



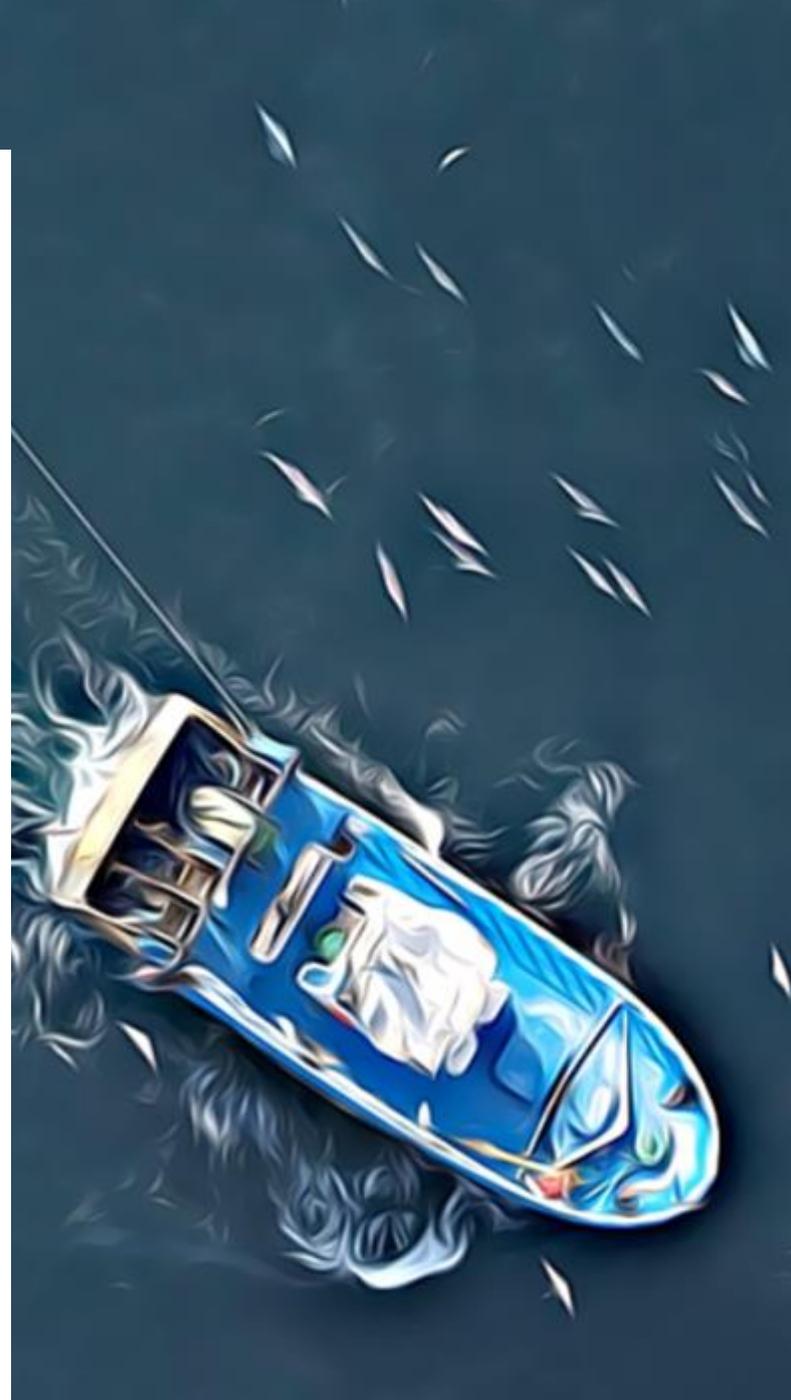
# DELphinus MOuvements GESTion

---

Octobre 2024

---

Jeu de données « Contaminants  
émergents »





