
EXPOSE ORAL - Développement par plan d'expérience et validation par profil d'exactitude d'une méthode d'analyse de spéciation du mercure dans les aliments par HPLC ICP MS dans le cadre de la 3ème étude de l'alimentation totale (EAT3)

Djaber Ghaffour*¹, Axelle Leufroy , and Petru Jitaru

¹Laboratoire de Sécurité des Aliments – Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail, Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail – France

Résumé

Une méthode simple, rapide et robuste pour l'analyse de routine de spéciation du mercure inorganique (Hg²⁺) et du méthylmercure (CH₃Hg⁺) par chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) couplée à la spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS) a été optimisée et validée dans le cadre de la 3ème étude de l'alimentation totale (française) (EAT3). Les EATs sont approuvées par l'Organisation mondiale de la santé (OMS) et l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) et constituent l'un des outils les plus efficaces pour l'évaluation nationale de la contamination chimique des aliments préparés tels qu'ils sont consommés. Les EATs fournissent des informations scientifiques précieuses aux autorités nationales afin de traiter le risque pour la population générale en termes d'expositions chimiques alimentaires et de permettre la protection de la santé publique à long terme.

Une séparation efficace par HPLC (phase inverse) du Hg²⁺ et CH₃Hg⁺ a été réalisée en < 7 minutes. Le développement a été réalisé à l'aide d'un plan d'expérience pour la séparation par CLHP et l'extraction de l'échantillon. Dans ce dernier cas, deux approches d'extraction, employant respectivement un système fermé à micro-ondes et un bloc chauffant, ont été comparées.

La méthode a été validée sur la base de l'approche du profil d'exactitude selon la norme française NF V03-110, qui prend en compte l'évaluation simultanée de l'exactitude et de la précision de la méthode. À cette fin, cinq séries de mesures ont été réalisées, en double, pendant cinq jours différents, sur une période de deux mois, afin de construire le profil d'exactitude.

Les limites de quantification (LOQ) étaient de 2,5 µg/kg (poids frais, ww) pour le CH₃Hg⁺ et de 1,2 µg/kg (ww) pour le Hg²⁺. La reproductibilité intermédiaire en termes de coefficient de variation (CVR) était < 6 %. Le biais (%) obtenu pour l'analyse de quatre matériaux de référence certifiés (CRM) était < 7 %. Cette méthode s'est avérée robuste et adaptée à l'analyse de routine du Hg²⁺ et CH₃Hg⁺ dans les produits de la pêche avec des performances analytiques satisfaisantes afin d'évaluer les risques liés à la consommation de ce type de denrées alimentaires.

*Intervenant