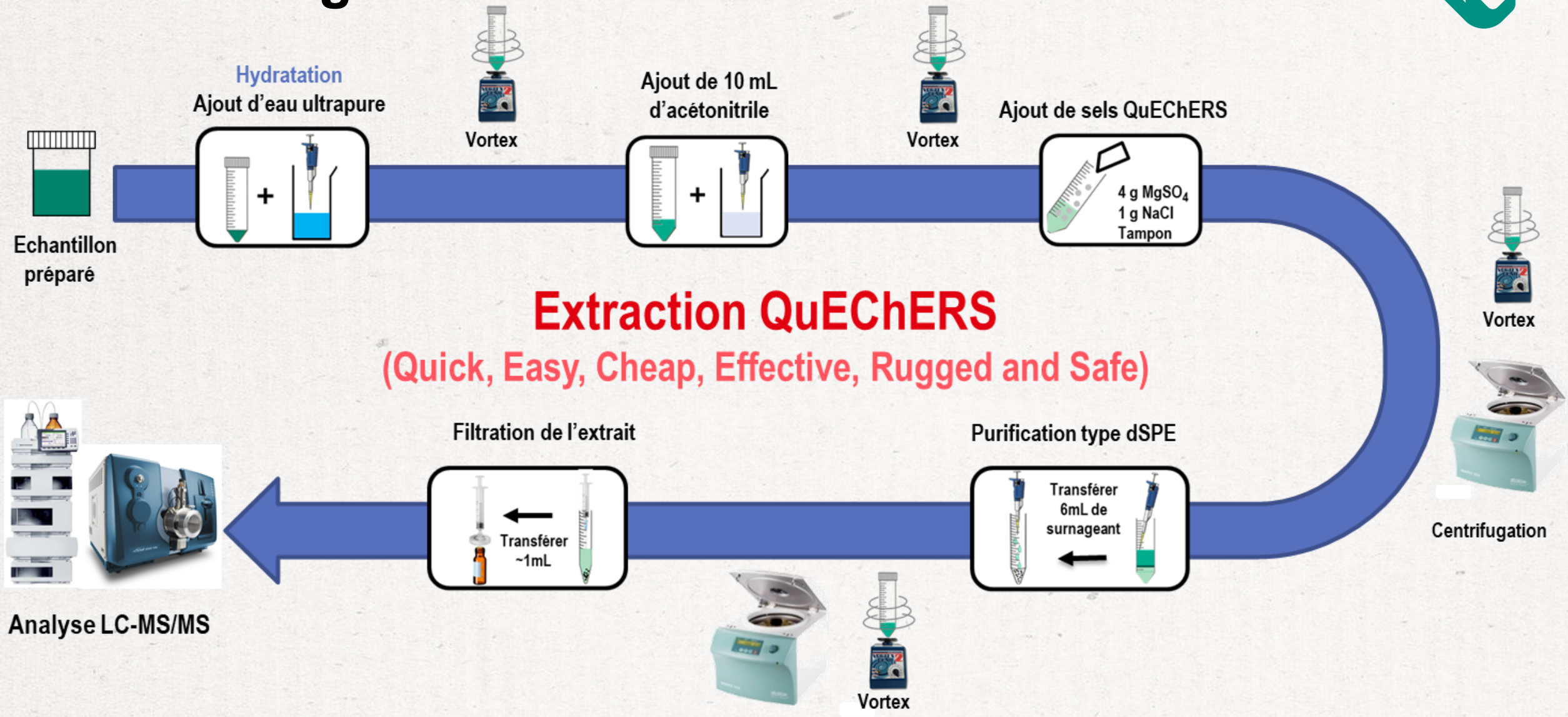




Protocole d’extraction et de purification

Méthodologie

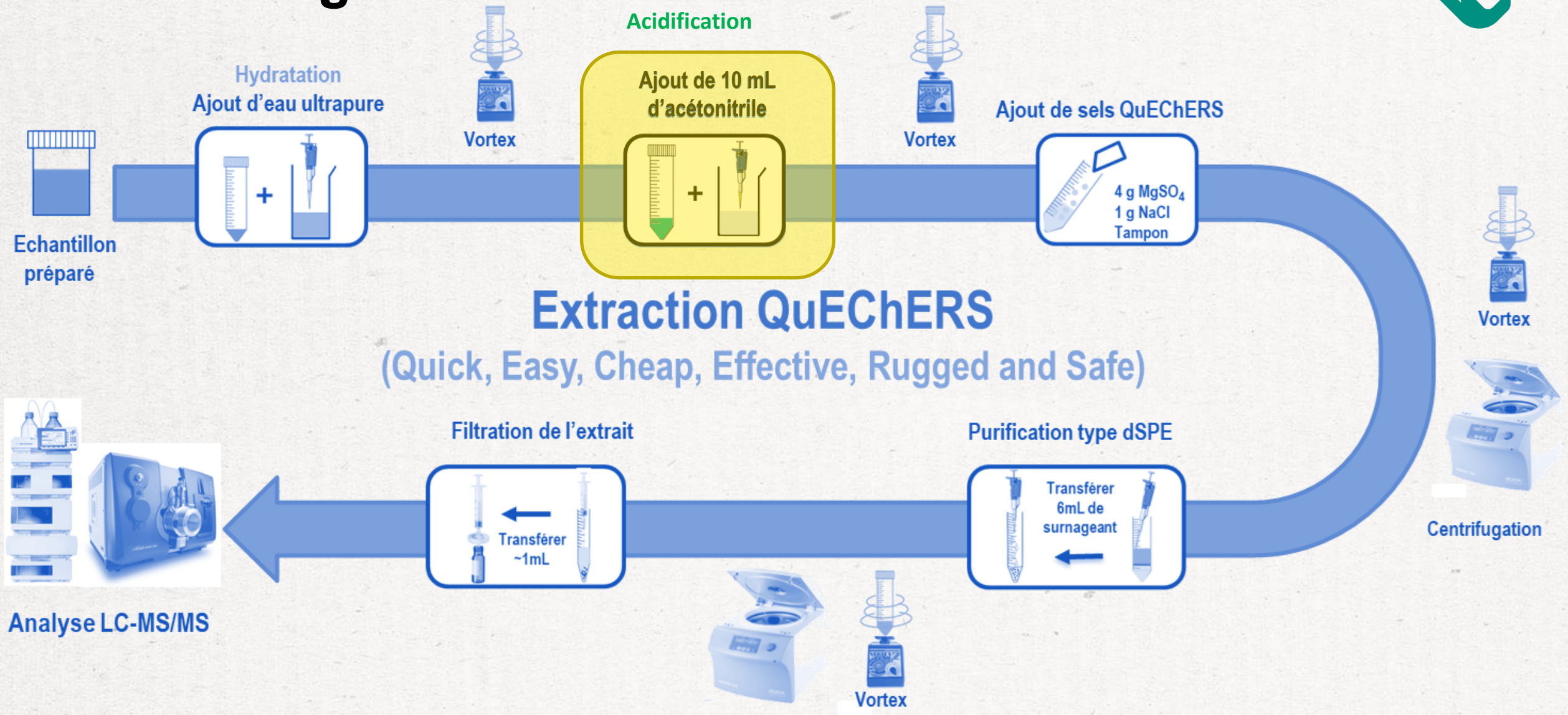
Optimisation différenciée selon les matrices



Saint-Hilaire *et al.*, « 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 (2018)