**Durée du projet** : 3 ans

**Date de lancement** : 01/03/2022

**Date de fin** : 30/06/2025

**Coordinateurs de projet** : Clara Ulrich, Pierre Petitgas, Jérôme Spitz, Marion Pillet.

**Site web** : <https://delmoges.recherche.univ-lr.fr>

## Livrable

**WP concerné** : WP1

**Responsables du WP** : Tiphaine Chouvelon (ULR/CNRS), Amélia Viricel (UBO)

**Livrable L121**

**Date de production** : 31 Octobre 2024

**Titre** : Jeu de données « Contaminants émergents »

**Auteurs** : Yann Aminot<sup>1</sup>, Nicolas Briant<sup>1</sup>, Nadège Bely<sup>1</sup>, Sandrine Bruzac<sup>1</sup>, Florence Caurant<sup>2,3</sup>, Tiphaine Chouvelon<sup>1,2</sup>, Karine Héas-Moisan<sup>1</sup>, Paula Méndez-Fernandez<sup>2</sup>, Tiphaine Mille<sup>2</sup>, Nathalie Olivier<sup>1</sup>, Charles Pollono<sup>1</sup>, Jérôme Spitz<sup>2,3</sup>, Teddy Sireau<sup>1</sup>, Catherine Munsch<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Ifremer, CCEM Contamination Chimique des Écosystèmes Marins, F-44000 Nantes, France

<sup>2</sup> Observatoire Pelagis, UAR 3462 La Rochelle Université/CNRS, 17000 La Rochelle, France

<sup>3</sup> CEBC (Centre d'Études Biologiques de Chizé), UMR 7372 La Rochelle Université/CNRS, 79360 Villiers-en-Bois, France

## Résumé

Depuis les années 1990, la France connaît régulièrement des épisodes de mortalités importantes de dauphins, qui entraînent des pics d'échouages sur le littoral Atlantique en hiver. Depuis 2016, les échouages de petits cétacés dans le golfe de Gascogne présentant des traces de capture, atteignent des niveaux inédits. Si les données scientifiques actuelles permettent d'évaluer globalement le risque induit par ces captures accidentelles pour la conservation de la population de dauphins communs, elles sont toutefois trop lacunaires pour comprendre les déterminants écosystémiques et halieutiques à l'origine de ces captures. En concertation avec l'Office français de la biodiversité, les professionnels de la pêche et l'Etat, La Rochelle Université-CNRS et l'Institut français de recherche pour l'exploitation de la mer (Ifremer) ont construit le projet Delmoges (Delphinus Mouvements Gestion). Il vise, dans un premier temps, à combler ces lacunes en allant chercher des nouvelles données sur les habitats des dauphins, sur leurs interactions trophiques dans l'écosystème et leurs interactions techniques avec les engins de pêche. Ensuite, le projet propose d'intégrer les connaissances sur l'ensemble du socio-écosystème pour envisager une diversité de scénarios de diminution des captures accidentelles incluant des solutions technologiques et, enfin, d'en évaluer les conséquences biologiques et socio-économiques.

Ce livrable présente le jeu de données des concentrations en contaminants chimiques d'intérêt émergent mesurés dans le lard et le foie de dauphins communs. Ces données ont été acquises dans le cadre du travail du WP1/T1.2 sur la contamination chimique des dauphins communs (notamment ceux présentant des marques de capture). Le livrable décrit le contenu de ce jeu de données déposé sur le portail [SEANOE](https://www.seanoe.org).

## Dissémination

**Type de livrable** : Base de données

**Public** : Oui, avec un embargo sur les données jusqu'à la publication de l'article scientifique associé

**Lieux de stockage** : SEANOE <https://www.seanoe.org/data/00917/102860>

# Consortium scientifique



La Rochelle Université  
23 avenue Albert Einstein  
BP 33060  
17031 La Rochelle

<https://www.univ-larochelle.fr/>



Centre national de la recherche scientifique (CNRS)  
3, rue Michel-Ange  
75794 Paris cedex 16

<https://www.cnrs.fr/fr>



Institut Français pour l'Exploitation de la Mer (Ifremer)  
1625 route de Sainte-Anne - CS 10070  
29280 Plouzané

[www.ifremer.fr/](http://www.ifremer.fr/)



