

PROPULPPP

Objectivation de l'exposition des populations aux pulvérisations de produits phytopharmaceutiques en Wallonie et des mesures de protection destinées à la limiter cette exposition en bordure des champs traités

Rapport CRA-W - U10 Janvier 2019

Analyse des matières actives, par LC-MS/MS, des échantillons récoltés et extraits par l'ISSeP

Volet 1 - CRA-W

Nathalie Ducat et Olivier Pigeon
Sébastien Fourmanoir, Dimitri Villette

TABLE DES MATIERES

1. PERSONNEL CRA-W U10 AYANT PARTICIPE AU PROJET PROPULPPP	3
2. INTRODUCTION.....	3
3. OBJECTIFS DU PROJET PROPULPPP (Volets 1-2-3).....	3
4. CONFIDENTIALITE	4
5. CONTRIBUTION DU CRA-W.....	4
5.1 Sélection des molécules	4
5.2 Sélection des parcelles expérimentales	4
5.3 Sélection du site de mesure « longue distance »	5
5.4 Gestion des parcelles expérimentales.....	5
5.5 Analyse des échantillons	5
6. ANALYSES DES ECHANTILLONS PAR L'U10 DU CRA-W (Volet 1).....	5
6.1 Liste des molécules	6
6.2 Réception des échantillons.....	6
6.3 Méthode d'analyse	7
6.3.1 Spécificité	9
6.3.2 LOQ et LOD	9
6.4 Vérification de la méthode d'analyse.....	9
6.5 Résultats de l'analyse des échantillons	10
6.5.1 Pomme de terre_Epandage 1	11
6.5.2 Mais_Epandage 1.....	11
6.5.3 Froment_Epandage 2	11
6.5.4 Pomme de terre_Epandage 3	12
6.6 Discussion des résultats.....	12
ANNEXE 1 : Réception des échantillons	13
ANNEXE 2 : Conditions Chromatographiques	24
ANNEXE 3 : Résultats P_E1	26
ANNEXE 4 : Résultats M_E1.....	30
ANNEXE 5 : Résultats F_E2	32
ANNEXE 6 : Résultats P_E3	34
ANNEXE 7 : Exemples de droite d'étalonnage.....	36
ANNEXE 8 : Chromatogrammes représentatifs	40

1. PERSONNEL CRA-W U10 AYANT PARTICIPE AU PROJET PROPULPPP

Unité Physico-chimie et Résidus des Produits phytopharmaceutiques et des Biocides

Bâtiment Rachel Carson

Rue du Bordia, 11

B-5030 GEMBLOUX

Tél. : +32 (0)81 87 40 06

PIGEON Olivier : Coordinateur de l'U10 (o.pigeon@cra.wallonie.be)

DUCAT Nathalie : responsable du volet 1 CRA-W partie analytique, encadrement, rédaction du rapport (n.ducat@cra.wallonie.be)

FOURMANOIR Sébastien : réception, analyse et calcul des échantillons, aide à la rédaction du rapport

VILLETTE Dimitri : réception des échantillons et adaptation des méthodes existant à l'U10

LAMBEAU Marie : aide occasionnelle au laboratoire

ROUSSEAU Gilles : expert, appui dans la détermination des molécules et méthode d'analyse.

2. INTRODUCTION

Les Etats-Membres de la section européenne de l'OMS, dont la Belgique, se sont engagés à rédiger des portefeuilles d'actions relatives aux enjeux de santé-environnement pour fin 2018. Un des domaines d'actions identifiés est repris dans la déclaration de politique régionale du 25 juillet 2017 qui engage la Wallonie dans une politique forte de prévention santé-environnement afin de limiter au maximum les risques pour la santé humaine due aux actions portées à l'environnement. La Directive 2009/128/CE instaure, quant à elle, un cadre d'actions communautaires pour parvenir à une utilisation des pesticides compatible avec le développement durable.

De plus, il s'avère nécessaire de disposer de bases scientifiques solides sur l'exposition des citoyens aux pulvérisations de produits phytopharmaceutique pour objectiver les mesures de protection contre cette exposition.

Selon les conditions météorologiques et les techniques d'application, 25 à 75 % des pesticides épandus se retrouvent dans l'air (der Werf & Zimmer, INRA, 1998). Une fois dans l'air, les pesticides volatils peuvent être transportés à plus ou moins longue distance. Les aérosols et les pesticides associés aux particules se déposent quant à eux dans le voisinage plus proche, à la surface du sol ou d'objets.

Actuellement, la législation wallonne impose aux agriculteurs le respect de bandes tampons pour protéger les eaux souterraines et de surface mais aucun texte réglementaire ne prévoit une distance entre les lieux de vie et la limite d'épandage de pesticides sur un champ pour maîtriser l'exposition des populations. Ces dernières années, un certain nombre de modèles ont été développés pour appréhender les risques pour les riverains (EFSA, 2014; BROWSE, 2016). Il existe cependant peu de données factuelles sur l'exposition réelle. C'est pourquoi le projet PROPULPPP a été créé via un Arrêté Ministériel subventionné par le Service public de Wallonie (DGO3). Dans le cadre de ce projet de recherche et de développement, une convention de collaboration a été conclue entre l'ISSeP, l'Ulg-Gembloux AgroBio Tech et le CRA-W.

La coordinatrice du projet est Ingrid RUTHY (ISSeP).

3. OBJECTIFS DU PROJET PROPULPPP (Volets 1-2-3)

L'objet du programme de travail est de réaliser un plan d'expérience qui vise à collecter des données de mesures permettant d'objectiver des recommandations pour réduire l'exposition des populations en bordure des champs : bande tampon, barrière physique, conditions d'épandage, etc.

Pour y arriver, ce programme vise 4 objectifs spécifiques :

- Evaluer l'exposition aux produits phytopharmaceutiques des populations riveraines des champs cultivés dans les 24 h qui suivent le début de l'épandage (et de suite après) et à plus long terme (les jours qui suivent).
- Evaluer la manière dont l'exposition (inhalation, ingestion et contact dermique) varie en fonction de l'éloignement par rapport à la source.
- Evaluer l'influence réelle de paramètres agronomiques et de présence de barrière physique sur la contamination des zones en bordure de champs.
- Vérifier si le modèle prédictif (Guidance on the assessment of exposure of operators workers, residents and bystanders in risk assessment for plant protection products. EFSA Journal 2014; 12(10):3874) de "l'exposition des résidents", employé lors de l'approbation des substances, permet de couvrir raisonnablement le risque "riverains" et si ce modèle convient pour estimer certains paramètres de protection des riverains contre les dérives de pulvérisation.

4. CONFIDENTIALITE

Article 10

La Région wallonne est propriétaire des données résultant de l'exécution de la présente subvention ainsi que des outils et résultats de leur exploitation (rapports, cartes, logiciels...). Elle en assure seule la diffusion.

La propriété intellectuelle de toute méthode ou technique mise au point dans le cadre de la mission est propriété de l'ISSEp qui est chargé d'en assurer la valorisation.

Chacune des parties s'engage à prendre toutes les dispositions utiles en vue de garantir la confidentialité des connaissances et du savoir-faire, relatifs à l'objet de la subvention. Cette obligation incombe également aux sous-traitants éventuels.

L'ISSEp veille à la qualité scientifique des travaux et il en organise la publication ou la valorisation des résultats pour ce qui concerne les aspects scientifiques. Toute communication ou publication portant sur l'objet de la présente subvention doit être autorisée préalablement par le Service Public de Wallonie, représentée par le Directeur général de la DGO3 ou son délégué.

Le bénéficiaire d'une aide régionale est tenu de respecter les dispositions du décret du 1^{er} avril 2004, relatif au contrôle des communications gouvernementales et les règles arrêtées par la Commission de contrôle que le décret a institué.

5. CONTRIBUTION DU CRA-W

5.1 Sélection des molécules

Le CRA-W offre un appui scientifique pour la sélection des molécules analysées dans l'air sur base des propriétés physico-chimiques des molécules, de leur toxicité, de leurs utilisations en Wallonie et de la faisabilité par les laboratoires d'analyse.

5.2 Sélection des parcelles expérimentales

Les plans d'expérience général (volet 1) et de l'essai 'longue distance' (volet 3) sont établis sur base de l'expérience du CRA-W en matière de cultures et de plans d'épandages de produits phytopharmaceutiques, en mettant à disposition du projet des parcelles pilotes ainsi que son matériel et ses compétences en matière de pulvérisation.

Les parcelles retenues sont représentatives de la situation wallonne : dimensions des parcelles, cultures majeures. Elles sont accessibles et peuvent être alimentées en électricité. Elles présentent de larges bandes (min 50 m) sans culture en bordure de champ pour installer le site expérimental. Une bande est positionnée sous-le-vent, donc perpendiculaire à la direction des

vents dominants. L'autre est parallèle à la direction des vents dominants, donc perpendiculaire à la première.

Le CRA-W propose des plans d'épandages adaptables.

5.3 Sélection du site de mesure « longue distance »

Le CRA-W participe également à la sélection du site de mesure des pesticides émis à plus longue distance de l'application (volet 3).

5.4 Gestion des parcelles expérimentales

La gestion des parcelles d'essais (mise en place du dispositif expérimental, applications ...) (volets 1 et 3) et l'analyse approfondie de la dérive (volet 2 en partenariat avec l'Ulg-Gembloux AgroBio Tech) sont assurées par l'Unité Fertilité des sols et protection des eaux (U9) du Département Agriculture et Milieu naturel (D3) du CRA-W.

5.5 Analyse des échantillons

Pour l'analyse des échantillons collectés et extraits par l'ISSeP, seules les substances actives sélectionnées sont analysées par chromatographie liquide couplée à un spectromètre de masse en tandem quadripôle (LC-MS/MS). Ces analyses (volet 1 - CRA-W) sont réalisées par l'Unité Physico-chimie et résidus des produits phytopharmaceutiques et des biocides (U10) du Département Agriculture et Milieu naturel (D3) (voir points 1 et 6).

6. ANALYSES DES ECHANTILLONS PAR L'U10 DU CRA-W (Volet 1)

L'U10 possède une expertise dans le domaine des produits phytopharmaceutiques et des biocides par l'étude de leurs propriétés physico-chimiques, de leur devenir dans les cultures, les productions agricoles et l'environnement.

Ses laboratoires ont, notamment, développé et validé des méthodes d'analyse par HPLC et GC pour les substances actives de produits phytosanitaires. Le CRA-W (U10) analyse également les résidus de ces produits dans les denrées alimentaires mais également dans l'environnement (sols, eaux, air), selon les normes internationales de méthodes d'analyse des pesticides en vigueur.

Le nombre d'échantillons, collectés avec les préleveurs à pompe aspirante (échantillons A) et les capteurs passifs verticaux et horizontaux (échantillons V et H), à analyser par le CRA-W (U10) est de 424 échantillons provenant des sites expérimentaux + 4 échantillons d'un essai inter-labo pour vérifier l'équivalence des méthodes analytiques (hors extraction) (Tableau 3). La répartition des échantillons est définie, en concertation, par les partenaires et leur laboratoire. Le délai d'analyse, à compter du jour de réception des échantillons, est de 5 semaines (Tableau 1). L'ensemble des résultats d'analyses est fourni dans un format facilement exploitable (tableur, base de données...). Ces résultats sont interprétés en collaboration avec les partenaires.

La technique utilisée pour déterminer les résidus de pesticides dans les échantillons après extraction et dilution (ou concentration) de l'échantillon est la chromatographie liquide à ultra haute performance couplée à la spectrométrie de masse en tandem quadripôle (UHPLC-MS/MS).

Préalablement à l'analyse des substances actives des pesticides, il y a l'étape d'extraction des produits captés sur les filtres et les résines (préleveur à pompe aspirante) ainsi que sur les panneaux des capteurs passifs, à l'aide d'un soxhlet et de solvants organiques. Le CRA-W ne disposant pas des techniques pour cette étape, elle est effectuée par l'ISSeP (Direction des Laboratoires d'Analyses).

La coordination des analyses est réalisée par l'ISSEp (DLA). Cette tâche comprend, entre autres, la coordination des méthodes, la gestion des transferts d'échantillons et la centralisation des résultats.

