

## Analyses des concentrations en métaux traces dans des tissus de trompes par ICP-MS : résultats préliminaires

Dr Sidonie REVILLON<sup>1</sup> , Dr Nolwenn Hymery<sup>2</sup>, Isabelle Ellis<sup>3</sup>

<sup>1</sup> SEDISOR, 65 Place Nicolas Copernic, 29280, Plouzané, France

<sup>2</sup> LUBEM, Laboratoire de Biodiversité et d'Écologie Microbienne, 29280, Plouzané, France

<sup>3</sup> Association Alerte Contraception, 22000 SAINT-BRIEUC

[sidonie.revillon@sedisor.eu](mailto:sidonie.revillon@sedisor.eu)

+33 (0)6 17 45 81 34

[www.sedisor.eu](http://www.sedisor.eu)

# Préambule : La rencontre (au détour d'un couloir)

D'une victime ...

... d'effets secondaires majeurs liés à un dispositif de type ESSURE entre 2008 et 2016

D'une toxicologue ...

... spécialisée (entre autre) dans l'étude des effets des contaminants alimentaires sur les cellules humaines

et d'une géochimiste ... ... ??? ...

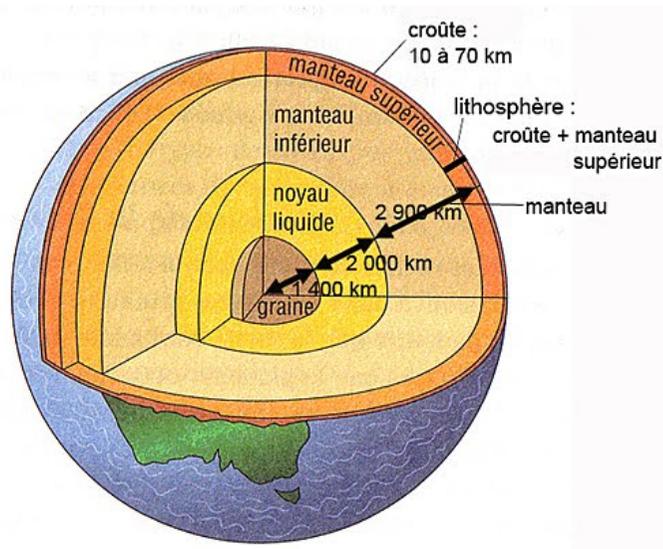


Tableau périodique des éléments chimiques

The image shows a standard periodic table of elements. The elements are color-coded by groups: alkali metals (red), alkaline earth metals (orange), transition metals (various colors), noble gases (green), and others. A legend at the bottom identifies the color-coded groups.



[www.alerte-contraceptions.fr](http://www.alerte-contraceptions.fr)

# Approche par bilan chimique/bilan de masse

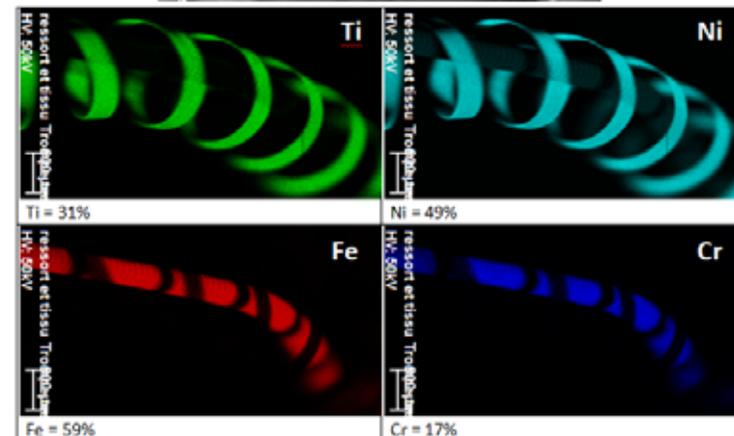
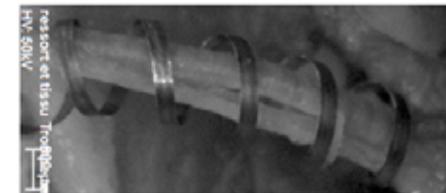
## Travaux préliminaires (2018 et 2019)