Université  
de Bretagne  
Occidentale

Université de Bretagne Occidentale (UBO)  
3 rue des Archives  
CS93837  
29238 Brest cedex 3

<https://nouveau.univ-brest.fr/>



Comité National des Pêches Maritimes et des Elevages Marins (CNP MEM)  
134 avenue de Malakoff  
75116 Paris

<https://www.comite-peches.fr/>

# Table des matières

1	Contexte .....	5
1.1	Contexte environnemental et scientifique.....	5
1.2	Rôle du livrable .....	5
2	Échantillonnage .....	5
2.1	Périodes et zones d'échantillonnage.....	5
2.2	Tissus échantillonnés et paramètres biologiques mesurés.....	6
3	Analyses chimiques .....	6
3.1	Lipides totaux.....	6
3.2	Contaminants organiques : DEC, RFB, PHCZ.....	6
3.3	Contaminants organiques : TCS, Me-TCS, BP .....	7
3.4	Contaminants organiques : PFAS.....	7
3.5	Contaminants inorganiques : Ree .....	7
4	Stockage et mise à disposition .....	8
5	Bibliographie .....	9

# 1 Contexte

## 1.1 CONTEXTE ENVIRONNEMENTAL ET SCIENTIFIQUE

Dans le cadre du WP1, la tâche 1.2 a pour objectif de caractériser la contamination historique et émergente (niveaux et profils) de dauphins communs présentant des marques évidentes de capture en la comparant à celle de dauphins non capturés. Les différences potentielles de contamination (notamment émergente) entre individus capturés ces dernières années et au début des années 2000 y sont également examinées. Des dauphins issus de la banque d'échantillons de Pelagis et retrouvés échoués sur la façade Atlantique française ont été ciblés dans cette tâche.

## 1.2 ROLE DU LIVRABLE

Ce livrable vise à mettre à disposition les concentrations en une large sélection de contaminants d'intérêt émergents (CEC) mesurés individuellement dans le foie ou le lard de dauphins communs (*Delphinus delphis*) du golfe de Gascogne. Les CEC ciblés incluent : i) les norbornènes halogénés (ou déchloranes, DEC), ii) les retardateurs de flamme bromés (RFB) alternatifs DBE-DBCH (isomères  $\alpha$  et  $\beta$ ), PBEB, BEH-TEBP, BTBPE, iii) les carbazoles polyhalogénés (PHCZ), iv) le triclosan (TCS) et son métabolite méthyl-triclosan (Me-TCS), v) les bromophénols (BPs), vi) les composés per- et polyfluoroalkylés (PFAS), et en particulier les perfluoroalkyl sulfonates ( $C_4$  à  $C_{12}$  PFSA) et les perfluoroalkyl carboxylates ( $C_5$  à  $C_{14}$  PFCA), et vii) des éléments de la famille des terres rares (REE - 14 éléments). Les concentrations de CEC ont été mesurées dans le foie (PFAS, REE) ou le lard (autres CEC).

Ces données soutiennent une meilleure caractérisation de l'exposome chimique des dauphins communs du golfe de Gascogne. Ils permettront en particulier d'examiner les variabilités de la contamination chimique en fonction des paramètres biologiques et du statut de capture, et entre les années récentes et le début des années 2000. Ces données pourraient également à terme servir de traceurs de population en complément des paramètres acquis dans la tâche T1.1.

# 2 Échantillonnage

## 2.1 PERIODES ET ZONES D'ÉCHANTILLONNAGE

L'analyse a porté sur un total de maximum 60 dauphins communs (45 à 60 individus analysés en fonction des contaminants ciblés), parmi lesquels 51 individus sont des dauphins échoués et récupérés par le réseau national d'échouages coordonné par Pelagis, et 9 individus sont des captures accidentelles directement observées à bord dans le golfe de Gascogne (e.g. programme PETRACET). Ces individus ont été échantillonnés entre 2000 et 2023.

