

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_306	Zéaralénone M-306

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ Zéaralénone
 Débit prélèvement _____ 10 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

PASSEUR AUTOMATIQUE

Température d'utilisation _____ 10 °C
 Volume injecté _____ 80 µL
 Programme de température _____ non

1 colonne :

Colonne _____ ■ PHASE INVERSE
 Nature phase _____ ■ C18
 Granulométrie _____ 5 µm
 Longueur _____ 25 cm
 Diamètre _____ 4,6 mm
 Température d'utilisation _____ 40 °C
 Programme de température _____ non

1 détecteur :

FLUORIMETRIE

Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm _____ 274
 Longueur d'onde 2 (ou émission) en nm _____ 446

Phase mobile	Pourcentage	Présence d'un tampon
METHANOL	75	non
EAU	25	non

Recommandations particulières :

Débit de l'éluant : 1 mL/min

PRÉCAUTIONS :

Se reporter à l'aide-mémoire technique , **Manipulations dans les laboratoires de chimie** ^{1, 2}

¹ <http://risques%20et%20pr%c3%a9vention/>

² <http://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20953>

La zéaralénone est classée Cancérogène non génotoxique chez l'animal. En l'absence de données épidémiologiques, aucune évaluation de sa carcinogénicité chez l'homme n'a été proposée.[2]

Parmi les différentes méthodes chimiques utilisées en vue de décontaminer les aliments, les plus efficaces vis-à-vis de la zéaralénone semblent être l'emploi de formaldéhyde, puis d'hydroxyde d'ammonium.[3]

Les solutions de décontamination seront éliminées dans un bidon de récupération pour produits chimiques prévu à cet effet.

[3] Voir bibliographie citée dans la méthode M-306.

Validation Méthode Analytique**Répétabilité :**

Injections d'une même solution 10 fois de suite. Déterminations réalisées pour 4 niveaux de concentration (entre 1 et 20 ng/mL à l'injection) :

CV 14,8 % (pour 1 ng/mL) à CV 1,84 % (pour 20 ng/mL)

Limite de détection (LD) :

La limite de détection, équivalente à 3 fois la concentration équivalente au bruit de fond mesuré dans les conditions de l'analyse d'une solution de la substance à doser, est estimée à 1 ng/mL.

Limite de quantification (LQa) :

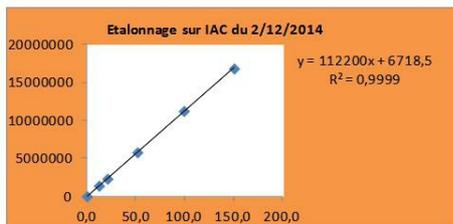
La limite de quantification, a été déterminée selon le protocole MétroPol F1 :2014, dans des conditions de fidélité intermédiaire et par dopage de 6 mousses en coupelle à l'aide d'une suspension de farine de maïs contaminée (teneur 209 µg/kg en zéaralénone).

La limite de quantification a été estimée à 3 ng de zéaralénone prélevée en coupelle CIP10 ou 15 ng/mL pour les solutions dosées après purification IA et concentration. La concentration minimale en zéaralénone, mesurable dans l'air pour un prélèvement de 8 heures, est de 0,6 ng/m³.

Réponse analytique - linéarité :

La fonction d'étalonnage et le domaine de concentrations associé ont été déterminés par l'analyse d'au moins 6 niveaux de concentration de zéaralénone, de 2 à 150 ng/mL injectées, dans des conditions de fidélité intermédiaire.

Fonction d'étalonnage moyenne (n= 7 séries d'analyses) : $y = 117550x +/ - b$, avec une variation de 6 % sur ce coefficient.

Exemple de la droite d'étalonnage obtenue

Taux de récupération

Conditions de l'essai :

L'essai a été réalisé pour 3 niveaux de charge, 5 ou 6 échantillons au moins étant analysés par niveau de charge.