Tableau 1 : Période de réception des échantillons et envoi des résultats

<u>Réception</u>	
Pomme de terre – Epandage 1 (P_E1)	Du 30/05/2018 au 29/06/2018
Maïs – Epandage 1 (M_E1)	Du 30/05/2018 au 06/07/2018
Froment – Epandage 2 (F_E2)	Du 21/06/2018 au 18/07/2018
Pomme de terre – Epandage 3 (P_E3)	Du 26/07/2018 au 20/08/2018
<u>Envoi des résultats définitifs</u>	
Pomme de terre – Epandage 1 (P_E1)	Du 28/06/2018 au 19/07/2018
Maïs – Epandage 1 (M_E1)	Du 15/06/2018 au 29/06/2018
Froment – Epandage 2 (F_E2)	Du 30/07/2018 au 13/08/2018
Pomme de terre – Epandage 3 (P_E3)	Du 23/08/2018 au 29/09/2018

6.1 Liste des molécules

Les molécules sont choisies pour avoir au moins 1) une substance par classe de volatilité, 2) une bonne représentativité des ventes de PPP en RW, 3) une continuation avec le projet EXPOPESTEN et 4) en tenant compte de la capacité analytique des laboratoires.
 10 molécules sont analysées par le CRA-W (U10) (Tableau 2).

Tableau 2 : Liste des matières actives analysées par le CRA-W avec quelques caractéristiques

Culture_N°épandage	m.a.	Rang ventes (2016)	PPP classe	PPP famille	n° CAS	Poids mol. (g/mol)	Solubilité ds eau (mg/l)	Pv (Pa)	Constante d'Henry (Pa.m ³ /mol)
Pomme de terre_E1	PROSULFOCARBE	10	Herbicide	Thiocarbamate	401-730-6	251.4	13	$7,9 \times 10^{-4}$	$1,52 \times 10^{-2}$
Maïs_E1	PENDIMETHALINE	20	Herbicide	Dinitroaniline	40487-42-1	281.3	0,33 à 0,54	$1,94 \times 10^{-3}$	2.728
Maïs_E1	TERBUTHYLAZINE	30	Herbicide	Triazine	5915-41-3	229.7	6.6	$1,5 \times 10^{-4}$	4×10^{-3}
Maïs_E1	FLUFENACET	35	Herbicide	oxyacétamide	142459-58-3	363.3	56	9×10^{-5}	9×10^{-4}
Froment_E2	EPOXICONAZOLE	55	Fongicide	Triazole	135319-73-2 (106325-08-0)	329.8	7.1	1×10^{-5}	$4,7 \times 10^{-4}$
Froment_E2 Pomme de terre_E3	PYRACLOSTROBINE	68	Fongicide	Strobilurine	175013-18-0	387.8	1.9	$2,6 \times 10^{-8}$	$5,307 \times 10^{-6}$
Pomme de terre_E1	METRIBUZINE	71	Herbicide	Triazine	21087-64-9	214.3	1165	$1,21 \times 10^{-4}$	2×10^{-5}
Pomme de terre_E1	METOBRMURON	81	Herbicide	Urée	3060-89-7	259.1	328	$2,19 \times 10^{-4}$	$1,1 \times 10^{-4}$
Froment_E2 Pomme de terre_E3	PIRIMICARBE	96	Insecticide	Carbamate	23103-98-2	238.3	3100	$4,3 \times 10^{-4}$	$3,3 \times 10^{-5}$
Pomme de terre_E1	CLOMAZONE	112	Herbicide	Isoxazolidinone	81777-89-1	239.7	1102	$19,2 \times 10^{-3}$	$4,18 \times 10^{-3}$

6.2 Réception des échantillons

Les dates de réception et les volumes des extraits reçus de l'ISSEp sont présentés en ANNEXE 1. Un résumé du nombre d'échantillons reçus et analysés au CRA-W (U10) est repris dans le Tableau 3.

Certains extraits d'échantillons reçus contenaient encore un peu d'hexane (séparation de phase) ou d'eau (congélation) dans le méthanol ; ce qui n'est pas un problème pour l'analyse. Les masses des extraits reçus sont converties en volume en tenant compte des densités (d) préalablement déterminées (moyenne de différents échantillons) pour les échantillons « méthanol », avec d = 0.825 , les échantillons contenant de l'eau, avec d = 0.950. C'est la phase méthanol qui a été prélevée pour échantillons avec de l'hexane, avec d = 0.825 ;

entrainant une surestimation de maximum 10 % en considérant que les molécules passent totalement dans le méthanol.

Tableau 3 : Répartition du nombre d'échantillons analysés au CRA-W (U10)

Culture_N°épandage	Extrait capteurs passifs verticaux (V)	Extrait capteurs passifs horizontaux (H)	Extrait filtres et résines (A)	Total par épandage
P_E1	37	37	33	107
M_E1	37	37	33	107
F_E2	37	37	29	103
P_E3	37	37	33	107
TOTAL	148	148	144	424
Test inter-labo (F_E1)	2	2	/	+4

Les solutions d'échantillons extraits par l'ISSeP ont été stockés au congélateur à une température < -18°C jusqu'au moment de l'analyse.

6.3 Méthode d'analyse

La méthode LC-MS/MS utilisée a été adaptée d'une méthode développée dans le projet BIODIEN. L'UHPLC utilisé est un Shimadzu Nexera (Shimadzu, USA) avec une pompe quaternaire. Le détecteur de masse est un ABSciex 5500QTrap (ABSciex, Singapour) utilisé en mode ESI positif. La colonne chromatographique utilisée est une Phenomenex LC™ Kinetex Biphenyl (100 mm x 2.1 mm i.d., 2.6 µm taille des particules) (Phenomenex, USA). Les paramètres de la méthode sont présentés en ANNEXE 2.

Les extraits reçus sont dilués 10 fois (100 µL d'extrait + 900 µL d'eau milliQ) voire 100 ou 1000 fois dans un mélange eau / méthanol, 90/10 v/v avant la mise en fiole, à l'exception des extraits de A-F_E2 qui sont évaporés à sec et dissous (1 mL d'extrait évaporé à sec sous courant d'azote est repris par 1 mL d'un mélange méthanol / eau, 10/90 v/v) avant la mise en fiole. Un test est réalisé pour s'assurer qu'aucune perte n'est occasionnée lors de l'évaporation. Ce test consiste en une comparaison du signal (surface du pic) entre une référence en matrice non évaporée et une référence en matrice ayant subi l'évaporation. Aucun problème n'est détecté avec des taux de récupération acceptables variant entre 87 et 108 % pour les molécules analysées. Aucun échantillon n'a été filtré.

Certains échantillons trop concentrés ont été réinjectés avec des volumes d'injection plus faibles plutôt que d'être dilués au laboratoire.

Droites d'étalonnage : A partir d'une solution « mélange des 10 molécules CRA-W (U10) » à 5 µg/mL = solution stock (Tableau 4a) dans du méthanol, des dilutions dans de l'eau sont réalisées (Tableau 4b et Tableau 4c). Les droites d'étalonnage (0,01 à 50 ng/ml) ont été réalisées avec une solution de pesticides certifiés (Pestanal, Sigma-Aldrich, Allemagne et Dr Ehrenstorfer, LGC, Allemagne). Une droite de référence en matrice « capteur passif » a été réalisée pour les échantillons « V » et « H » et une droite en matrice « pompe aspirante » a été réalisée pour les échantillons « A ». Les solutions constituant la droite de référence en matrice sont préparées comme décrit au Tableau 4c (100 µL de référence en solvant (Dil ou REF) + 800 µL d'eau + 100 µL de matrice constituée de l'extrait de l'échantillon T0 laissé 24 h sur le terrain et prélevé avant les épandages). La concentration des références en matrice s'étend de 50 à 0.01 ng/mL. Les échantillons et la droite leur correspondant sont dans des proportions en matrice et en solvant identiques.

La confirmation de l'identité du pic est assurée par la comparaison de son temps de rétention avec celui du standard analytique mais aussi surtout par l'utilisation de la détection par spectrométrie de masse (triple quadripôle) qui permet le ciblage de l'ion précurseur du

constituant et la recherche de ses 2 ions fils caractéristiques (ion de quantification et ion de confirmation) dans une fenêtre d'élution précise.

Le calcul (sur l'ion de quantification) de la concentration des molécules dans les échantillons utilise des portions linéaires de droite d'au-moins 3 points encadrant cette concentration.

Il est à noter que, pour une question de rapidité, les échantillons « 68/P/E1 et 69/P/E1 » ont été ré-analysés par ajouts dosés car ils étaient hors gamme de concentration de la droite lorsqu'ils ont été injectés une première fois. Des quantités croissantes de pesticides ont été ajoutés à des aliquotes d'extrait dilué 100 fois des 2 échantillons (+2.5, +5, +10, +50 ng). La concentration dans l'extrait est calculée à partir de la droite « ajouts dosés ».

Il est à noter que l'échantillon T0 avait une concentration supérieure à la LOQ pour toutes les molécules, excepté le pirimicarbe et la pyraclostrobine. Cette concentration a été prise en compte dans les calculs.

L'ANNEXE 7 présente les droites entières et non les portions de droites utilisées pour les calculs

Tableau 4a : Concentration de la solution stock

Solution stock		
Nom de la solution	Substance active	Concentration (ng/ml)
Stock	Mix PropulPPP*	5000

Mix PropulPPP* : Clomazone, Epoxyconazole, Flufenacet, Métobromuron, Métribuzine, Pendiméthiline, Pirimicarbe, Prosulfocarbe, Pyraclostrobine, Terbutylazine

Tableau 4b : Dilutions de la solution stock

Dilutions en solvant				
Solution prélevée	Volume prélevé (ml)	Volume final (ml)	Concentration (ng/ml)	Nom de la solution
Stock	0.1	1	500	Dil 500
Stock	0.05	1	250	Dil 250
Dil 500	0.02	1	100	Dil 100

Tableau 4c : Dilutions pour les références en matrice

Dilutions pour les références en matrice				
Solution prélevée	Volume prélevé (ml)	Volume final (ml) ^(*)	Concentration (ng/ml)	Nom de la solution
Dil 500	0.1	1	50	REF 50
Dil 250	0.1	1	25	REF 25
Dil 100	0.1	1	10	REF 10
REF 50	0.1	1	5	REF 5
REF 25	0.1	1	2.5	REF 2.5
REF 10	0.1	1	1	REF 1
REF 5	0.1	1	0.5	REF 0.5
REF 2.5	0.1	1	0.25	REF 0.25
REF 1	0.1	1	0.1	REF 0.1
REF 0.5	0.1	1	0.05	REF 0.05
REF 0.25	0.1	1	0.025	REF 0.025
REF 0.1	0.1	1	0.01	REF 0.01

^(*) 100 µL de référence en solvant (Dil ou REF) + 800 µL d'eau + 100 µL de matrice.

6.3.1 Spécificité

La spécificité des analyses est assurée grâce, d'une part à la séparation chromatographique et, d'autre part à la spécificité d'une méthode MS/MS. De plus, des blancs labo constitués des solvants utilisés pour les dilutions ont montré une absence d'interférence provenant du laboratoire.

6.3.2 LOQ et LOD

La limite de quantification (LOQ) est déterminée sur base du chromatogramme de la solution de référence, dans la matrice diluée 10 fois, de concentration la plus petite, en comparant la hauteur du pic chromatographique de la molécule cible (S) et la hauteur du bruit de fond (N). $S/N = 5$ pour la LOQ. La limite de détection est $LOD = LOQ/2$. La plus petite concentration étant déterminée en tenant compte de la concentration de l'échantillon T0 servant à réaliser les solutions de référence en matrice. Le volume d'injection est de 10 μL sauf pour les échantillons de l'essai P_E1 (5 μL).

Les chromatogrammes représentatifs sont présentés en ANNEXE 8.

Il est à noter que les LOQ ne sont pas ramenées à des quantités par surface ou par volume car celles-ci étaient variables en fonction de la durée du prélèvement ou du type de filtre utilisé.

Le Tableau 5 présente ces LOQ absolues tandis que les Annexes 3-4-5-6 reprennent les LOQ en tenant compte des volumes pompés (échantillons A) et de la surface des capteurs passifs (échantillons V et H).