## 2.2 TISSUS ECHANTILLONNES ET PARAMETRES BIOLOGIQUES MESURES

Les paramètres biologiques ont été récupérés à partir d'un jeu de données complémentaires portant sur l'analyse de traceurs écologiques (ratios isotopiques et contaminants historiques) mesurés sur les mêmes individus que ceux utilisés ici pour les analyses de CEC (voire livrable L113, Mille *et al.*, 2024). Chaque individu échoué ou capturé accidentellement a été mesuré et sexé par observation externe des cavités génitales, et une nécropsie a été réalisée au cours de laquelle des échantillons de foie et de lard ont été prélevés pour les CEC ciblés, et stockés à -20°C dans du plastique (foie pour les REE) ou dans du papier aluminium + plastique (foie pour les PFAS, lard pour les autres CEC). Pour les individus échoués, afin d'obtenir le plus grand nombre possible d'animaux adultes/matures, une présélection a été effectuée sur la taille des animaux à analyser. L'âge a finalement été estimé à partir de la lecture des dents (Méndez-Fernandez *et al.*, 2022). Pour chaque individu, l'âge moyen estimé par deux lecteurs indépendants est ainsi rapporté.

# 3 Analyses chimiques

## 3.1 LIPIDES TOTAUX

La teneur totale en lipides a été déterminée par gravimétrie dans chaque échantillon de lard (0,2 g poids frais), en utilisant le dichlorométhane (DCM) comme solvant d'extraction. Les résultats sont donnés en pourcentage de poids frais.

## 3.2 CONTAMINANTS ORGANIQUES : DEC, RFB, PHCZ

Les échantillons de lard ont été homogénéisés par cryobroyage et des sous-échantillons de 0,5 g poids frais ont été séchés avec du sulfate de sodium anhydre (1 nuit) puis extraits par extraction ultrasonique solide-liquide au dichlorométhane (DCM). La purification a été réalisée successivement par : i) chromatographie de perméation sur gel (460 mm×26 mm) sur phase de copolymère styrène–divinylbenzène (Biobeads SX-3), ii) chromatographie d'adsorption sur silice et alumine sur colonne et iii) chromatographie préparative par HPLC avec une colonne de nitrophénylpropylsilice (Nucléosil, particules de 5 µm, 250 x 4,6 mm, Interchim, France).

L'analyse quantitative a été réalisée, selon les contaminants, par chromatographie en phase gazeuse (Agilent 6890) couplée à la spectrométrie de masse à haute résolution (AutoSpec Ultima, Waters Corp.) munie d'une colonne RTX-1614 (30 m x 0,25 mm i.d. x 0,10 µm d'épaisseur de film) ou par chromatographe en phase gazeuse (Agilent 7890B) couplé à un spectromètre de masse quadropolaire triple Waters Xevo TQS-µ (Millford, États-Unis) utilisant l'ionisation chimique à pression atmosphérique en mode positif et muni d'une colonne DB-5 MS (30 m x 0,25 mm x 0,10 µm). Les résultats sont donnés en pg.g<sup>-1</sup> de poids frais.

### 3.3 CONTAMINANTS ORGANIQUES : TCS, ME-TCS, BP

Les échantillons de lard ont été homogénéisés par cryobroyage et des sous-échantillons de 0,5 g poids frais ont été séchés avec du sulfate de sodium anhydre (1 nuit) puis extraits par extraction ultrasonique solide-liquide au dichlorométhane (DCM). La purification a été réalisée par chromatographie par perméation sur gel (460 mm×26 mm) sur phase de copolymère de styrène–divinylbenzène (Biobeads SX-3).

L'analyse quantitative a été réalisée par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem (LC–ESI-MS/MS, Waters Acquity I-class) avec séparation sur une colonne BEH C18 (Waters® 1,7 µm 2,1 x 150 mm) et un couplage à un spectromètre de masse Xevo TQS-µ (Waters Corp.) interfacé d'une source ESI opérée en mode d'ionisation négative. Les résultats sont donnés en pg.g<sup>-1</sup> de poids frais.