Résultats de l'essai :

Le rendement de récupération moyen est calculé sur l'ensemble des valeurs obtenues pour chaque niveau de charge.

$$K_{Ti} (\%) = \frac{q_{Ti}}{q} \times 100$$

q_{Ti} = quantité de zéaralénone (ng) dosée sur la mousse et dans la coupelle i

q = quantité théorique dopée sur la mousse et dans la coupelle i, calculée à partir de la quantité de farine pesée sur la mousse (et dans la coupelle) et de la contamination de cette farine.

	essai 1	essai 2	essai 3	essai 4
Quantité collectée (ng)	4,07	93	182	402
KT1(%)	89	82	95	84
KT2(%)	83	79	86	87
KT3(%)	80	88	89	85
KT4(%)	83,9	94	89	88
KT5(%)	81,5	95	90	85
KT6(%)	78			
KT Moyen(%)	82,6	87,6	89,8	85,8
Ecart type	3,8	7,1	3,3	1,6
Coefficient de variation(%)	4,6	8,1	3,6	1,9

Conservation après prélèvement

Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Détermination du rendement de conservation de la zéaralénone sur mousse en cassette CIP10

Un essai de conservation de la zéaralénone sur les mousses en coupelles, stockées pendant 30 jours à température ambiante, a été réalisé pour deux niveaux de concentration et 3 répétitions au moins par niveau de concentration.

Les dispositifs de prélèvement ont été dopés à l'aide de suspensions de farines de maïs contaminées (teneurs 4750 µg/kg et 162 µg/kg en zéaralénone).

Résultats de l'essai :

Le rendement de conservation moyen est calculé sur l'ensemble des valeurs par niveau de charge.

$$K_{ci} = \frac{q_{txi}}{q_{t0}} \times 100$$

q_{txi} = quantité de substance dosée au bout de 30 jours pour le dispositif (i) ;

q_{t0} = quantité de substance moyenne dosée à t_0 (pour le niveau de concentration).

q1

Niveau de charge 1 (q1) _____ 3,36 ng

q2

Niveau de charge 2 (q2) _____ 342,7 ng

Temps de conservation

Temps 1 _____ 30 jour(s) à 21 °C

Taux de récupération T1	q1	q2
Kc1(%)	117	101
Kc2(%)	119	109
Kc3(%)	111	99
Kc4(%)	92,8	101
Kc Moyen(%)	109,9	103
Coefficient de variation (%)	11	4

Informations complémentaires

ETALONNAGE

Préparer une gamme de solutions étalon à partir de la solution-mère zéaralénone

- Effectuer une dilution au 1/100 de la solution-mère : 100 µL dans 9,9 mL d'un mélange MeOH/H₂O (50/50). On obtient l'étalon de travail (**A1**) à **1 µg/mL**.
- Effectuer une dilution au 1/10 de la solution-mère : 1 mL dans 9 mL d'un mélange MeOH/H₂O (50/50). On obtient l'étalon de travail (**A1 /10**) à **0,1 µg/mL**.
- Préparer les étalons de dosage en effectuant (par exemple) :

une dilution au 1/500 de **A1 /10** (20 µL + 9,98 mL de tampon PBS) : étalon **E1** à 0,2 ng/mL,

une dilution au 1/200 de **A1 /10** (50 µL + 9,95 mL de tampon PBS) : étalon **E2** à 0,5 ng/mL,

une dilution au 1/100 de **A1 /10** (100 µL + 9,9 mL de tampon PBS) : étalon **E3** à 1 ng/mL,

une dilution au 2/100 de **A1 /10** (200 µL + 9,8 mL de tampon PBS) : étalon **E4** à 2 ng/mL,

une dilution au 3/100 de **A1 /10** (300 µL + 9,7 mL de tampon PBS) : étalon **E5** à 3 ng/mL.

Pour une plus grande précision de l'analyse, toutes les dilutions décrites ci-après pourront être réalisées par gravimétrie (sur une balance calibrée, masses lues en g) :

Pesée (**me0**) flacon vide avec bouchon,

Pesée (**me1**) flacon bouché + tampon (densité $d=1$),

Pesée (**me2**) flacon bouché + tampon + solution de zéaralénone ($d = 0,895$).

La concentration exacte en zéaralénone pour chaque étalon E1 à E5 est alors égale à :

$$E(\text{ng/mL}) = \left[\frac{(me2 - me1)}{0,895} \times A1_{10} \right] + \left[\frac{(me2 - me1)}{0,895} + \frac{(me1 - me0)}{1} \right]$$

L'étape de fixation/purification/extraction sur colonne IA est réalisée dans les mêmes conditions que celle des échantillons.

- Transférer les 10 mL de chaque étalon E1 à E5 sur une colonne IA préalablement conditionnée. Après rinçage de la colonne par la solution tampon, l'extraction est effectuée par 2 mL de méthanol.