### (1) Analyses chimiques d'implants ESSURE neufs (Travaux du Dr V. Balter, Lyon)

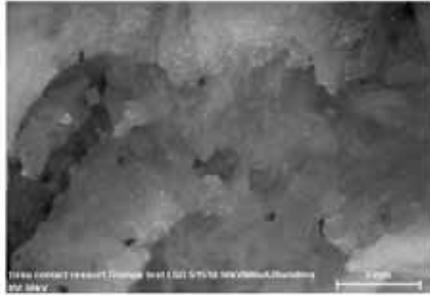
De nombreux métaux sont présents dans les implants en plus du Ni, Fe, Cr et Ti.

### (2) Analyse *in situ* par micro XRF d'un implant et des tissus en contact

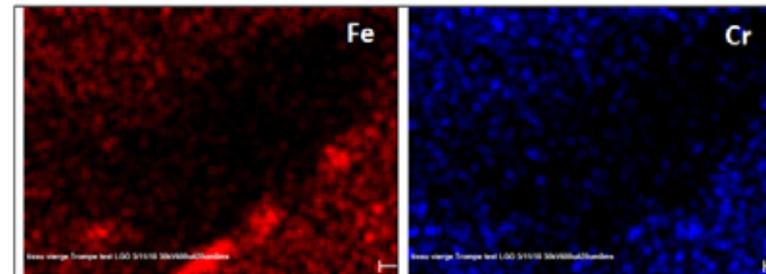
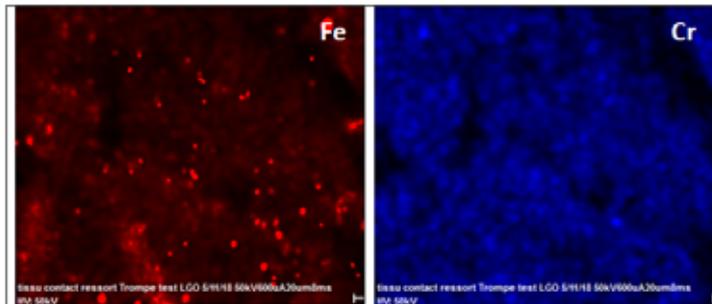
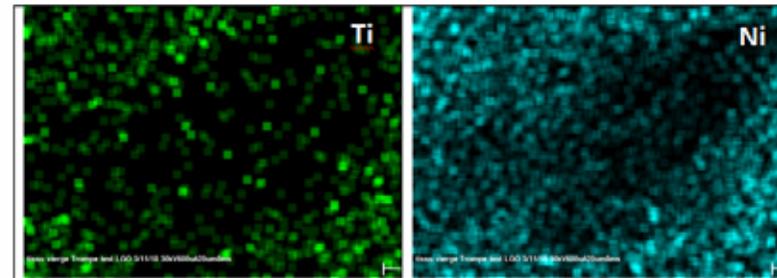
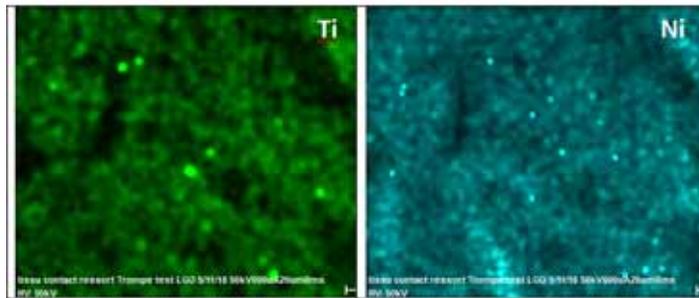
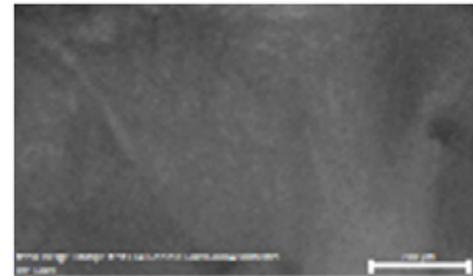
<b>N1 boule et N2 petit ressort</b> Fe 58 % Cr 17 % Ni 14.5 % Mo 2.7 % Mn 1.6 % W 0.5 % Traces : Co, Cu, V, Sn, As, Hg, Sb, Mg Total N1 93.3% Total N2 95.8 %	<b>N3 soudure</b> Sn 48 % Fe 21.6 % Ni 7.3 % Cr 6.2 % Ti 1.3 % Ag 0.95 % Au 0.9 % Mn 0.6 % W 0.2 % Traces : Cu, Co, V, Pb, Sb, Bi, Hg, As, Mg Total 87.1 %	<b>N4 bague petit ressort</b> Fe 52.4 % Ni 7.3 % Cr 25.4 % Co 7.19 % Ni 6.2 % W 6.1 % Mo 1.2 % Mn 0.7 % W 0.2 % Traces : Cu, Co, V, Pd, Rn, Mg, Sn, Hg, Au, As, Sb Total 99.5 %	<b>N5 gros ressort</b> Ni 55 % Ti 29.5 % Cr 0.23 % Traces : Mg, Fe, W, Zn, Au, Mn, Hg, Sn, Co Total 84.8 %	<b>N6 fin gros ressort</b> Pt 84.7 % W 9.7 % Traces : Pd, Rh, Fe, Mg, W, Cu, Au, Zn, Bi, Co Total 94.4 %