### 3.4 CONTAMINANTS ORGANIQUES : PFAS

Les échantillons de foie ont été homogénéisés à l'aide d'un broyeur Ultra-Turrax T-25 et des sous-échantillons de 0,2 g (poids frais) ont été extraits par extraction solide-liquide avec pour solvant un mélange MeOH/KOH (0,01 M de KOH). Les extraits ont été ensuite purifiés sur deux sorbants SPE consécutifs (une phase stationnaire échangeuse d'anions faibles WAX et une phase stationnaire de carbone graphitique ENVICarb), évaporés à sec puis reconstitués dans 200 µL d'un mélange MeOH:H<sub>2</sub>O (50:50, v/v).

Leur analyse quantitative a été réalisée par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem (LC–ESI-MS/MS, Waters Acquity I-class) avec séparation sur une colonne BEH C18 (Waters® 1,7 µm 2,1 x 50 mm) et un couplage à un spectromètre de masse Xevo TQS-µ (Waters Corp.) interfacé d'une source ESI opérée en mode d'ionisation négative. Les résultats sont donnés en pg.g<sup>-1</sup> de poids frais.

### 3.5 CONTAMINANTS INORGANIQUES : REE

Les échantillons de foie congelé ont été lyophilisés et broyés manuellement à l'aide d'un mortier de verre et d'un pilon, méticuleusement nettoyés entre chaque échantillon. Un sous-échantillon de 0,2 g de poudre sèche a été minéralisé par digestion acide (14,5 M HNO<sub>3</sub> et 12 M HCl), puis dilué avec de l'eau ultrapure (Millipore) avant analyse.

L'analyse quantitative a été réalisée par spectrométrie de masse à plasma inductif triple quadropole (TQ ICP MS, ThermoFisher®), utilisée en mode de discrimination d'énergie cinétique (He) pour minimiser la formation d'oxyde dans le plasma. Les taux de formation d'oxydes et de polyatomes ont été évalués en calculant les rapports CeO/Ce et Ba<sup>2+</sup>/Ba<sup>+</sup> respectivement, et l'indium (2 µg L<sup>-1</sup>) a été utilisé comme étalon interne pour corriger le biais de masse des instruments. Les concentrations de terres rares sont rapportées individuellement en suivant leurs principaux isotopes, en ng.g<sup>-1</sup> poids sec : <sup>139</sup>La, <sup>140</sup>Ce, <sup>141</sup>Pr, <sup>146</sup>Nd, <sup>147</sup>Sm, <sup>153</sup>Eu, <sup>157</sup>Gd, <sup>159</sup>Tb, <sup>163</sup>Dy, <sup>165</sup>Ho, <sup>166</sup>Er, <sup>169</sup>Tm, <sup>172</sup>Yb, <sup>175</sup>Lu.

## 4 Stockage et mise à disposition

Le jeu de données a été téléversé sur le portail SEANOE avec un embargo de 2 ans (jusqu'au 25/10/2026) afin de permettre la publication des articles scientifiques associés. Le dépôt (DOI 10.17882/102860) est accessible au lien : <https://www.seanoe.org/data/00917/102860/>.

Le jeu de données est accompagné d'un résumé de l'étude et d'un document texte décrivant le jeu de données et indiquant les laboratoires et les méthodes analytiques utilisés pour leur acquisition.

## 5 Bibliographie

Méndez-Fernandez P, Spitz J, Dars C, Dabin W, Mahfouz C, André JM, Chauvelon T, Authier M, Caurant F (2022). Two cetacean species reveal different long-term trends for toxic trace elements in European Atlantic French waters. *Chemosphere* 294 : 133676. DOI : <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.133676>

Mille T, Caurant F, Méndez-Fernandez P, Pillet M, Spitz J, Viricel A, Alves F, Ferreira R, Covelo P, Pin X, López A, Torres-Pereira A, Eira C, Gaudino M, McHugh B, Murphy S, Marchand P, Venisseau A, Brault-Favrou M, Churlaud C, Guillou G, Dabin W, Demaret F, Dumortier C, Mauchamp A, Le Guern R, Jamet J, Belliard M, Chauvelon T (2024). Stable isotopes and chemical contaminants in common dolphins from European Atlantic waters. DOI: <https://doi.org/10.48579/PRO/AF2TUM>