Tableau 5 : LOQ absolue

Matière active	LOQ (ng/capteur)
Clomazone	0.1
Epoxyconazole	0.3
Flufenacet	0.1
Métobromuron	0.2
Métribuzine	0.2
Pendiméthaline	1
Pirimicarbe	0.3
Prosulfocarbe	1
Pyraclostrobine	0.1
Terbutylazine	1

6.4 Vérification de la méthode d'analyse

Un mini test entre les laboratoires du CRA-W (U10) et de l'ISSeP est réalisé pour vérifier le bon déroulement des analyses et l'acceptation des résultats fournis par les 2 laboratoires. Quatre extraits d'échantillons analysés par l'ISSeP sont ré-analysés par le CRA-W. Les résultats (Tableau 6) sont concordants entre les 2 labos. Par conséquent, les résultats fournis par les 2 laboratoires sont comparables du point de vue analyse chromatographique et acceptables.

Tableau 6 : Résultats du mini test entre les laboratoires du CRA-W et de l'ISSeP

	Molécules	Résultats CRA-W (ng/mL) (n = 1)	Résultats ISSeP** (ng/mL) (n = 1)
ECH 18/374/40	Epoxyconazole	0.4	~ 1
	Clopyralide*	0.3	~ 1
ECH 18/374/77	Epoxyconazole	0.2	~ 1
	Clopyralide*	0.6	~ 1
ECH 18/374/5	Epoxyconazole	5.6	~ 6
	Clopyralide*	2.6	~ 3
ECH 18/374/85	Epoxyconazole	2.2	~ 3
	Clopyralide*	181	~ 150

*Le clopyralide n'est pas dans la liste des molécules à analyser par le CRA-W (U10) dans les échantillons de l'étude. Le clopyralide n'a été analysé que dans cette comparaison inter-labos.

** Ordre de grandeur.

Un mini test de taux de récupération a été réalisé pour avoir une idée du rendement d'extraction. Avant extraction, l'ISSeP a dopé une cartouche utilisée pour les préleveurs avec pompe aspirante et un capteur passif avec une solution « mélange des 10 molécules CRA-W (U10) » à 1 µg/mL dans un mélange eau / méthanol 80/20, v/v, fournie par le CRA-W. Le niveau de dopage est de 250 ng sur le préleveur et le capteur passif. Pour le capteur passif, les rendements de récupération varient de 72 à 129 % et pour le préleveur (cartouche), les rendements varient entre 36 et 82 % avec environ 50 % pour la majorité des molécules. (Tableau 7). Vu le temps imparti, il s'agit ici d'un test rapide « one shot » sans répétition. Les résultats finaux n'ont pas été corrigés par la valeur des taux de récupération. Ces valeurs sont réaliste au vu des taux de récupération obtenus dans le projet Expopesten (moyenne de 6 replicats).

Tableau 7 : Résultats du mini test rendement d'extraction sur les molécules CRA-W (U10)

	Capteur passif (V et H) (%) n=1	Préleveur avec pompe aspirante (A) (%) n=1
Clomazone	129	36
Epoxyconazole	72	56
Flufenacet	120	57
Métobromuron	110	57
Métribuzine	68	63
Pendiméthaline	60	82
Pirimicarbe	118	57
Prosulfocarbe	98	50
Pyraclostrobine	103	51
Terbutylazine	105	56

6.5 Résultats de l'analyse des échantillons

La qualité des résultats est assurée au cours d'une séquence d'analyse par l'encadrement des échantillons par la droite de référence, l'injection des échantillons en double et la concordance entre les résultats calculés sur l'ion fils de quantification et ceux calculés sur l'ion fils de confirmation. Seuls les résultats sur l'ion de quantification est rapporté. De plus, en cas de

doute sur le résultat d'un échantillon, l'analyse de celui-ci est recommandée à partir de l'extrait reçu.

6.5.1 Pomme de terre_Epandage 1

Les molécules analysées sont la clomazone, le métobromuron, la métribuzine et le prosulfocarbe. Un résumé des concentrations des échantillons est présenté au Tableau 8, montrant la gamme de concentration analysée.

Tableau 8 : Valeurs minimales et maximales des concentrations trouvées sur les capteurs passifs verticaux (V) et horizontaux (H) et les préleveurs avec pompe aspirante (A) pour les échantillons de l'essai P_E1.

	V (ng/m ²)		H (ng/m ²)		A (ng/m ³)	
	Min	Max	Min	Max	Min	Max
Clomazone	250	140395	230	185036	0.26	4.2
Métobromuron	409	2386487	241	2599731	0.49	102
Métribuzine	4.6	330594	(1.8) < LOQ	418790	0.04	1.1
Prosulfocarbe	3118	698595	1532	7805724	0.12	1622

Les résultats sont présentés en ANNEXE 3.

6.5.2 Mais_Epandage 1

Les molécules analysées sont le flufénacet, la pendiméthaline et la terbutylazine. Un résumé des concentrations des échantillons est présenté au Tableau 9, montrant la gamme de concentration analysée.

Tableau 9 : Valeurs minimales et maximales des concentrations trouvées sur les capteurs passifs verticaux (V) et horizontaux (H) et les préleveurs avec pompe aspirante (A) pour les échantillons de l'essai M_E1.

	V (ng/m ²)		H (ng/m ²)		A (ng/m ³)	
	Min	Max	Min	Max	Min	Max
Flufénacet	33	43827	16	362881	0.05	2.9
Pendiméthaline	106	106274	122	639535	0.41	14.6
Terbutylazine	43	66174	33	579798	0.25	5.2

Les résultats sont présentés en ANNEXE 4.

6.5.3 Froment_Epandage 2

Les molécules analysées sont l'époxyconazole, le pirimicarbe et la pyraclostrobine. Un résumé des concentrations des échantillons est présenté au Tableau 10, montrant la gamme de concentration analysée.

Tableau 10 : Valeurs minimales et maximales des concentrations trouvées sur les capteurs passifs verticaux (V) et horizontaux (H) et les préleveurs avec pompe aspirante (A) pour les échantillons de l'essai F_E2.

	V (ng/m ²)		H (ng/m ²)		A (ng/m ³)	
	Min	Max	Min	Max	Min	Max
Epoxyconazole	33	5160	21	41731	< 0.005*	< 0.005*
Pirimicarbe	< 1.2*	5689	< 0.5*	17821	< 0.005*	1.3
Pyraclostrobine	11	9205	6	51140	< 0.005*	0.02

(*) < LOD (LOQ/2)

Les résultats sont présentés en ANNEXE 5.

6.5.4 Pomme de terre Epandage 3

Les molécules analysées sont le pirimicarbe et la pyraclostrobine. Un résumé des concentrations des échantillons est présenté au Tableau 11, montrant la gamme de concentration analysée.

Tableau 11 : Valeurs minimales et maximales des concentrations trouvées sur les capteurs passifs verticaux (V) et horizontaux (H) et les préleveurs avec pompe aspirante (A) pour les échantillons de l'essai P_E3.

	V (ng/m ²)		H (ng/m ²)		A (ng/m ³)	
	Min	Max	Min	Max	Min	Max
Pirimicarbe	13	167216	0.6	99387	0.002	101
Pyraclostrobine	< 0.36*	138055	< 0.14*	149169	< 0.001*	0.04

(*) < LOD (LOQ/2)

Les résultats sont présentés en ANNEXE 6.

6.6 Discussion des résultats

La méthode analytique est basée sur celle développée dans le projet BIODIEN (matrice eau). Elle a été adaptée pour ce projet PROPULPPP.

Différents mini tests tels que l'analyse de blancs labo (solvants utilisés pour les dilutions) ou le test entre les labos de l'ISSEp et du CRA-W montrent que les résultats obtenus par le labo CRA-W sont acceptables.

Un test rapide « one shot » de taux de récupération est réalisé pour avoir une idée du rendement d'extraction. Les rendement varient entre 50 et 129 % pour les différentes s.a.

Les résultats finaux ne sont pas corrigés par les taux de récupération.

Les solutions de référence (droite) ont été réalisées en matrice « échantillon T0 » des capteurs passifs (V ou H) et préleveurs avec pompe à air (A).

Les calculs des concentrations des molécules dans les échantillons ont pris en compte la concentration initiale de ces échantillons T0.

Un effet matrice a été relevé pour la pendiméthaline.

Un carry over est constaté pour le pirimicarbe et la pyraclostrobine. Ce problème est résolu par l'arrangement des séquences d'injection.

Les limites de quantification (LOQ) obtenues vont de 0.1 à 0.3 ng par capteur pour 7 pesticides et sont de 1 ng par capteur pour les 3 autres. A noter que les LOQ ne sont pas ramenées à des quantités par surface ou par volume car celles-ci varient en fonction de la durée du prélèvement ou du type de filtre utilisé.

La qualité des résultats est assurée au cours d'une séquence d'analyse par l'encadrement des échantillons par la droite de référence, l'injection des échantillons en double et la concordance entre les résultats calculés avec l'ion de quantification et ceux calculés avec l'ion de confirmation. De plus, en cas de doute sur le résultat d'un échantillon, l'analyse de celui-ci est recommandée à partir de l'extrait reçu.

Les résultats seront interprétés par l'ISSEp par rapport aux autres volets de l'étude et à d'autres données environnementales (voir rapport global).

ANNEXE 1 : Réception des échantillons

Pomme de terre : Epandage 1				
Date de Réception	N° de l'échantillon	Code Echantillon	Extrait total (g)	Date du transfert au CRA-W
20180608	1	GE2018/0372/1/P/E1/x/O/A/620180608	8.8922	7/06/2018
20180530	2	GE2018/0372/2/P/E1/x/O/V/620180530	10.7047	30/05/2018
20180530	3	GE2018/0372/3/P/E1/x/O/H/620180530	10.7937	30/05/2018
20180608	4	GE2018/0372/4/P/E1/x/2/V/120180608	8.5438	7/06/2018
20180608	5	GE2018/0372/5/P/E1/x/2/H/120180608	10.6551	7/06/2018
20180629	6	GE2018/0372/6/P/E1/x/2/A/620180629	10.2024	29/06/2018
20180608	7	GE2018/0372/7/P/E1/x/2/V/620180608	8.4464	7/06/2018
20180629	8	GE2018/0372/8/P/E1/x/2/H/620180629	9.3748	29/06/2018
20180629	9	GE2018/0372/9/P/E1/x/2/A/1020180629	9.6055	29/06/2018
20180608	10	GE2018/0372/10/P/E1/x/2/V/1020180608	11.6834	7/06/2018
20180608	11	GE2018/0372/11/P/E1/x/2/H/1020180608	11.4488	7/06/2018
20180629	12	GE2018/0372/12/P/E1/x/2/A/2520180629	10.3008	29/06/2018
20180608	13	GE2018/0372/13/P/E1/x/2/V/2520180608	8.054	7/06/2018
20180608	14	GE2018/0372/14/P/E1/x/2/H/2520180608	10.8917	7/06/2018
20180629	15	GE2018/0372/15/P/E1/x/2/A/5020180629	8.9862	29/06/2018
20180608	16	GE2018/0372/16/P/E1/x/2/V/5020180608	10.1109	7/06/2018
20180608	17	GE2018/0372/17/P/E1/x/2/H/5020180608	10.9275	7/06/2018
20180629	18	GE2018/0372/18/P/E1/B/2/A/620180629	8.0989	29/06/2018
20180608	19	GE2018/0372/19/P/E1/B/2/V/620180608	9.0303	7/06/2018
20180608	20	GE2018/0372/20/P/E1/B/2/H/620180608	10.6342	7/06/2018
20180629	21	GE2018/0372/21/P/E1/B/2/A/1020180629	10.4361	29/06/2018
20180608	22	GE2018/0372/22/P/E1/B/2/V/1020180608	8.9786	7/06/2018
20180608	23	GE2018/0372/23/P/E1/B/2/H/1020180608	11.2857	7/06/2018
20180629	24	GE2018/0372/24/P/E1/B/2/A/2520180629	8.4776	29/06/2018
20180608	25	GE2018/0372/25/P/E1/B/2/V/2520180608	9.9516	7/06/2018
20180608	26	GE2018/0372/26/P/E1/B/2/H/2520180608	11.5347	7/06/2018
20180629	27	GE2018/0372/27/P/E1/B/2/A/5020180629	10.0721	29/06/2018
20180608	28	GE2018/0372/28/P/E1/B/2/V/5020180608	10.4485	7/06/2018
20180608	29	GE2018/0372/29/P/E1/B/2/H/5020180608	9.2066	7/06/2018
20180608	30	GE2018/0372/30/P/E1/x/12/V/120180608	12.0756	7/06/2018
20180608	31	GE2018/0372/31/P/E1/x/12/H/120180608	13.0933	7/06/2018
20180629	32	GE2018/0372/32/P/E1/x/12/A/620180629	9.4641	29/06/2018
20180608	33	GE2018/0372/33/P/E1/x/12/V/620180608	8.4211	7/06/2018
20180608	34	GE2018/0372/34/P/E1/x/12/H/620180608	15.4504	7/06/2018
20180629	35	GE2018/0372/35/P/E1/x/12/A/1020180629	11.2857	29/06/2018
20180608	36	GE2018/0372/36/P/E1/x/12/V/1020180608	10.5517	7/06/2018
20180608	37	GE2018/0372/37/P/E1/x/12/H/1020180608	12.1848	7/06/2018
20180629	38	GE2018/0372/38/P/E1/x/12/A/2520180629	12.8546	29/06/2018
20180608	39	GE2018/0372/39/P/E1/x/12/V/2520180608	9.4156	7/06/2018
20180608	40	GE2018/0372/40/P/E1/x/12/H/2520180608	10.9416	7/06/2018