Méthodologie

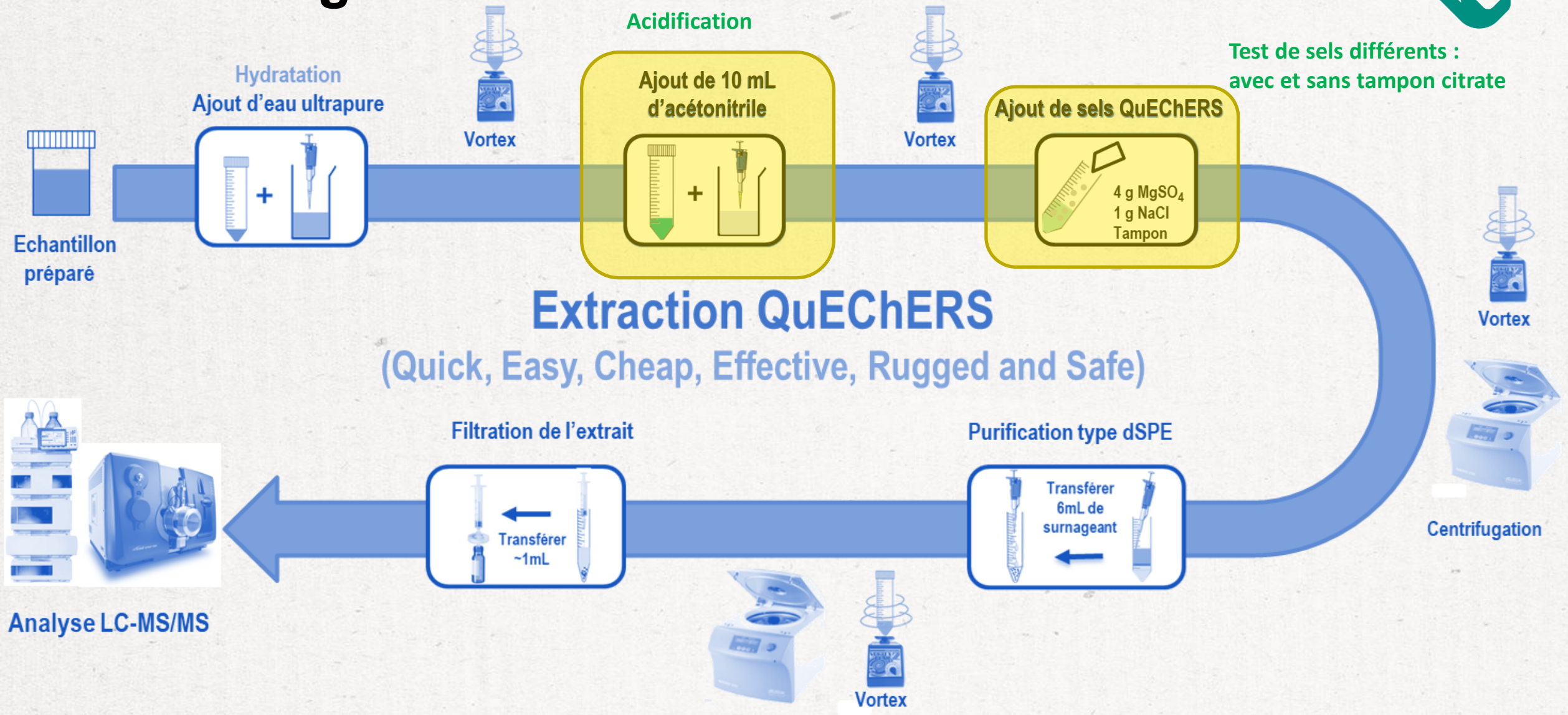
Optimisation différenciée selon les matrices



Saint-Hilaire *et al.*, « 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 (2018)