Tissu en contact avec l'implant



Tissu éloigné de l'implant



www.d

Concentrations trop faibles / technique non adaptée

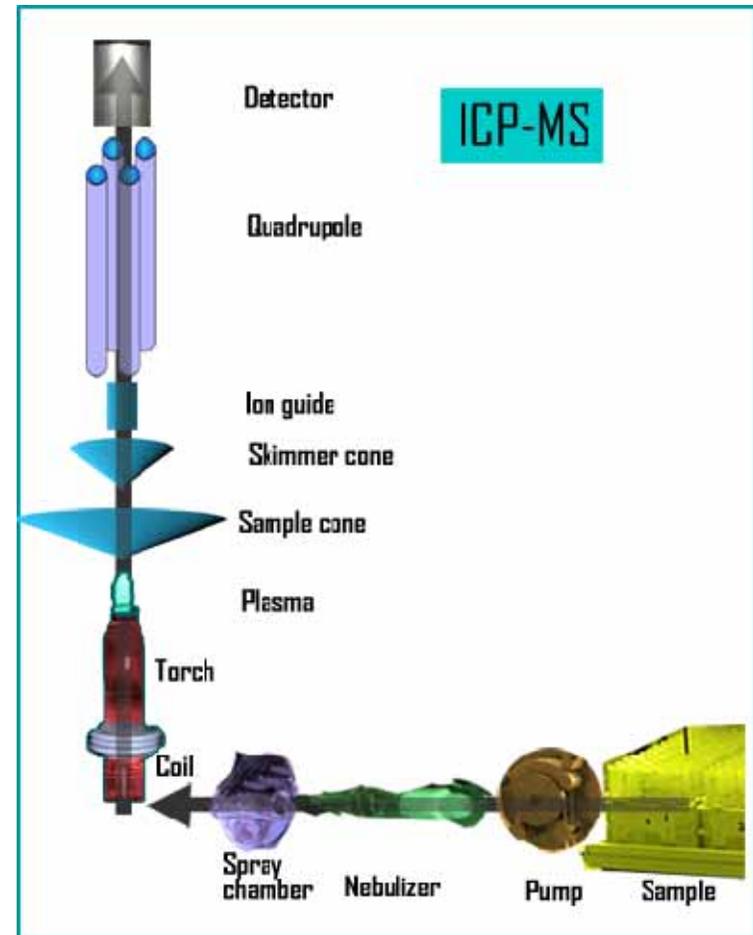
## Mesures quantitatives par ICP-MS

### Avantages :

- Mesures de très faibles concentrations (jusqu'au ppt)
- Gamme d'éléments très large
- Bonne tolérance aux effets de matrice