20180621	41	GE2018/0372/41/P/E1/x/12/A/5020180621	11.4323	21/06/2018
20180608	42	GE2018/0372/42/P/E1/x/12/V/5020180608	9.1836	7/06/2018
20180608	43	GE2018/0372/43/P/E1/x/12/H/5020180608	9.5101	7/06/2018
20180629	44	GE2018/0372/44/P/E1/B/12/A/620180629	7.9414	29/06/2018
20180608	45	GE2018/0372/45/P/E1/B/12/V/620180608	8.6376	7/06/2018
20180608	46	GE2018/0372/46/P/E1/B/12/H/620180608	14.2959	7/06/2018
20180621	47	GE2018/0372/47/P/E1/B/12/A/1020180621	11.1343	21/06/2018
20180608	48	GE2018/0372/48/P/E1/B/12/V/1020180608	8.7039	7/06/2018
20180629	49	GE2018/0372/49/P/E1/B/12/H/1020180629	11.0855	29/06/2018
20180621	50	GE2018/0372/50/P/E1/B/12/A/2520180621	12.1519	21/06/2018
20180608	51	GE2018/0372/51/P/E1/B/12/V/2520180608	14.6934	7/06/2018
20180608	52	GE2018/0372/52/P/E1/B/12/H/2520180608	11.8129	7/06/2018
20180621	53	GE2018/0372/53/P/E1/B/12/A/5020180621	9.0345	21/06/2018
20180608	54	GE2018/0372/54/P/E1/B/12/V/5020180608	11.9944	7/06/2018
20180608	55	GE2018/0372/55/P/E1/B/12/H/5020180608	13.4578	7/06/2018
20180608	56	GE2018/0372/56/P/E1/x/24/V/120180608	9.2526	7/06/2018
20180608	57	GE2018/0372/57/P/E1/x/24/H/120180608	8.4291	7/06/2018
20180629	58	GE2018/0372/58/P/E1/x/24/A/620180629	8.6171	29/06/2018
20180608	59	GE2018/0372/59/P/E1/x/24/V/620180608	11.6072	7/06/2018
20180608	60	GE2018/0372/60/P/E1/x/24/H/620180608	13.0195	7/06/2018
20180621	61	GE2018/0372/61/P/E1/x/24/A/1020180621	10.9855	21/06/2018
20180608	62	GE2018/0372/62/P/E1/x/24/V/1020180608	12.9892	7/06/2018
20180608	63	GE2018/0372/63/P/E1/x/24/H/1020180608	10.5818	7/06/2018
20180621	64	GE2018/0372/64/P/E1/x/24/A/2520180621	12.9374	21/06/2018
20180608	65	GE2018/0372/65/P/E1/x/24/V/2520180608	9.07	7/06/2018
20180608	66	GE2018/0372/66/P/E1/x/24/H/2520180608	10.9611	7/06/2018
20180621	67	GE2018/0372/67/P/E1/x/24/A/5020180621	12.9423	21/06/2018
20180608	68	GE2018/0372/68/P/E1/x/24/V/5020180608	9.7243	7/06/2018
20180608	69	GE2018/0372/69/P/E1/x/24/H/5020180608	10.2588	7/06/2018
20180621	70	GE2018/0372/70/P/E1/B/24/A/620180621	10.5861	21/06/2018
20180608	71	GE2018/0372/71/P/E1/B/24/V/620180608	9.4112	7/06/2018
20180608	72	GE2018/0372/72/P/E1/B/24/H/620180608	12.1983	7/06/2018
20180621	73	GE2018/0372/73/P/E1/B/24/A/1020180621	10.7609	21/06/2018
20180608	74	GE2018/0372/74/P/E1/B/24/V/1020180608	10.8605	7/06/2018
20180608	75	GE2018/0372/75/P/E1/B/24/H/1020180608	12.6677	7/06/2018
20180621	76	GE2018/0372/76/P/E1/B/24/A/2520180621	10.6518	21/06/2018
20180608	77	GE2018/0372/77/P/E1/B/24/V/2520180608	11.7903	7/06/2018
20180608	78	GE2018/0372/78/P/E1/B/24/H/2520180608	9.7163	7/06/2018
20180621	79	GE2018/0372/79/P/E1/B/24/A/5020180621	8.6907	21/06/2018
20180530	80	GE2018/0372/80/P/E1/B/24/V/5020180530	9.3101	30/05/2018
20180530	81	GE2018/0372/81/P/E1/B/24/H/5020180530	9.1795	30/05/2018
20180608	82	GE2018/0372/82/P/E1/x/48/V/120180608	9.2976	7/06/2018
20180608	83	GE2018/0372/83/P/E1/x/48/H/120180608	11.6262	7/06/2018
20180621	84	GE2018/0372/84/P/E1/x/48/A/620180621	11.2308	21/06/2018
20180608	85	GE2018/0372/85/P/E1/x/48/V/620180608	11.0027	7/06/2018

20180608	86	GE2018/0372/86/P/E1/x/48/H/620180608	11.9768	7/06/2018
20180621	87	GE2018/0372/87/P/E1/x/48/A/1020180621	9.6983	21/06/2018
20180608	88	GE2018/0372/88/P/E1/x/48/V/1020180608	13.0998	7/06/2018
20180608	89	GE2018/0372/89/P/E1/x/48/H/1020180608	10.8383	7/06/2018
20180608	90	GE2018/0372/90/P/E1/x/48/A/2520180608	14.0599	7/06/2018
20180530	91	GE2018/0372/91/P/E1/x/48/V/2520180530	10.0004	30/05/2018
20180530	92	GE2018/0372/92/P/E1/x/48/H/2520180530	10.3669	30/05/2018
20180608	93	GE2018/0372/93/P/E1/x/48/A/5020180608	11.4755	7/06/2018
20180530	94	GE2018/0372/94/P/E1/x/48/V/5020180530	13.4962	30/05/2018
20180530	95	GE2018/0372/95/P/E1/x/48/H/5020180530	9.8925	30/05/2018
20180621	96	GE2018/0372/96/P/E1/B/48/A/620180621	11.5606	21/06/2018
20180608	97	GE2018/0372/97/P/E1/B/48/V/620180608	13.3238	7/06/2018
20180608	98	GE2018/0372/98/P/E1/B/48/H/620180608	12.2855	7/06/2018
20180621	99	GE2018/0372/99/P/E1/B/48/A/1020180621	10.6002	21/06/2018
20180608	100	GE2018/0372/100/P/E1/B/48/V/1020180608	10.1392	7/06/2018
20180608	101	GE2018/0372/101/P/E1/B/48/H/1020180608	11.5148	7/06/2018
20180608	102	GE2018/0372/102/P/E1/B/48/A/2520180608	8.5932	7/06/2018
20180530	103	GE2018/0372/103/P/E1/B/48/V/2520180530	10.6515	30/05/2018
20180530	104	GE2018/0372/104/P/E1/B/48/H/2520180530	9.8839	30/05/2018
20180608	105	GE2018/0372/105/P/E1/B/48/A/5020180608	12.644	7/06/2018
20180530	106	GE2018/0372/106/P/E1/B/48/V/5020180530	9.144	30/05/2018
20180530	107	GE2018/0372/107/P/E1/B/48/H/5020180530	10.8529	30/05/2018

Mais : Epandage 1				
Date de Réception	N° de l'échantillon	Code Echantillon	Extrait total (g)	Date du transfert au CRA-W
20180629	1	GE2018/0373/1/M/E1/x/0/A/620180629	7.2995	29/06/2018
20180530	2	GE2018/0373/2/M/E1/x/O/V/620180530	8.8578	30/05/2018
20180530	3	GE2018/0373/3/M/E1/x/O/H/620180530	8.962	30/05/2018
20180621	4	GE2018/0373/4/M/E1/x/2/V/120180621	10.6417	21/06/2018
20180621	5	GE2018/0373/5/M/E1/x/2/H/120180621	11.6056	21/06/2018
20180706	6	GE2018/0373/6/M/E1/x/2/A/620180706	12.1789	5/07/2018
20180621	7	GE2018/0373/7/M/E1/x/2/V/620180621	12.1914	21/06/2018
20180621	8	GE2018/0373/8/M/E1/x/2/H/620180621	10.1639	21/06/2018
20180706	9	GE2018/0373/9/M/E1/x/2/A/1020180706	14.5587	5/07/2018
20180621	10	GE2018/0373/10/M/E1/x/2/V/1020180621	8.2325	21/06/2018
20180621	11	GE2018/0373/11/M/E1/x/2/H/1020180621	9.8554	21/06/2018
20180706	12	GE2018/0373/12/M/E1/x/2/A/2520180706	10.6248	5/07/2018
20180621	13	GE2018/0373/13/M/E1/x/2/V/2520180621	8.2589	21/06/2018
20180621	14	GE2018/0373/14/M/E1/x/2/H/2520180621	9.2316	21/06/2018
20180706	15	GE2018/0373/15/M/E1/x/2/A/5020180706	13.9756	5/07/2018
20180621	16	GE2018/0373/16/M/E1/x/2/V/5020180621	9.13	21/06/2018
20180621	17	GE2018/0373/17/M/E1/x/2/H/5020180621	10.3231	21/06/2018
20180706	18	GE2018/0373/18/M/E1/B/2/A/620180706	12.2642	5/07/2018
20180621	19	GE2018/0373/19/M/E1/B/2/V/620180621	9.9933	21/06/2018
20180621	20	GE2018/0373/20/M/E1/B/2/H/620180621	8.8254	21/06/2018
20180706	21	GE2018/0373/21/M/E1/B/2/A/1020180706	9.6932	5/07/2018
20180621	22	GE2018/0373/22/M/E1/B/2/V/1020180621	10.226	21/06/2018
20180621	23	GE2018/0373/23/M/E1/B/2/H/1020180621	8.3253	21/06/2018
20180706	24	GE2018/0373/24/M/E1/B/2/A/2520180706	10.6194	5/07/2018
20180621	25	GE2018/0373/25/M/E1/B/2/V/2520180621	9.0755	21/06/2018
20180621	26	GE2018/0373/26/M/E1/B/2/H/2520180621	8.7619	21/06/2018
20180706	27	GE2018/0373/27/M/E1/B/2/A/5020180706	9.1034	5/07/2018
20180621	28	GE2018/0373/28/M/E1/B/2/V/5020180621	10.0536	21/06/2018
20180621	29	GE2018/0373/29/M/E1/B/2/H/5020180621	8.362	21/06/2018
20180621	30	GE2018/0373/30/M/E1/x/12/V/120180621	9.3328	21/06/2018
20180621	31	GE2018/0373/31/M/E1/x/12/H/120180621	12.4101	21/06/2018
20180706	32	GE2018/0373/32/M/E1/x/12/A/620180706	10.9925	5/07/2018
20180621	33	GE2018/0373/33/M/E1/x/12/V/620180621	10.9746	21/06/2018
20180621	34	GE2018/0373/34/M/E1/x/12/H/620180621	11.0506	21/06/2018
20180706	35	GE2018/0373/35/M/E1/x/12/A/620180706	7.5769	5/07/2018
20180621	36	GE2018/0373/36/M/E1/x/12/V/1020180621	9.3309	21/06/2018
20180621	37	GE2018/0373/37/M/E1/x/12/H/1020180621	8.134	21/06/2018
20180629	38	GE2018/0373/38/M/E1/x/12/A/2520180629	8.6969	29/06/2018
20180621	39	GE2018/0373/39/M/E1/x/12/V/2520180621	9.8516	21/06/2018
20180621	40	GE2018/0373/40/M/E1/x/12/H/2520180621	10.8954	21/06/2018
20180629	41	GE2018/0373/41/M/E1/x/12/A/5020180629	8.8888	29/06/2018