Méthodologie

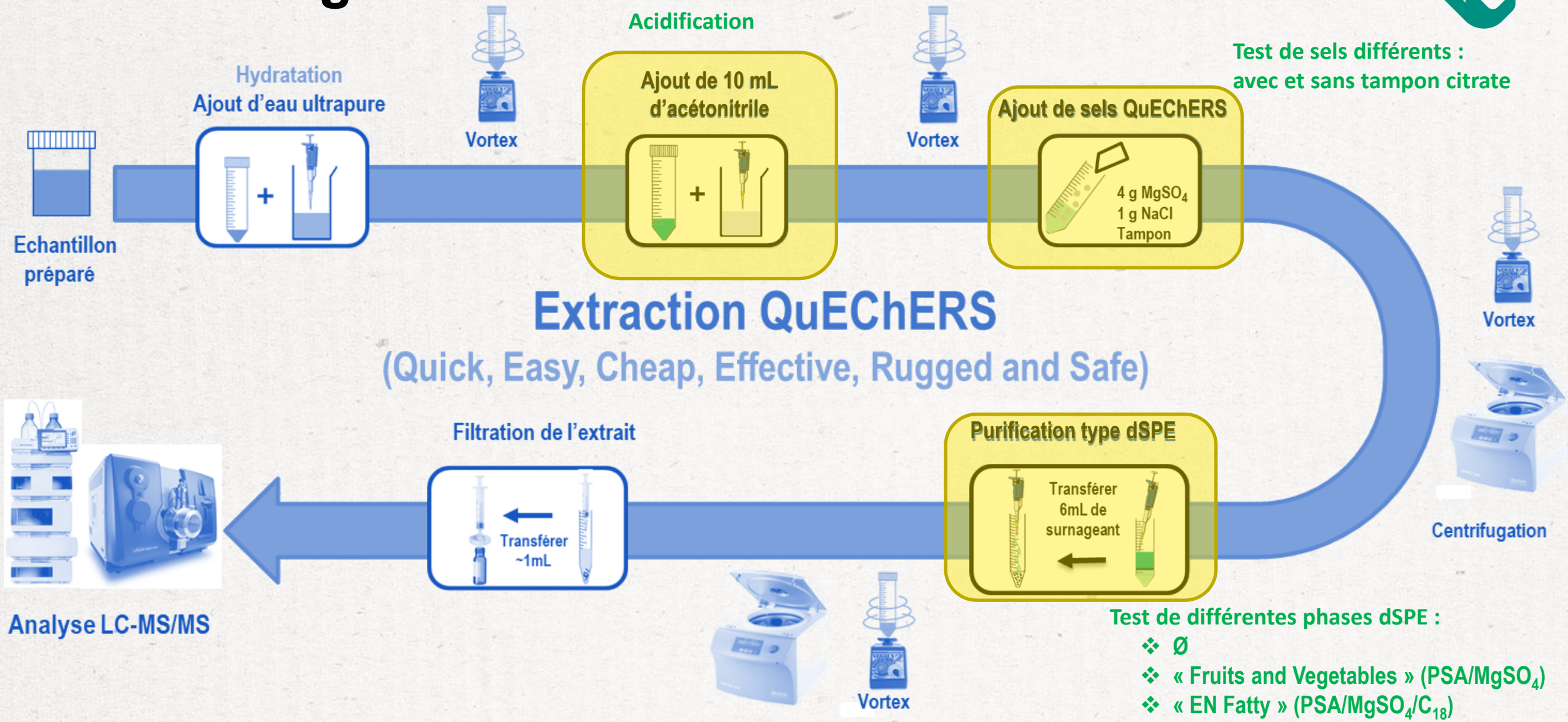
Optimisation différenciée selon les matrices



Saint-Hilaire *et al.*, « 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 (2018)

Méthodologie

Optimisation différenciée selon les matrices



Test de différentes phases dSPE :

- Ø
- « Fruits and Vegetables » (PSA/$MgSO_4$)
- « EN Fatty » (PSA/$MgSO_4$/C_{18})
- « EMR Lipid »

Saint-Hilaire *et al.*, « 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 (2018)

Méthodologie

Optimisation différenciée selon les matrices

Echantillon préparé

Hydratation
Ajout d'eau ultrapure

Vortex

Acidification
Ajout de 10 mL d'acétonitrile

Vortex

Test de sels différents :
avec et sans tampon citrate

Ajout de sels QuEChERS
4 g $MgSO_4$
1 g NaCl
Tampon

Vortex

Centrifugation

Extraction QuEChERS
(Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe)

Purification type dSPE
Transférer 6mL de surnageant

Test de différentes phases dSPE :
- ❖ Ø
- ❖ « Fruits and Vegetables » ($PSA/MgSO_4$)
- ❖ « EN Fatty » ($PSA/MgSO_4/C_{18}$)
- ❖ « EMR Lipid »