### Inconvénients :

- Coûts élevés
- Préparations délicates
- Nécessite une expertise spécifique



## Préparations chimiques

### Mise en solution des tissus :

- $\text{H}_2\text{O}_2$  : ~ 18h @ 100°C
- $\text{HNO}_3$  14,4N + HCl 10 N (eau régale) : ~ 12h @ 100°C
- Reprises en  $\text{HNO}_3$  14,4N : ~ 4h @ 130 °C
- Préparation des solutions en  $\text{HNO}_3$  2,5%

### Pour les tissus conservés en bloc de paraffine :

- Dissolution de la paraffine par un solvant apolaire (ici hexane)
- Rinçages  $\text{H}_2\text{O}$  ultra-pure
- Séchage des tissus
- Mises en solution

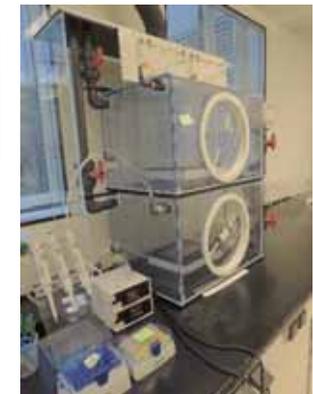
### Pour les tissus conservés dans le formol,

- Séchage au four @ 90°C pendant ~6h
- Mises en solution

Préparation des blancs

Solutions de calibrations

Standards de référence ?



*Faut il travailler sur la matière sèche ?  
Humide ? Lyophilisée ? Passée au four ?  
Quelle température ? Combien de  
temps ?*

Toutes les méthodes sont aussi basées sur les études de Day et al, 2017 et Rahil-Khazen, 2002 (Journal of Trace Elements in Medicine and Biology)



## Echantillons traités

Tissus de patientes implantées ESSURE :

- **5 duplicats de tissus conservés dans le formol**
- **2 duplicats de tissus conservés dans un bloc de paraffine**

*Série « M »*

*Série « C »*

Tissus de patientes non implantées :

- **3 duplicats de tissus conservés dans le formol**

*Série « 17325 »*

Blancs chimie, hexane, paraffine, formol

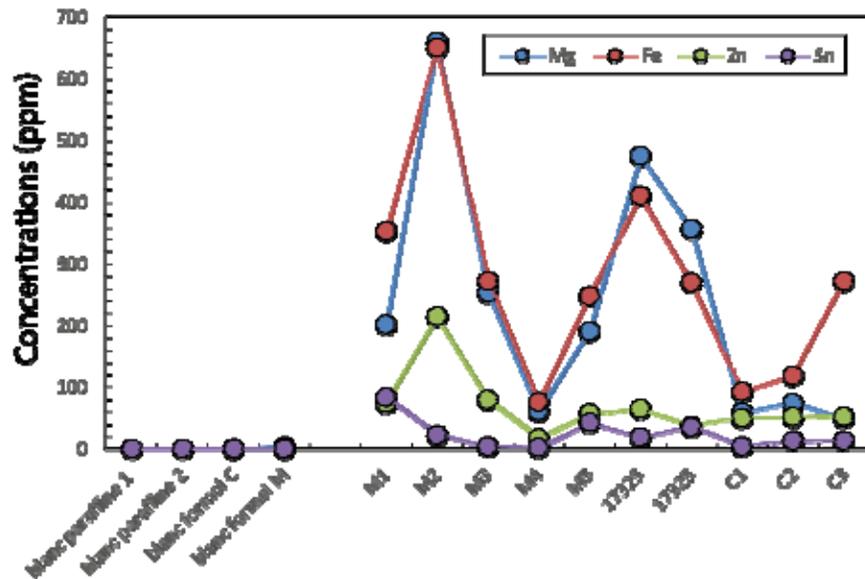
Éléments mesurés :