20180621	42	GE2018/0373/42/M/E1/x/12/V/5020180621	8.6377	21/06/2018
20180621	43	GE2018/0373/43/M/E1/x/12/H/5020180621	12.0764	21/06/2018
20180706	44	GE2018/0373/44/M/E1/B/12/A/620180706	8.3485	5/07/2018
20180621	45	GE2018/0373/45/M/E1/B/12/V/620180621	12.4514	21/06/2018
20180621	46	GE2018/0373/46/M/E1/B/12/H/620180621	9.9008	21/06/2018
20180706	47	GE2018/0373/47/M/E1/B/12/A/1020180706	6.7715	5/07/2018
20180621	48	GE2018/0373/48/M/E1/B/12/V/1020180621	9.3168	21/06/2018
20180621	49	GE2018/0373/49/M/E1/B/12/H/1020180621	13.4635	21/06/2018
20180629	50	GE2018/0373/50/M/E1/B/12/A/2520180629	10.7441	29/06/2018
20180621	51	GE2018/0373/51/M/E1/B/12/V/2520180621	7.714	21/06/2018
20180621	52	GE2018/0373/52/M/E1/B/12/H/2520180621	12.1168	21/06/2018
20180629	53	GE2018/0373/53/M/E1/B/12/A/5020180629	9.1804	29/06/2018
20180621	54	GE2018/0373/54/M/E1/B/12/V/5020180621	9.6425	21/06/2018
20180621	55	GE2018/0373/55/M/E1/B/12/H/5020180621	10.3598	21/06/2018
20180621	56	GE2018/0373/56/M/E1/x/24/V/120180621	10.9093	21/06/2018
20180621	57	GE2018/0373/57/M/E1/x/24/H/120180621	9.5298	21/06/2018
20180706	58	GE2018/0373/58/M/E1/x/24/A/620180706	8.022	5/07/2018
20180621	59	GE2018/0373/59/M/E1/x/24/V/620180621	10.2491	21/06/2018
20180621	60	GE2018/0373/60/M/E1/x/24/H/620180621	9.2979	21/06/2018
20180706	61	GE2018/0373/61/M/E1/x/24/A/1020180706	8.5167	5/07/2018
20180608	62	GE2018/0373/62/M/E1/x/24/V/1020180608	9.1608	7/06/2018
20180608	63	GE2018/0373/63/M/E1/x/24/H/1020180608	10.9366	7/06/2018
20180706	64	GE2018/0373/64/M/E1/x/24/A/2520180706	10.8801	5/07/2018
20180608	65	GE2018/0373/65/M/E1/x/24/V/2520180608	9.0397	7/06/2018
20180608	66	GE2018/0373/66/M/E1/x/24/H/2520180608	9.2525	7/06/2018
20180629	67	GE2018/0373/67/M/E1/x/24/A/5020180629	9.5151	29/06/2018
20180608	68	GE2018/0373/68/M/E1/x/24/V/5020180608	7.9444	7/06/2018
20180608	69	GE2018/0373/69/M/E1/x/24/H/5020180608	11.3702	7/06/2018
20180706	70	GE2018/0373/70/M/E1/B/24/A/620180706	12.6856	5/07/2018
20180621	71	GE2018/0373/71/M/E1/B/24/V/620180621	10.1317	21/06/2018
20180621	72	GE2018/0373/72/M/E1/B/24/H/620180621	9.5976	21/06/2018
20180706	73	GE2018/0373/73/M/E1/B/24/A/1020180706	11.1798	5/07/2018
20180621	74	GE2018/0373/74/M/E1/B/24/V/1020180621	9.4615	21/06/2018
20180621	75	GE2018/0373/75/M/E1/B/24/H/1020180621	9.8377	21/06/2018
20180706	76	GE2018/0373/76/M/E1/B/24/A/2520180706	9.5634	5/07/2018
20180530	77	GE2018/0373/77/M/E1/B/24/V/2520180530	9.0614	30/05/2018
20180530	78	GE2018/0373/78/M/E1/B/24/H/2520180530	10.07913	30/05/2018
20180629	79	GE2018/0373/79/M/E1/B/24/A/5020180629	11.4304	29/06/2018
20180530	80	GE2018/0373/80/M/E1/B/24/V/5020180530	10.6791	30/05/2018
20180530	81	GE2018/0373/81/M/E1/B/24/H/5020180530	8.6617	30/05/2018
20180621	82	GE2018/0373/82/M/E1/x/48/V/120180621	9.3173	21/06/2018
20180621	83	GE2018/0373/83/M/E1/x/48/H/120180621	15.9025	21/06/2018
20180706	84	GE2018/0373/84/M/E1/x/48/A/1620180706	10.6882	5/07/2018
20180621	85	GE2018/0373/85/M/E1/x/48/V/620180621	8.5383	21/06/2018
20180621	86	GE2018/0373/86/M/E1/x/48/H/620180621	16.6379	21/06/2018

20180706	87	GE2018/0373/87/M/E1/x/48/A/1020180706	8.1616	5/07/2018
20180530	88	GE2018/0373/88/M/E1/x/48/V/1020180530	9.8832	30/05/2018
20180530	89	GE2018/0373/89/M/E1/x/48/H/1020180530	16.9836	30/05/2018
20180629	90	GE2018/0373/90/M/E1/x/48/A/2520180629	10.0668	29/06/2018
20180530	91	GE2018/0373/91/M/E1/x/48/V/2520180530	10.8505	30/05/2018
20180530	92	GE2018/0373/92/M/E1/x/48/H/2520180530	15.0335	30/05/2018
20180629	93	GE2018/0373/93/M/E1/x/48/A/5020180629	10.4808	29/06/2018
20180530	94	GE2018/0373/94/M/E1/x/48/V/5020180530	7.9999	30/05/2018
20180530	95	GE2018/0373/95/M/E1/x/48/H/5020180530	18.683	30/05/2018
20180706	96	GE2018/0373/96/M/E1/x/48/A/620180706	9.0263	5/07/2018
20180530	97	GE2018/0373/97/M/E1/B/48/V/620180530	12.0713	30/05/2018
20180530	98	GE2018/0373/98/M/E1/B/48/H/620180530	12.9344	30/05/2018
20180629	99	GE2018/0373/99/M/E1/B/48/A/1020180629	10.5166	29/06/2018
20180530	100	GE2018/0373/100/M/E1/B/48/V/1020180530	8.7576	30/05/2018
20180530	101	GE2018/0373/101/M/E1/B/48/H/1020180530	11.5177	30/05/2018
20180629	102	GE2018/0373/102/M/E1/B/48/A/2520180629	8.75	29/06/2018
20180530	103	GE2018/0373/103/M/E1/B/48/V/2520180530	8.4851	30/05/2018
20180530	104	GE2018/0373/104/M/E1/B/48/H/2520180530	14.7978	30/05/2018
20180629	105	GE2018/0373/105/M/E1/B/48/A/5020180629	8.1518	29/06/2018
20180530	106	GE2018/0373/106/M/E1/B/48/V/5020180530	10.6416	30/05/2018
20180530	107	GE2018/0373/107/M/E1/B/48/H/5020180530	15.9932	30/05/2018

Froment : Epandage 2				
Date de Réception	N° de l'échantillon	Code Echantillon	Extrait total (g)	Date du transfert au CRA-W
20180718	1	GE2018/0582/1/F/E2/x/0/A/620180718	9.3551	17/07/2018
20180629	2	GE2018/0582/2/F/E2/x/0/V/620180629	7.9311	21/06/2018
20180636	3	GE2018/0582/3/F/E2/x/0/H/620180636	6.8953	21/06/2018
20180706	4	GE2018/0582/4/F/E2/x/2/V/120180706	6.7719	5/07/2018
20180706	5	GE2018/0582/5/F/E2/x/2/H/120180706	10.6721	5/07/2018
20180718	6	GE2018/0582/6/F/E2/x/2/A/1620180718	6.9937	17/07/2018
20180706	7	GE2018/0582/7/F/E2/x/2/V/620180706	7.2838	5/07/2018
20180706	8	GE2018/0582/8/F/E2/x/2/H/620180706	13.2391	5/07/2018
20180718	9	GE2018/0582/9/F/E2/x/2/A/1020180718	7.2743	17/07/2018
20180706	10	GE2018/0582/10/F/E2/x/2/V/1020180706	12.7358	5/07/2018
20180706	11	GE2018/0582/11/F/E2/x/2/H/1020180706	16.512	5/07/2018
20180718	12	GE2018/0582/12/F/E2/x/2/A/2520180718	8.2765	17/07/2018
20180706	13	GE2018/0582/13/F/E2/x/2/V/2520180706	9.0767	5/07/2018
20180706	14	GE2018/0582/14/F/E2/x/2/H/2520180706	16.3246	5/07/2018
20180718	15	GE2018/0582/15/F/E2/x/2/A/5020180718	12.3031	17/07/2018
20180706	16	GE2018/0582/16/F/E2/x/2/V/5120180706	7.4157	5/07/2018
20180706	17	GE2018/0582/17/F/E2/x/2/H/5020180706	13.954	5/07/2018
20180706	19	GE2018/0582/19/F/E2/B/2/V/620180706	9.0188	5/07/2018
20180706	20	GE2018/0582/20/F/E2/B/2/H/620180706	13.0369	5/07/2018
20180718	21	GE2018/0582/21/F/E2/B/2/A/1020180718	9.0002	17/07/2018
20180706	22	GE2018/0582/22/F/E2/B/2/V/1020180706	8.088	5/07/2018
20180706	23	GE2018/0582/23/F/E2/B/2/H/1020180706	14.6454	5/07/2018
20180718	24	GE2018/0582/24/F/E2/B/2/A/2520180718	10.4146	17/07/2018
20180706	25	GE2018/0582/25/F/E2/B/2/V/2520180706	8.1373	5/07/2018
20180706	26	GE2018/0582/26/F/E2/B/2/H/2520180706	12.0752	5/07/2018
20180718	27	GE2018/0582/27/F/E2/B/2/A/5020180718	13.3045	17/07/2018
20180706	28	GE2018/0582/28/F/E2/B/2/V/5020180706	8.2663	5/07/2018
20180706	29	GE2018/0582/29/F/E2/B/2/H/5020180706	11.1456	5/07/2018
20180706	30	GE2018/0582/30/F/E2/x/12/V/120180706	6.8781	5/07/2018
20180706	31	GE2018/0582/31/F/E2/x/12/H/120180706	6.7198	5/07/2018
20180718	32	GE2018/0582/32/F/E2/x/12/A/620180718	9.1133	17/07/2018
20180706	33	GE2018/0582/33/F/E2/x/12/V/620180706	9.0584	5/07/2018
20180706	34	GE2018/0582/34/F/E2/x/12/H/620180706	10.2724	5/07/2018
20180718	35	GE2018/0582/35/F/E2/x/12/A/1020180718	9.5075	17/07/2018
20180706	36	GE2018/0582/36/F/E2/x/12/V/1020180706	7.7042	5/07/2018
20180706	37	GE2018/0582/37/F/E2/x/12/H/1020180706	9.6127	5/07/2018
20180718	38	GE2018/0582/38/F/E2/x/12/A/2520180718	11.5421	17/07/2018
20180706	39	GE2018/0582/39/F/E2/x/12/V/2520180706	7.2582	5/07/2018
20180706	40	GE2018/0582/40/F/E2/x/12/H/2520180706	9.8707	5/07/2018
20180718	41	GE2018/0582/41/F/E2/x/12/A/5020180718	9.5096	17/07/2018
20180629	42	GE2018/0582/42/F/E2/x/12/V/5020180629	7.5571	29/06/2018