Vortex

Centrifugation

Filtration de l'extrait
Transférer ~1mL



Analyse LC-MS/MS

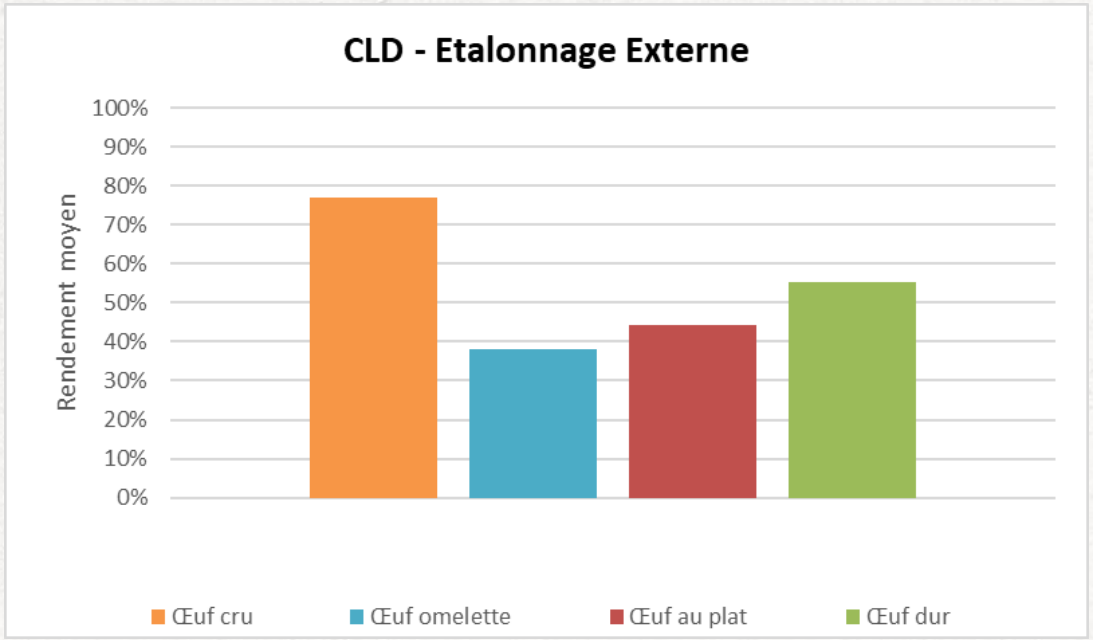
Optimisation du mode d'étalonnage :
- ❖ Étalonnage externe/interne
- ❖ Gamme solvant/matrice

Saint-Hilaire *et al.*, « 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 (2018)

Exemple des œufs cuits



- Pesée 5 g
- + étalon interne ($^{13}C_{10}$ CLD)
- + 10 mL H_2O
- + 10 mL acétonitrile
- Sels QuEChERS EN method (tampon citrate)
- Centrifugation (T_{amb})
- dSPE $MgSO_4$/PSA/C_{18}
- Filtration H-PTFE 0,2 µm
- Analyse LC-MS/MS



Ajout 50 ng/g

Œuf cru
Œuf omelette
Œufs au plat
Œuf dur

Constat CLD :

- Quelle que soit la phase de purification testée, différences de rendement entre les œufs crus et cuits
- Faibles rendement pour œufs cuits

(moins marqué pour CLDOH)

Exemple des œufs cuits



- Pesée 5 g
- + étalon interne ($^{13}C_{10}$ CLD)
- + 10 mL H_2O
- **+ 10 mL acétonitrile : acidification ?**
- Sels QuEChERS EN method (tampon citrate)
- Centrifugation (T_{amb})
- dSPE $MgSO_4$/PSA/C_{18}
- Filtration H-PTFE 0,2 µm
- Analyse LC-MS/MS