- **Mg, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Mo, Ag, Sn, W, Ir, Pt, Au, Pb, Bi**



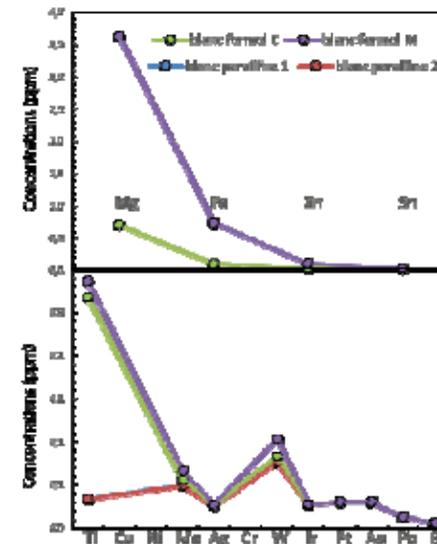
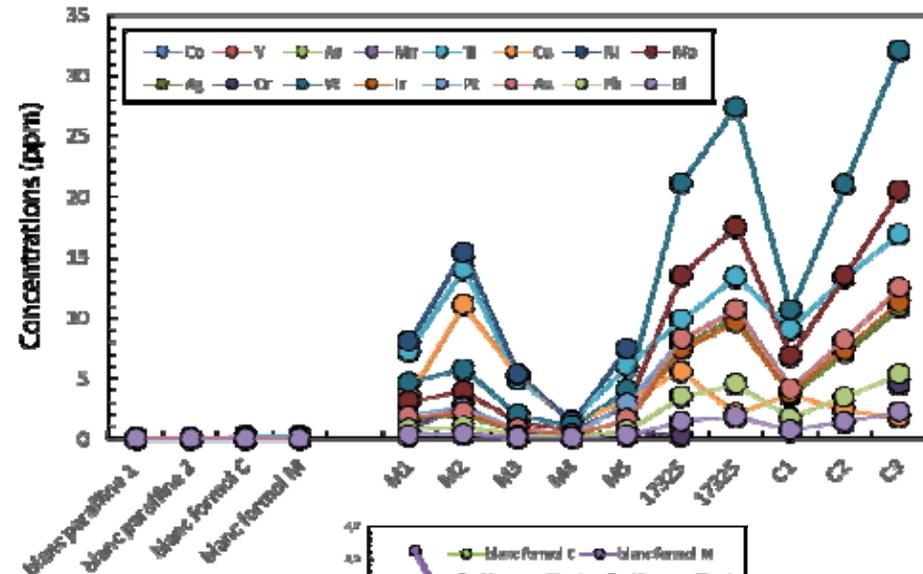
[www.alerte-contraceptions.fr](http://www.alerte-contraceptions.fr)