20180629	43	GE2018/0582/43/F/E2/x/12/H/5020180629	8.6846	29/06/2018
20180718	44	GE2018/0582/44/F/E2/B/12/A/620180718	9.7075	17/07/2018
20180706	45	GE2018/0582/45/F/E2/B/12/V/620180706	7.3617	5/07/2018
20180706	46	GE2018/0582/46/F/E2/B/12/H/620180706	8.1966	5/07/2018
20180718	47	GE2018/0582/47/F/E2/B/12/A/1020180718	8.3694	17/07/2018
20180706	48	GE2018/0582/48/F/E2/B/12/V/1020180706	7.9587	5/07/2018
20180706	49	GE2018/0582/49/F/E2/B/12/H/1020180706	9.2214	5/07/2018
20180629	51	GE2018/0582/51/F/E2/B/12/V/2520180629	9.2971	29/06/2018
20180629	52	GE2018/0582/52/F/E2/B/12/H/2520180629	8.7396	29/06/2018
20180718	53	GE2018/0582/53/F/E2/B/12/A/5020180718	11.5345	17/07/2018
20180629	54	GE2018/0582/54/F/E2/B/12/V/5020180629	8.2112	29/06/2018
20180629	55	GE2018/0582/55/F/E2/B/12/H/5020180629	9.0133	29/06/2018
20180706	56	GE2018/0582/56/F/E2/x/24/V/120180706	7.5917	5/07/2018
20180706	57	GE2018/0582/57/F/E2/x/24/H/120180706	12.9837	5/07/2018
20180718	58	GE2018/0582/58/F/E2/x/24/A/620180718	9.4246	17/07/2018
20180629	59	GE2018/0582/59/F/E2/x/24/V/620180629	8.6671	29/06/2018
20180629	60	GE2018/0582/60/F/E2/x/24/H/620180629	12.1651	29/06/2018
20180718	61	GE2018/0582/61/F/E2/x/24/A/1020180718	8.22	17/07/2018
20180629	62	GE2018/0582/62/F/E2/x/24/V/1020180629	8.2549	29/06/2018
20180629	63	GE2018/0582/63/F/E2/x/24/H/1020180629	11.3594	29/06/2018
20180718	64	GE2018/0582/64/F/E2/x/24/A/2520180718	8.2234	17/07/2018
20180629	65	GE2018/0582/65/F/E2/x/24/V/2520180629	9.1958	29/06/2018
20180629	66	GE2018/0582/66/F/E2/x/24/H/2520180629	12.8188	29/06/2018
20180718	67	GE2018/0582/67/F/E2/x/24/A/5020180718	8.3686	17/07/2018
20180629	68	GE2018/0582/68/F/E2/x/24/V/5020180629	10.0327	29/06/2018
20180629	69	GE2018/0582/69/F/E2/x/24/H/5020180629	15.1977	29/06/2018
20180718	70	GE2018/0582/70/F/E2/B/24/A/620180718	8.8027	17/07/2018
20180624	71	GE2018/0582/71/F/E2/B/24/V/620180624	9.8462	21/06/2018
20180629	72	GE2018/0582/72/F/E2/B/24/H/620180629	16.8371	29/06/2018
20180718	73	GE2018/0582/73/F/E2/B/24/A/1020180718	7.9293	17/07/2018
20180629	74	GE2018/0582/74/F/E2/B/24/V/1020180629	8.7098	29/06/2018
20180629	75	GE2018/0582/75/F/E2/B/24/H/1020180629	16.3869	29/06/2018
20180629	77	GE2018/0582/77/F/E2/B/25/V/2520180629	12.8255	29/06/2018
20180629	78	GE2018/0582/78/F/E2/B/24/H/2520180629	16.2784	29/06/2018
20180718	79	GE2018/0582/79/F/E2/B/24/A/5020180718	9.8844	17/07/2018
20180622	80	GE2018/0582/80/F/E2/B/24/V/520180622	9.5639	21/06/2018
20180629	81	GE2018/0582/81/F/E2/B/24/H/5020180629	17.4667	29/06/2018
20180706	82	GE2018/0582/82/F/E2/x/48/V/120180706	8.0424	5/07/2018
20180706	83	GE2018/0582/83/F/E2/x/48/H/120180706	15.3568	5/07/2018
20180718	84	GE2018/0582/84/F/E2/x/48/A/1620180718	9.285	17/07/2018
20180630	85	GE2018/0582/85/F/E2/x/48/V/620180630	11.0034	21/06/2018
20180633	86	GE2018/0582/86/F/E2/x/48/H/620180633	19.8156	21/06/2018
20180718	87	GE2018/0582/87/F/E2/x/48/A/1020180718	9.9589	17/07/2018
20180629	88	GE2018/0582/88/F/E2/x/48/V/1020180629	8.6099	29/06/2018
20180629	89	GE2018/0582/89/F/E2/x/48/H/1020180629	20.0843	29/06/2018

20180718	90	GE2018/0582/90/F/E2/x/48/A/2520180718	7.6095	17/07/2018
20180632	91	GE2018/0582/91/F/E2/x/48/V/2520180632	9.9945	21/06/2018
20180635	92	GE2018/0582/92/F/E2/x/48/H/2520180635	17.2385	21/06/2018
20180718	93	GE2018/0582/93/F/E2/x/48/A/5020180718	9.2347	17/07/2018
20180631	94	GE2018/0582/94/F/E2/x/48/V/5020180631	8.9951	21/06/2018
20180634	95	GE2018/0582/95/F/E2/x/48/H/5020180634	14.213	21/06/2018
20180706	96	GE2018/0582/96/F/E2/B/48/A/620180706	11.792	5/07/2018
20180621	97	GE2018/0582/97/F/E2/B/48/V/620180621	10.2819	21/06/2018
20180628	98	GE2018/0582/98/F/E2/B/48/H/620180628	13.3493	21/06/2018
20180718	99	GE2018/0582/99/F/E2/B/48/A/1020180718	9.2948	17/07/2018
20180629	100	GE2018/0582/100/F/E2/B/48/V/1020180629	9.3739	29/06/2018
20180629	101	GE2018/0582/101/F/E2/B/48/H/1020180629	14.7138	29/06/2018
20180625	103	GE2018/0582/103/F/E2/B/48/V/2520180625	10.0013	21/06/2018
20180626	104	GE2018/0582/104/F/E2/B/48/H/2520180626	16.9374	21/06/2018
20180718	105	GE2018/0582/105/F/E2/B/48/A/5020180718	9.5424	17/07/2018
20180623	106	GE2018/0582/106/F/E2/B/48/V/5020180623	8.9307	21/06/2018
20180627	107	GE2018/0582/107/F/E2/B/48/H/5020180627	16.583	21/06/2018

Pomme de terre : Epandage 3				
Date de Réception	N° de l'échantillon	Code Echantillon	Extrait total (g)	Date du transfert au CRA-W
20180820	1	GE2/2018/0752/1/P/E3/x/0/A/620180820	10.9813	20/08/2018
20180820	2	GE2/2018/0752/2/P/E3/x/0/V/620180820	8.2652	20/08/2018
20180820	3	GE2/2018/0752/3/P/E3/x/0/H/620180820	8.4404	20/08/2018
20180726	4	GE2/2018/0752/4/P/E3/x/2/V/120180726	7.1062	26/07/2018
20180726	5	GE2/2018/0752/5/P/E3/x/2/H/120180726	7.3153	26/07/2018
20180820	6	GE2/2018/0752/6/P/E3/x/2/A/620180820	12.1754	20/08/2018
20180726	7	GE2/2018/0752/7/P/E3/x/2/V/620180726	7.1739	26/07/2018
20180726	8	GE2/2018/0752/8/P/E3/x/2/H/620180726	7.7872	26/07/2018
20180820	9	GE2/2018/0752/9/P/E3/x/2/A/1020180820	10.6272	20/08/2018
20180820	10	GE2/2018/0752/10/P/E3/x/2/V/1020180820	10.208	20/08/2018
20180820	11	GE2/2018/0752/11/P/E3/x/2/H/1020180820	12.0424	20/08/2018
20180820	12	GE2/2018/0752/12/P/E3/x/2/A/2520180820	10.1696	20/08/2018
20180820	13	GE2/2018/0752/13/P/E3/x/2/V/2520180820	10.2261	20/08/2018
20180820	14	GE2/2018/0752/14/P/E3/x/2/H/2520180820	12.7743	20/08/2018
20180802	15	GE2/2018/0752/15/P/E3/x/2/A/5020180802	9.1514	2/08/2018
20180820	16	GE2/2018/0752/16/P/E3/x/2/V/5020180820	8.1158	20/08/2018
20180820	17	GE2/2018/0752/17/P/E3/x/2/H/5020180820	11.0045	20/08/2018
20180820	18	GE2/2018/0752/18/P/E3/B/2/A/620180820	10.1189	20/08/2018
20180820	19	GE2/2018/0752/19/P/E3/B/2/V/620180820	9.9103	20/08/2018
20180820	20	GE2/2018/0752/20/P/E3/B/2/H/620180820	10.6793	20/08/2018
20180820	21	GE2/2018/0752/21/P/E3/B/2/A/1020180820	12.4026	20/08/2018
20180820	22	GE2/2018/0752/22/P/E3/B/2/V/1020180820	11.3941	20/08/2018
20180820	23	GE2/2018/0752/23/P/E3/B/2/H/1020180820	11.3582	20/08/2018
20180820	24	GE2/2018/0752/24/P/E3/B/2/A/2520180820	8.7239	20/08/2018

20180820	25	GE2/2018/0752/25/P/E3/B/2/V/2520180820	7.7683	20/08/2018
20180820	26	GE2/2018/0752/26/P/E3/B/2/H/2520180820	7.4087	20/08/2018
20180802	27	GE2/2018/0752/27/P/E3/B/2/A/5020180802	9.3878	2/08/2018
20180820	28	GE2/2018/0752/28/P/E3/B/2/V/5020180820	8.2046	20/08/2018
20180820	29	GE2/2018/0752/29/P/E3/B/2/H/5020180820	9.5446	20/08/2018
20180820	30	GE2/2018/0752/30/P/E3/x/12/V/120180820	10.2299	20/08/2018
20180820	31	GE2/2018/0752/31/P/E3/x/12/H/120180820	11.9247	20/08/2018
20180820	32	GE2/2018/0752/32/P/E3/x/12/A/620180820	11.324	20/08/2018
20180820	33	GE2/2018/0752/33/P/E3/x/12/V/620180820	13.7127	20/08/2018
20180820	34	GE2/2018/0752/34/P/E3/x/12/H/620180820	9.5339	20/08/2018
20180820	35	GE2/2018/0752/35/P/E3/x/12/A/1020180820	9.5612	20/08/2018
20180820	36	GE2/2018/0752/36/P/E3/x/12/V/1020180820	7.8349	20/08/2018
20180820	37	GE2/2018/0752/37/P/E3/x/12/H/1020180820	8.8352	20/08/2018
20180820	38	GE2/2018/0752/38/P/E3/x/12/A/2520180820	10.8147	20/08/2018
20180820	39	GE2/2018/0752/39/P/E3/x/12/V/2520180820	8.4218	20/08/2018
20180820	40	GE2/2018/0752/40/P/E3/x/12/H/2520180820	7.9482	20/08/2018
20180802	41	GE2/2018/0752/41/P/E3/x/12/A/5020180802	9.2833	2/08/2018
20180820	42	GE2/2018/0752/42/P/E3/x/12/V/5020180820	-2.9985	20/08/2018
20180820	43	GE2/2018/0752/43/P/E3/x/12/H/5020180820	7.9931	20/08/2018
20180820	44	GE2/2018/0752/44/P/E3/B/12/A/620180820	11.8213	20/08/2018
20180820	45	GE2/2018/0752/45/P/E3/B/12/V/620180820	10.4297	20/08/2018
20180820	46	GE2/2018/0752/46/P/E3/B/12/H/620180820	10.5202	20/08/2018
20180820	47	GE2/2018/0752/47/P/E3/B/12/A/1020180820	9.6532	20/08/2018
20180820	48	GE2/2018/0752/48/P/E3/B/12/V/1020180820	8.3858	20/08/2018
20180820	49	GE2/2018/0752/49/P/E3/B/12/H/1020180820	9.8322	20/08/2018
20180820	50	GE2/2018/0752/50/P/E3/B/12/A/2520180820	12.58	20/08/2018
20180820	51	GE2/2018/0752/51/P/E3/B/12/V/2520180820	7.5756	20/08/2018
20180820	52	GE2/2018/0752/52/P/E3/B/12/H/2520180820	8.4039	20/08/2018
20180802	53	GE2/2018/0752/53/P/E3/B/12/A/5020180802	9.4743	2/08/2018
20180820	54	GE2/2018/0752/54/P/E3/B/12/V/5020180820	8.199	20/08/2018
20180820	55	GE2/2018/0752/55/P/E3/B/12/H/5020180820	9.1848	20/08/2018
20180802	56	GE2/2018/0752/56/P/E3/x/24/V/120180802	9.4499	2/08/2018
20180802	57	GE2/2018/0752/57/P/E3/x/24/H/120180802	11.9061	2/08/2018
20180820	58	GE2/2018/0752/58/P/E3/x/24/A/620180820	10.3832	20/08/2018
20180802	59	GE2/2018/0752/59/P/E3/x/24/V/620180802	8.8974	2/08/2018
20180802	60	GE2/2018/0752/60/P/E3/x/24/H/620180802	14.5498	2/08/2018
20180820	61	GE2/2018/0752/61/P/E3/x/24/A/1020180820	10.6157	20/08/2018
20180802	62	GE2/2018/0752/62/P/E3/x/24/V/1020180802	8.1249	2/08/2018
20180802	63	GE2/2018/0752/63/P/E3/x/24/H/1020180802	14.2545	2/08/2018
20180820	64	GE2/2018/0752/64/P/E3/x/24/A/2520180820	9.9291	20/08/2018
20180726	65	GE2/2018/0752/65/P/E3/x/24/V/2520180726	12.4121	26/07/2018
20180726	66	GE2/2018/0752/66/P/E3/x/24/H/2520180726	12.9516	26/07/2018
20180802	67	GE2/2018/0752/67/P/E3/x/24/A/5020180802	11.7849	2/08/2018
20180726	68	GE2/2018/0752/68/P/E3/x/24/V/5020180726	10.647	26/07/2018
20180726	69	GE2/2018/0752/69/P/E3/x/24/H/5020180726	12.0934	26/07/2018