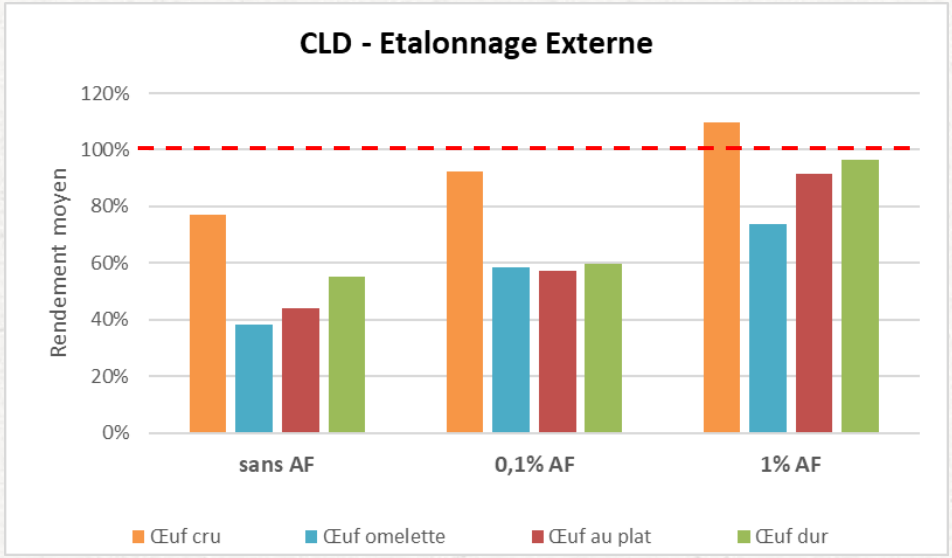
→ Dissocier validation œufs crus et cuits

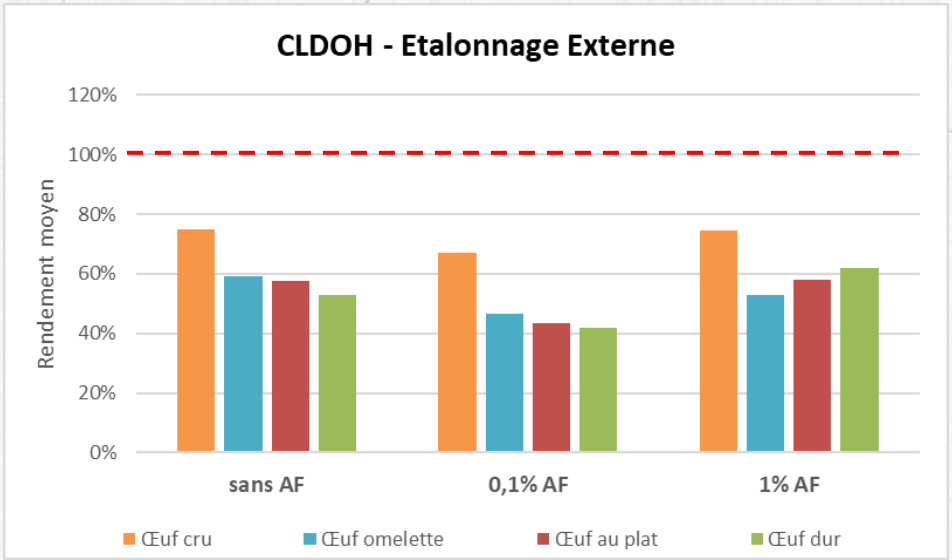
→ Tester l'ajout d'acide formique au solvant d'extraction sur œufs cuits

Exemple des œufs cuits



- Pesée 5 g
- + étalon interne ($^{13}C_{10}$ CLD)
- + 10 mL H_2O
- **+ 10 mL acétonitrile : acidification ?**
- Sels QuEChERS EN method (tampon citrate)
- Centrifugation (T_{amb})
- dSPE $MgSO_4$/PSA/C_{18}
- Filtration H-PTFE 0,2 µm
- Analyse LC-MS/MS