## Résultats : Effet des blancs

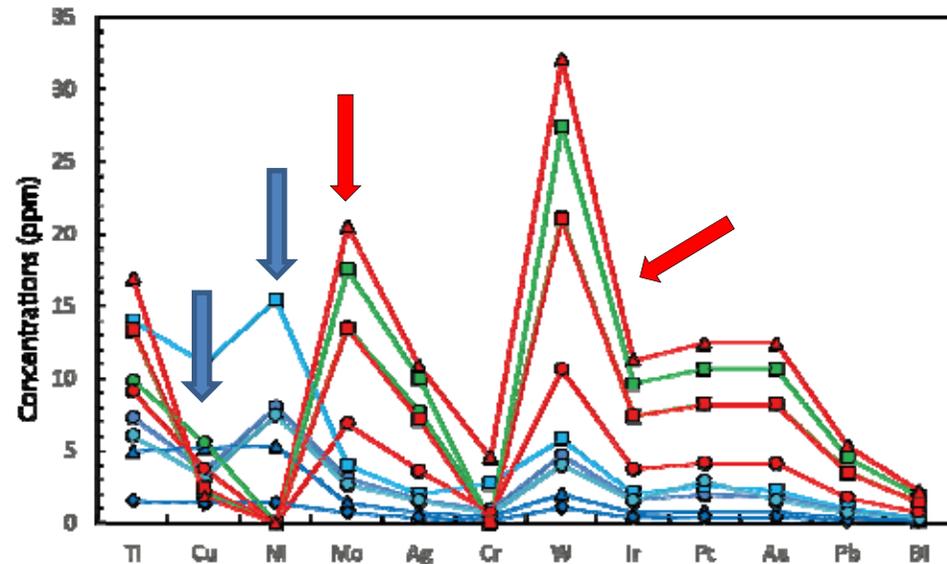
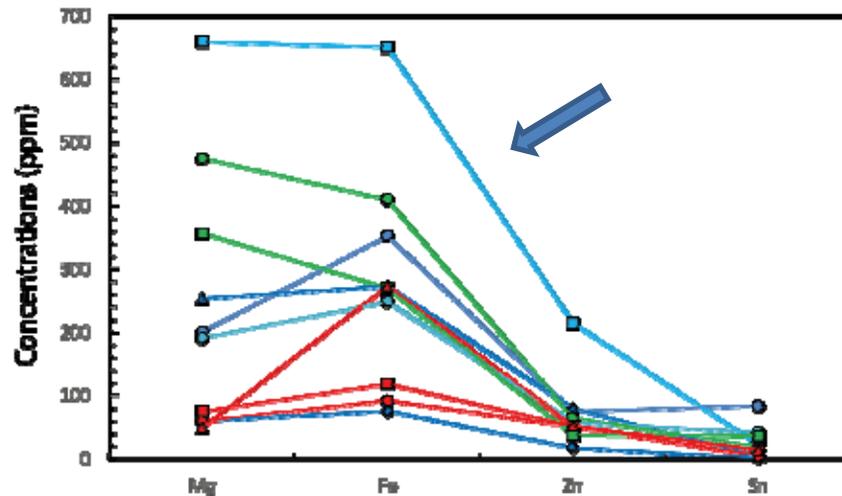


Pas d'effet non corrigé des blancs mais concentrations supérieures et hétérogènes dans le formol

Tous les résultats sont exprimés en ppm ( $\mu\text{g/g} = 10^{-6}\text{g/g}$ )