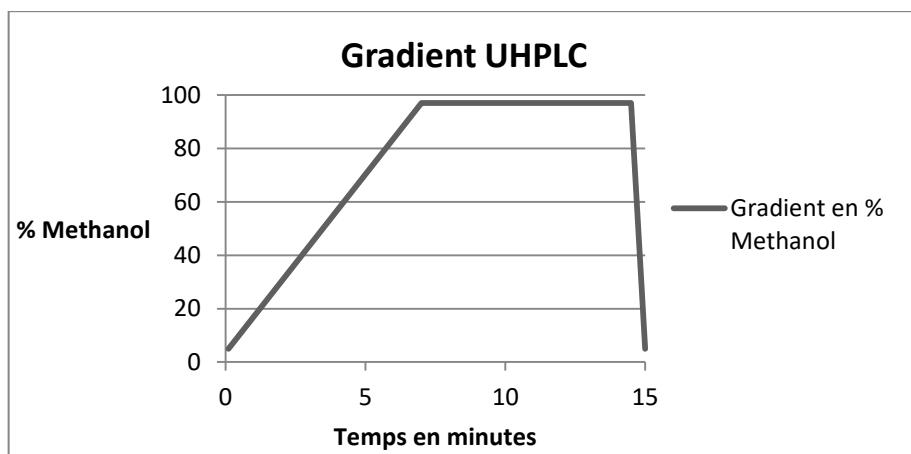
20180820	70	GE2/2018/0752/70/P/E3/B/24/A/620180820	10.5341	20/08/2018
20180802	71	GE2/2018/0752/71/P/E3/B/24/V/620180802	7.0721	2/08/2018
20180802	72	GE2/2018/0752/72/P/E3/B/24/H/620180802	7.7349	2/08/2018
20180820	73	GE2/2018/0752/73/P/E3/B/24/A/1020180820	10.8431	20/08/2018
20180802	74	GE2/2018/0752/74/P/E3/B/24/V/1020180802	8.1433	2/08/2018
20180802	75	GE2/2018/0752/75/P/E3/B/24/H/1020180802	9.6531	2/08/2018
20180820	76	GE2/2018/0752/76/P/E3/B/24/A/2520180820	10.756	20/08/2018
20180802	77	GE2/2018/0752/77/P/E3/B/24/V/2520180802	6.881	2/08/2018
20180802	78	GE2/2018/0752/78/P/E3/B/24/H/2520180802	12.2503	2/08/2018
20180820	79	GE2/2018/0752/79/P/E3/B/24/A/5020180820	8.9183	20/08/2018
20180726	80	GE2/2018/0752/80/P/E3/B/24/V/5020180726	11.6533	26/07/2018
20180726	81	GE2/2018/0752/81/P/E3/B/24/H/5020180726	15.1122	26/07/2018
20180820	82	GE2/2018/0752/82/P/E3/x/48/V/120180820	9.2603	20/08/2018
20180820	83	GE2/2018/0752/83/P/E3/x/48/H/120180820	12.4572	20/08/2018
20180820	84	GE2/2018/0752/84/P/E3/x/48/A/620180820	11.3515	20/08/2018
20180820	85	GE2/2018/0752/85/P/E3/x/48/V/620180820	11.7089	20/08/2018
20180820	86	GE2/2018/0752/86/P/E3/x/48/H/620180820	12.9399	20/08/2018
20180820	87	GE2/2018/0752/87/P/E3/x/48/A/1020180820	7.9507	20/08/2018
20180820	88	GE2/2018/0752/88/P/E3/x/48/V/1020180820	8.909	20/08/2018
20180820	89	GE2/2018/0752/89/P/E3/x/48/H/1020180820	12.5911	20/08/2018
20180820	90	GE2/2018/0752/90/P/E3/x/48/A/2520180820	11.4051	20/08/2018
20180820	91	GE2/2018/0752/91/P/E3/x/48/V/2520180820	8.3106	20/08/2018
20180820	92	GE2/2018/0752/92/P/E3/x/48/H/2520180820	17.68578	20/08/2018
20180820	93	GE2/2018/0752/93/P/E3/x/48/A/5020180820	10.7077	20/08/2018
20180820	94	GE2/2018/0752/94/P/E3/x/48/V/5020180820	8.6621	20/08/2018
20180820	95	GE2/2018/0752/95/P/E3/x/48/H/5020180820	10.5865	20/08/2018
20180820	96	GE2/2018/0752/96/P/E3/B/48/A/620180820	11.4571	20/08/2018
20180820	97	GE2/2018/0752/97/P/E3/B/48/V/620180820	10.0979	20/08/2018
20180820	98	GE2/2018/0752/98/P/E3/B/48/H/620180820	13.8072	20/08/2018
20180802	99	GE2/2018/0752/99/P/E3/B/48/A/1020180802	13.5593	2/08/2018
20180820	100	GE2/2018/0752/100/P/E3/B/48/V/1020180820	8.2266	20/08/2018
20180820	101	GE2/2018/0752/101/P/E3/B/48/H/1020180820	9.917	20/08/2018
20180802	102	GE2/2018/0752/102/P/E3/B/48/A/2520180802	9.4666	2/08/2018
20180820	103	GE2/2018/0752/103/P/E3/B/48/V/2520180820	6.8364	20/08/2018
20180820	104	GE2/2018/0752/104/P/E3/B/48/H/2520180820	13.252	20/08/2018
20180802	105	GE2/2018/0752/105/P/E3/B/48/A/5020180802	11.3864	2/08/2018
20180820	106	GE2/2018/0752/106/P/E3/B/48/V/5020180820	8.1309	20/08/2018
20180820	107	GE2/2018/0752/107/P/E3/B/48/H/5020180820	10.3502	20/08/2018

ANNEXE 2 : Conditions Chromatographiques

- UHPLC : Shimadzu Nexera
- Echantillonneur : Shimadzu SIL-30AC
- Pompe : Shimadzu LC-30AD
- Four : Shimadzu CTO-20AC
- DéTECTEUR : Spectromètre de masse triple quadripôle ABSciex 5500QTRAP
- Logiciel d'intégration : ABSciex MultiQuant

PARAMÈTRES CHROMATOGRAPHIQUES

- Colonne : Phenomenex LCTM Kinetex Biphenyl, 100 mm x 2.1 mm i.d., 2.6 µm de taille des particules
- Phase mobile :
 - A : Eau / méthanol (90/10, v/v).
 - B : Méthanol
 - D : Eau / méthanol (50/50, v/v) + 100mM NH₄Fo + 1% HFo
- Temps d'équilibre : 3 min
- 0.10 min : 92% A, 5% B, 3% D
- 7.00 min : 0% A, 97% B, 3% D
- 14.50 min : 0% A, 97% B, 3% D
- 15.00 min : 92% A, 5% B, 3% D



- Débit: 0.5 mL/min
- Température du four : 40°C
- Volume d'injection : 0.5 µL, 1 µL, 5 µL ou 10 µL (en fonction des concentrations dans les échantillons)

PARAMÈTRES MS/MS

Ionisation : électrospray positif (ESI +)
Débit de gaz cône (curtain) : 20 psi (azote)
Ion spray voltage : 5500 V
Temperature : 550°C
Débit du gaz de nébulisation (GAS 1) : 40 psi (air)
Débit du gaz de désolvatation (GAS 2) : 60 psi (air)
Gaz de collision (CAD) : High (nitrogen)
Méthode d'acquisition : Schedule MRM (Multiple Reaction Monitoring)

	Ion parent (m/z)	Ion fils (m/z)	DP (declustering potential)	CE (Volt)	CXP* (Volt)	Temps de rétention (min)
Clomazone	240.1	125.0	100	25	13	7.50
		89.1	100	70	11	
Epoxyconazole	330.0	121.0	66	27	13	8.18
		101.1	56	67	13	
Flufénacet	364.1	152.1	71	29	13	7.93
		194.2	66	17	13	
Métobromuron	259.0	170.2	56	27	13	6.55
		148.2	86	21	13	
Métribuzine	215.1	187.1	81	25	13	6.19
		84.1	86	29	13	
Pendiméthaline	282.1	212.2	60	15	13	9.37
		194	60	25	13	
Pirimicarbe	239.2	72.1	66	35	13	7.04
		182.1	66	23	13	
Prosulfocarbe	252.1	91.2	60	35	13	8.68
		128.0	60	30	13	
Pyraclostrobine	388.0	194.0	61	19	13	8.95
		163.0	66	33	13	
Terbutylazine	230.1	174.1	50	23	13	7.07
		68.0	120	47	13	