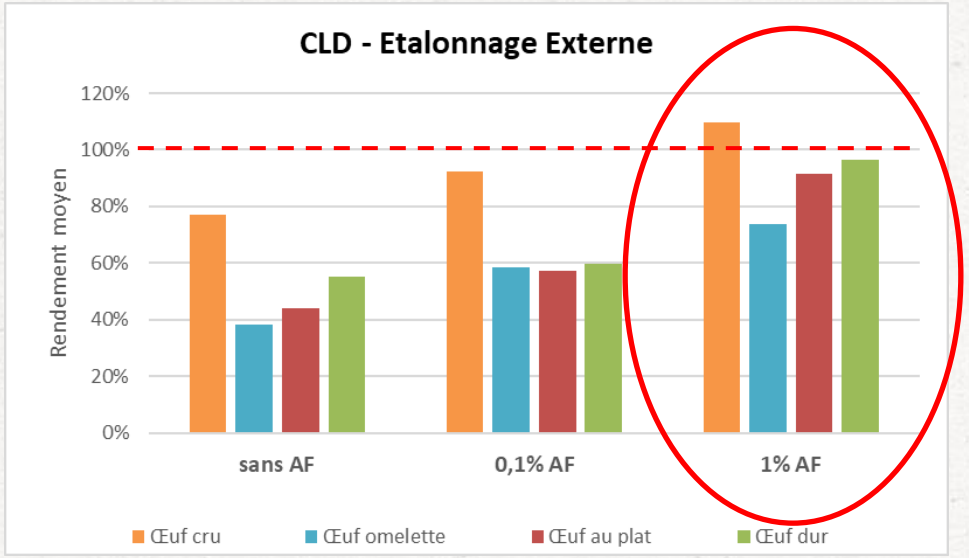
Ajout 50 ng/g

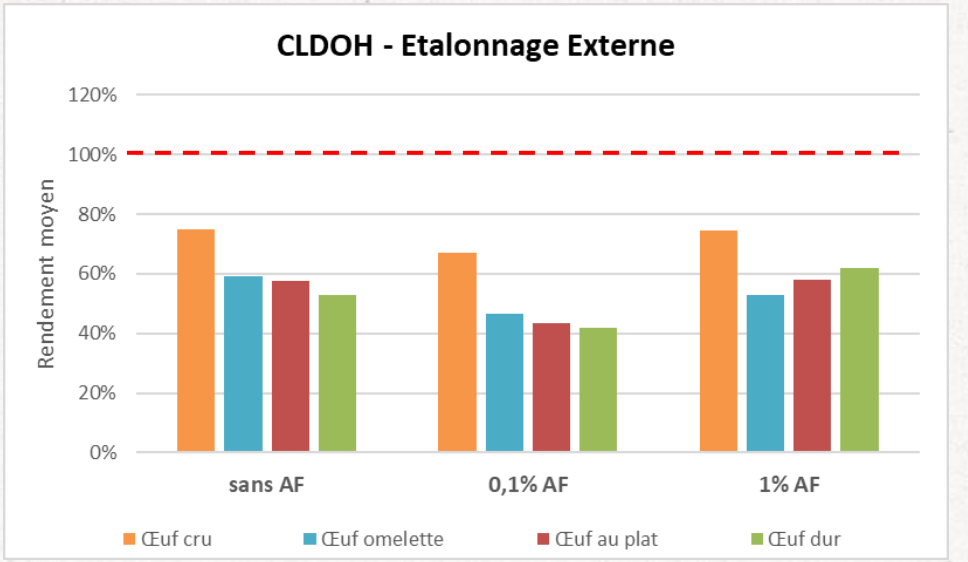
- Œuf cru
- Œuf omelette
- Œufs au plat
- Œuf dur

Exemple des œufs cuits



- Pesée 5 g
- + étalon interne ($^{13}C_{10}$ CLD)
- + 10 mL H_2O
- **+ 10 mL acétonitrile : acidification ?**
- Sels QuEChERS EN method (tampon citrate)
- Centrifugation (T_{amb})
- dSPE $MgSO_4$/PSA/C_{18}
- Filtration H-PTFE 0,2 µm
- Analyse LC-MS/MS





Ajout 50 ng/g

- Œuf cru
- Œuf omelette
- Œufs au plat
- Œuf dur

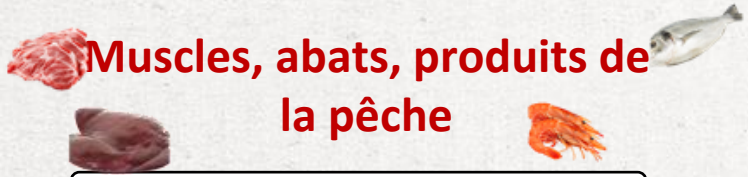
Amélioration de l'extraction par l'acidification du solvant