## Résultats : concentrations dans les tissus implantés ou non



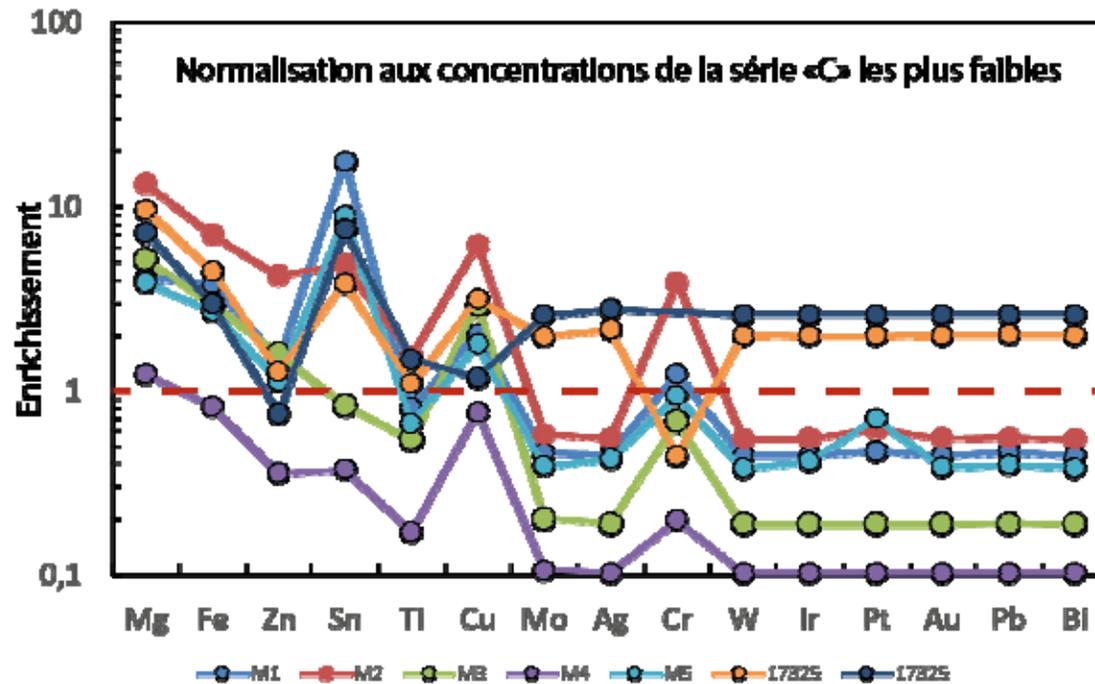
- Grande hétérogénéité y compris au sein du même échantillon
- Hétérogénéité entre les échantillons de tissus implantés
- Certains éléments sont enrichis, d'autres sont appauvris



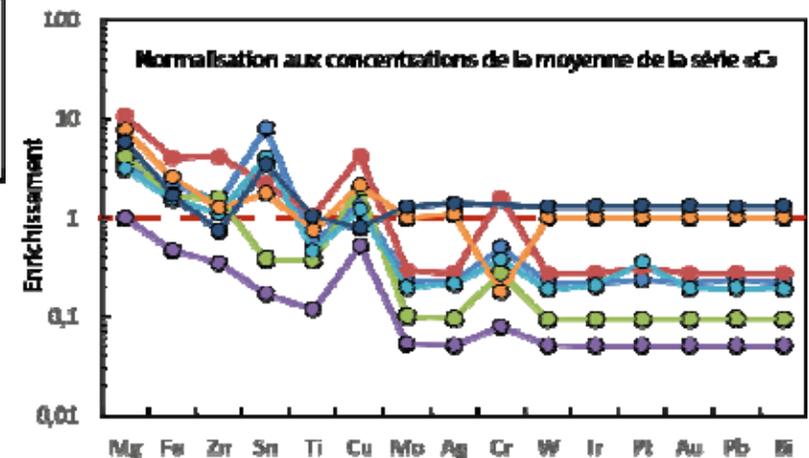
[www.alerte-contraceptions.fr](http://www.alerte-contraceptions.fr)

Co, V, As, Mn (?) < 0,2 ppb ( $10^{-9}$ g/g)

## Résultats : Diagrammes d'enrichissement



- Grande hétérogénéité y compris au sein du même échantillon
- Hétérogénéité entre les échantillons de tissus implantés
- Certains éléments sont enrichis, d'autres sont appauvris



## Conclusions

Nos travaux préliminaires montrent que :

- La technique ICP-MS est adaptée pour nos objectifs.
  - **Il serait cependant indispensable d'avoir des standards référencés afin de garantir les résultats.**
- Les produits de conservation utilisés augmentent les blancs.
  - **Il faudrait donc établir des protocoles dédiés (congélation)**
- Les résultats sont hétérogènes pour un même échantillon
  - **Il faut donc travailler sur un grand nombre d'échantillon**

Les tissus des patientes ayant été implantées montrent des concentrations plus élevées en Ni, Mg, Fe, Cu, Zn, Sn.

**Ces résultats pourraient conforter l'hypothèse d'une intoxication bas bruit.**

**Mais il reste beaucoup de travail à accomplir .... Et pour cela nous avons besoin :**

- **Autorisation de travaux officielle**
- **Echantillons**
- **Budget**
- **Collaborations**

**MERCI !**