- Laisser s'écouler par gravité et appliquer un léger vide pour récupérer les dernières gouttes, recueillir dans des flacons identifiés et mélanger.

On obtient 2 mL des étalons extraits Ee (1 à 15 ng/mL de zéaralénone dans le méthanol).

Pesée (**me3**) flacon vide avec bouchon,

Pesée (**me4**) flacon bouché + extrait IA (d = 0,79).

Pour chaque étalon, la quantité exacte de zéaralénone extraite sur IA est égale à :

$$q(\text{ng}) = E \times \left[\frac{(\text{me2} - \text{me1})}{0,895} + \frac{(\text{me1} - \text{me0})}{1} \right]$$

La concentration exacte en zéaralénone des extraits IA est égale à :

$$Ee (\text{ng / mL}) = q \times \frac{0,79}{(\text{me4} - \text{me3})}$$

- Les étalons extraits (Ee) contenus dans les flacons de récupération sont ensuite évaporés à sec sous flux d'azote et repris par 200 µL d'un mélange méthanol/eau 75/25 suivant le même protocole que les échantillons.

On obtient 200 µL des étalons concentrés Ec (10 à 150 ng/mL de zéaralénone dans le mélange méthanol/eau 75/25) :

Pesée (**me5**) flacon (+ bouchon) contenant le résidu sec,

Pesée (**me6**) flacon (+ bouchon) contenant le résidu et le solvant (d = 0,843).

Concentration exacte en zéaralénone (étalon extrait IA et concentré) :

$$Eec (\text{ng / mL}) = q \times \frac{0,843}{(\text{me6} - \text{me5})}$$

- Procéder à l'analyse des **étalons extraits et concentrés (Eec)**.

EXPRESSION DES RÉSULTATS

1- Déterminer la concentration (Ca) en zéaralénone des solutions analysées :

Tracer une droite d'étalonnage en prenant en compte la **concentration exacte (Eec) des étalons injectés**.

La concentration en zéaralénone C_a (ng/mL) dans la solution analysée est déterminée à partir de la droite d'étalonnage.

2- Calculer la quantité de zéaralénone (Mp) extraite sur IAC :

$$M_p (\text{ng}) = C_a \times V_r$$

avec V_r (mL) : volume de la solution de reprise après évaporation à sec ;

C_a (ng/mL) : concentration en zéaralénone de la solution analysée.

La quantité (M_p) est égale à la quantité de zéaralénone prélevée dans la coupelle du CIP10.

Calcul de la concentration (C) en zéaralénone dans l'air

$$C (\text{ng / m}^3) = (M_p - M_b) \times \frac{1000}{V}$$

avec :

M_p (ng) : masse de zéaralénone dans la coupelle de prélèvement

M_b (ng) : masse moyenne de zéaralénone dans les blancs de laboratoire

V (L) : volume d'air prélevé.

Calcul de la concentration pondérale des poussières contaminées dans l'air

1- Masse des poussières Q_x (en mg) prélevées dans la coupelle x.

Cette quantité est calculée selon :

$$Q_x = \Delta M_x - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta T_y$$

avec, pour n témoins pesés :

M_{ix} : la masse initiale de la x^e coupelle utilisé

M_{fx} : la masse finale de la x^e coupelle utilisée

ΔM_x : M_{fx} - M_{ix}, pour la x^e coupelle utilisée

T_{iy} : la masse initiale de la y^e coupelle témoin

T_{fy} : la masse finale de la y^e coupelle témoin

ΔT_y : T_{fy} - T_{iy} pour le y^e témoin.

Soit, pour 3 témoins :

$$Q_x = \Delta M_x - \frac{1}{3} (\Delta T_1 + \Delta T_2 + \Delta T_3)$$

2- Teneur moyenne en zéaralénone dans les poussières $Q_{z\acute{e}a}$ (en $\mu\text{g}/\text{kg}$) :

La contamination des poussières dans l'aérosol peut alors être estimée :

$$Q_{z\acute{e}a} (\mu\text{g} / \text{kg}) = \frac{M_{p_x} \times 1000}{Q_x}$$

avec M_{p_x} (ng) : masse de zéaralénone dosée dans la coupelle x

Q_x (mg) : quantité de poussières prélevée dans la coupelle x.

- [Chromato ZEA Méthode Zéa M 306 .docx](#)
- [Aide Incertitudes 306 .pdf](#)
- [Données analytiques zéaralénone 306.pdf](#)