→ ACN + 1% AF

Protocoles DAOA

Étapes optimisées

Muscles, abats, produits de la pêche



- Peser 5 g
- + étalon interne
- + 5 mL eau MilliQ
- + 10mL ACN
- + sels QuEChERS (EN Method)
- Centrifugation *20°C*
- dSPE PSA/$MgSO_4$/C_{18} (EN Fatty)
- Centrifugation *20°C*
- Filtration H-PTFE 0,2µm
- Analyse par CL-SM/SM

Œufs crus



- Peser 5 g
- + étalon interne
- + 5 mL eau MilliQ
- + 10mL ACN
- + sels QuEChERS (EN Method)
- Centrifugation *20°C*
- SPE EMR lipid + Polish tube
- Centrifugation *20°C*
- Filtration H-PTFE 0,2µm
- Analyse par CL-SM/SM

Œufs cuits



- Peser 10 g
- + étalon interne
- + 10 mL eau MilliQ
- + 10mL ACN + 1% AF
- + sels QuEChERS (EN Method)
- Centrifugation *20°C*
- dSPE PSA/$MgSO_4$/C_{18} (EN Fatty)
- Centrifugation *20°C*
- Filtration H-PTFE 0,2µm
- Analyse par CL-SM/SM

Protocoles DAOV

Étapes optimisées

Agrumes

- Peser 10 g
- + étalons internes
- + 2 mL eau MilliQ
- + 600 µL NaOH 5M
- + 10mL ACN
- + sels QuEChERS (EN Method)
- Congélation pendant 2h à -20°C
- Centrifugation *-20°C*
- Ø purification
- Filtration H-PTFE 0,2µm
- Analyse par CL-SM/SM

Fruits à pépins et à noyau

- Peser 10 g
- + étalons internes
- + 2 mL eau MilliQ
- + 10mL ACN
- + sels QuEChERS (EN Method)
- Centrifugation *20°C*
- Ø purification
- Filtration H-PTFE 0,2µm
- Analyse par CL-SM/SM

Légumes

- Peser 10 g
- + étalons internes
- + 2,5 mL eau MilliQ
- + 10mL ACN
- + sels QuEChERS (EN Method)
- Centrifugation *20°C*
- dSPE PSA/$MgSO_4$ Fruits and Vegetables
- Centrifugation *20°C*
- Filtration H-PTFE 0,2µm
- Analyse par CL-SM/SM

Performances de la méthode

Performances de la méthode

- 10 catégories de matrices = **10 plans de validation**

- **Approche globale**
  - Validation selon référentiels pesticides et norme NF V03-110 (profil d'exactitude)
  - Multi-matrices
  - Cru et cuit (sauf œufs : plans de validation distincts selon le mode de cuisson)

- **Performances**

	CLD		CLDOH	
	LQ (µg kg^{-1})	Incertitude	LQ (µg kg^{-1})	Incertitude
Matrices végétales (6 catégories)	0,43	15 à 25%	1	15 à 25%
Produits de la pêche	0,43	20%	1	35%
Muscles/viandes	0,17	25%	0,5	25%
Abats	0,17	20%	1	30%
Œufs cuits	0,87	25 à 40%	2	30 à 45%
Œufs crus	0,087	20%	0,5	35%

Conclusion

Conclusion

- **Amélioration** des méthodes actuelles d'analyse :
  - **Abaissement des LQ** d'un facteur 3 à 18 selon les matrices (30 pour les œufs crus)
    → calculs d'exposition affinés
  - **Diminution des durées** d'extraction/purification
    → accroissement des débits d'analyse (40 éch./jour *vs.* 12 éch./jour)
- Analyse simultanée du CLD et de son principal métabolite **CLDOH**
- Application aux **723 échantillons crus et cuits** de l'étude ChlorExpo
- Evolution de la **méthode officielle** dans les denrées alimentaires d'origine animale (crues) **vers l'approche QuEChERS** depuis le 01/01/2026



Merci de votre attention.