*CXP : collision cell exit potential

ANNEXE 3 : Résultats P_E1

Code échantillon	Concentration (ng/m ² ou ng/m ³)				LOQ (ng/m ² ou ng/m ³)			
	Clomazone	Métobromuron	Méribuzine	Prosulfocarbe	Clomazone	Metobromuron	Métribuzine	Prosulfocarbe
GE2018/0372/1/P/E1/x/O/A/6//20180608	0.62	0.49	0.04	0.12	0.003	0.007	0.01	0.05
GE2018/0372/2/P/E1/x/O/V/6//20180530	101.68	408.75	<LOQ (1.84)	3118.49	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/3/P/E1/x/O/H/6//20180530	70.28	240.96	4.64	1531.82	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/4/P/E1/x/2/V/1//20180608	140394.60	2386487.29	330594.04	6908594.74	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/5/P/E1/x/2/H/1//20180608	185035.88	2599721.88	418789.98	7805724.20	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/6/P/E1/x/2/A/6//20180629	1.86	28.78	1.10	65.24	0.007	0.017	0.03	0.12
GE2018/0372/7/P/E1/x/2/V/6//20180608	21978.15	405675.63	57580.66	1285667.73	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/8/P/E1/x/2/H/6//20180629	23501.83	393270.07	31270.61	1221356.97	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/9/P/E1/x/2/A/10//20180629	1.84	15.33	0.45	8.73	0.008	0.017	0.03	0.12
GE2018/0372/10/P/E1/x/2/V/10//20180608	51299.13	899788.46	142661.80	2459258.73	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/11/P/E1/x/2/H/10//20180608	11818.56	223936.27	37300.33	734518.48	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/12/P/E1/x/2/A/25//20180629	1.85	25.00	0.79	38.48	0.007	0.017	0.03	0.12
GE2018/0372/13/P/E1/x/2/V/25//20180608	30087.16	581133.13	91833.20	773614.01	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/14/P/E1/x/2/H/25//20180608	5807.90	88671.55	16073.04	146733.42	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/15/P/E1/x/2/A/50//20180629	1.38	9.32	0.30	25.08	0.007	0.016	0.03	0.11
GE2018/0372/16/P/E1/x/2/V/50//20180608	8199.18	107996.78	16090.20	376495.58	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/17/P/E1/x/2/H/50//20180608	4209.20	61158.39	10276.86	229881.42	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/18/P/E1/B/2/A/6//20180629	1.61	13.25	0.41	19.95	0.007	0.016	0.03	0.11
GE2018/0372/19/P/E1/B/2/V/6//20180608	7330.08	114719.00	24873.10	287747.45	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/20/P/E1/B/2/H/6//20180608	13086.39	196791.36	32866.35	601619.79	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/21/P/E1/B/2/A/10//20180629	1.85	10.25	0.35	37.24	0.008	0.017	0.03	0.12
GE2018/0372/22/P/E1/B/2/V/10//20180608	10951.47	138871.06	34070.55	455492.43	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/23/P/E1/B/2/H/10//20180608	6103.63	91125.96	18317.39	340178.52	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/24/P/E1/B/2/A/25//20180629	4.23	59.64	2.19	154.34	0.020	0.044	0.07	0.31
GE2018/0372/25/P/E1/B/2/V/25//20180608	12077.90	138288.39	38670.70	480751.27	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/26/P/E1/B/2/H/25//20180608	4805.71	72645.59	13825.78	242591.51	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/27/P/E1/B/2/A/50//20180629	1.92	12.65	0.33	31.52	0.007	0.016	0.03	0.11
GE2018/0372/28/P/E1/B/2/V/50//20180608	4816.49	85029.43	10249.33	274282.52	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/29/P/E1/B/2/H/50//20180608	4574.83	54634.64	6864.79	194789.41	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/30/P/E1/x/12/V/1//20180608	2812.68	71427.76	3401.92	483290.36	0.599	1.330	2.21	9.36

GE2018/0372/31/P/E1/x/ 12/H/1//20180608	4772.39	113984.31	4696.09	868009.17	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/32/P/E1/x/ 12/A/6//20180629	4.32	102.37	1.07	1622.00	0.002	0.003	0.01	0.02
GE2018/0372/33/P/E1/x/ 12/V/6//20180608	2360.80	90081.51	2596.49	253107.94	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/34/P/E1/x/ 12/H/6//20180608	2654.09	87940.21	4282.18	644268.01	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/35/P/E1/x/ 12/A/10//20180629	3.61	62.63	0.39	1173.33	0.002	0.003	0.01	0.02
GE2018/0372/36/P/E1/x/ 12/V/10//20180608	1995.99	66458.09	1360.99	555752.14	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/37/P/E1/x/ 12/H/10//20180608	2288.57	73668.54	2266.58	601474.83	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/38/P/E1/x/ 12/A/25//20180629	1.96	37.10	0.30	315.56	0.002	0.003	0.01	0.02
GE2018/0372/39/P/E1/x/ 12/V/25//20180608	1647.62	48115.36	933.59	374465.02	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/40/P/E1/x/ 12/H/25//20180608	1900.86	59072.26	2086.24	438571.87	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/41/P/E1/x/ 12/A/50//20180621	1.44	25.71	0.20	18.00	0.002	0.003	0.01	0.02
GE2018/0372/42/P/E1/x/ 12/V/50//20180608	1160.92	38530.22	1070.93	338080.58	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/43/P/E1/x/ 12/H/50//20180608	1492.57	50505.79	1572.95	314523.77	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/44/P/E1/B /12/A/6//20180629	2.99	64.56	0.42	1147.58	0.002	0.003	0.01	0.02
GE2018/0372/45/P/E1/B /12/V/6//20180608	2228.86	77951.00	3919.16	264651.29	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/46/P/E1/B /12/H/6//20180608	3822.59	131318.69	6991.39	453327.11	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/47/P/E1/B /12/A/10//20180621	3.02	66.17	0.39	217.11	0.002	0.003	0.01	0.02
GE2018/0372/48/P/E1/B /12/V/10//20180608	1905.37	54046.70	2512.11	477233.65	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/49/P/E1/B /12/H/10//20180629	1666.05	71956.50	1939.39	485955.44	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/50/P/E1/B /12/A/25//20180621	0.87	11.83	0.22	24.10	0.002	0.003	0.01	0.02
GE2018/0372/51/P/E1/B /12/V/25//20180608	1509.63	45788.40	1899.82	363374.19	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/52/P/E1/B /12/H/25//20180608	1578.37	51038.82	2316.48	349640.01	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/53/P/E1/B /12/A/50//20180621	0.68	7.22	0.06	17.09	0.001	0.003	0.01	0.02
GE2018/0372/54/P/E1/B /12/V/50//20180608	1058.19	29539.79	1026.25	276556.70	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/55/P/E1/B /12/H/50//20180608	1398.31	32929.39	927.31	256450.91	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/56/P/E1/x/ 24/V/1//20180608	761.31	24900.27	396.29	14241.89	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/57/P/E1/x/ 24/H/1//20180608	404.68	30339.39	894.83	20813.61	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/58/P/E1/x/ 24/A/6//20180629	0.41	4.17	0.14	28.75	0.001	0.003	0.01	0.02
GE2018/0372/59/P/E1/x/ 24/V/6//20180608	433.85	9601.35	102.37	54892.59	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/60/P/E1/x/ 24/H/6//20180608	509.06	14759.66	209.95	59871.23	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/61/P/E1/x/ 24/A/10//20180621	0.35	3.10	0.23	3.79	0.001	0.003	0.01	0.02
GE2018/0372/62/P/E1/x/ 24/V/10//20180608	404.91	8658.04	99.72	50977.40	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/63/P/E1/x/ 24/H/10//20180608	419.27	10909.81	147.88	44945.99	0.229	0.507	0.84	3.57

GE2018/0372/64/P/E1/x/ 24/A/25//20180621	0.32	1.17	0.18	1.86	0.001	0.003	0.00	0.02
GE2018/0372/65/P/E1/x/ 24/V/25//20180608	334.64	6877.19	62.41	19610.83	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/66/P/E1/x/ 24/H/25//20180608	299.96	7485.15	57.54	28474.35	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/67/P/E1/x/ 24/A/50//20180621	0.30	1.25	0.17	4.35	0.001	0.003	0.01	0.02
GE2018/0372/68/P/E1/x/ 24/V/50//20180608	249.86	3336.28	78.57	29298.42	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/69/P/E1/x/ 24/H/50//20180608	230.34	5004.84	30.12	23796.58	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/70/P/E1/B /24/A/6//20180621	0.37	3.85	0.15	11.70	0.001	0.003	0.01	0.02
GE2018/0372/71/P/E1/B /24/V/6//20180608	459.47	13204.78	196.76	52256.33	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/72/P/E1/B /24/H/6//20180608	621.43	16551.73	332.29	51499.25	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/73/P/E1/B /24/A/10//20180621	0.26	1.50	<LOD	8.83	0.001	0.003	0.01	0.02
GE2018/0372/74/P/E1/B /24/V/10//20180608	482.90	12465.58	141.61	54803.32	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/75/P/E1/B /24/H/10//20180608	496.29	12838.86	155.06	47725.69	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/76/P/E1/B /24/A/25//20180621	0.29	1.66	0.19	8.82	0.001	0.003	0.01	0.02
GE2018/0372/77/P/E1/B /24/V/25//20180608	473.81	9709.25	120.72	49490.00	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/78/P/E1/B /24/H/25//20180608	405.22	12306.59	454.74	39618.06	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/79/P/E1/B /24/A/50//20180621	0.28	1.69	0.10	9.07	0.001	0.003	0.01	0.02
GE2018/0372/80/P/E1/B /24/V/50//20180530	309.03	4475.44	82.32	24859.05	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/81/P/E1/B /24/H/50//20180530	272.20	5915.99	52.22	24646.10	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/82/P/E1/x/ 48/V/1//20180608	2253.28	58031.93	626.01	145349.12	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/83/P/E1/x/ 48/H/1//20180608	2542.27	75404.03	710.13	60646.74	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/84/P/E1/x/ 48/A/6//20180621	1.68	18.83	0.08	113.48	0.001	0.001	0.00	0.01
GE2018/0372/85/P/E1/x/ 48/V/6//20180608	1614.07	35789.77	249.64	130119.48	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/86/P/E1/x/ 48/H/6//20180608	1049.32	41604.96	271.18	85224.34	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/87/P/E1/x/ 48/A/10//20180621	1.01	12.44	0.07	59.85	0.001	0.001	0.00	0.01
GE2018/0372/88/P/E1/x/ 48/V/10//20180608	1645.30	36144.58	273.17	140479.55	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/89/P/E1/x/ 48/H/10//20180608	846.58	33292.26	219.15	87889.40	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/90/P/E1/x/ 48/A/25//20180608	2.63	33.40	0.10	180.49	0.001	0.001	0.00	0.01
GE2018/0372/91/P/E1/x/ 48/V/25//20180530	941.67	13568.43	102.94	64578.01	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/92/P/E1/x/ 48/H/25//20180530	966.52	21924.69	145.34	39937.98	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/93/P/E1/x/ 48/A/50//20180608	0.99	11.16	0.10	73.54	0.001	0.001	0.00	0.01
GE2018/0372/94/P/E1/x/ 48/V/50//20180530	1079.24	20584.36	142.66	78818.86	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/95/P/E1/x/ 48/H/50//20180530	932.43	21842.25	128.69	43202.74	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/96/P/E1/B /48/A/6//20180621	0.93	9.88	0.07	37.05	0.001	0.001	0.00	0.01

GE2018/0372/97/P/E1/B /48/V/6//20180608	1515.45	29912.22	313.43	126569.28	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/98/P/E1/B /48/H/6//20180608	1103.66	39399.32	308.94	67200.34	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/99/P/E1/B /48/A/10//20180621	1.25	15.21	0.08	84.27	0.001	0.001	0.00	0.01
GE2018/0372/100/P/E1/ B/48/V/10//20180608	1911.04	41591.28	373.94	148085.97	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/101/P/E1/ B/48/H/10//20180608	554.12	29631.53	276.51	49025.65	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/102/P/E1/ B/48/A/25//20180608	0.66	6.98	0.18	57.65	0.001	0.001	0.00	0.01
GE2018/0372/103/P/E1/ B/48/V/25//20180530	925.44	18145.31	133.15	73637.54	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/104/P/E1/ B/48/H/25//20180530	1046.31	22213.59	96.65	42031.55	0.229	0.507	0.84	3.57
GE2018/0372/105/P/E1/ B/48/A/50//20180608	1.04	7.77	0.09	61.86	0.001	0.001	0.00	0.01
GE2018/0372/106/P/E1/ B/48/V/50//20180530	1143.81	25007.82	188.23	85001.09	0.599	1.330	2.21	9.36
GE2018/0372/107/P/E1/ B/48/H/50//20180530	755.81	15778.89	99.99	29502.17	0.229	0.507	0.84	3.57

ANNEXE 4 : Résultats M_E1

Code échantillon	Concentration (ng/m ² ou ng/m ³)			LOQ (ng/m ² ou ng/m ³)		
	Flufenacet	Pendimethalin e	Terbutylazin e	Flufenacet	Pendimethalin e	Terbutylazin e
GE2018/0373/1/M/E1/x/0/A/6//20180629	0.13	0.41	0.25	0.002	0.056	0.05
GE2018/0373/2/M/E1/x/O/V/6//20180530	32.78	368.21	43.48	0.362	11.323	10.87
GE2018/0373/3/M/E1/x/O/H/6//20180530	15.69	122.28	32.91	0.138	4.318	4.15
GE2018/0373/4/M/E1/x/2/V/1//20180621	43827.44	106274.05	66174.18	0.362	11.323	10.87
GE2018/0373/5/M/E1/x/2/H/1//20180621	362880.58	639534.61	579798.03	0.138	4.318	4.15
GE2018/0373/6/M/E1/x/2/A/6//20180706	0.93	1.95	2.28	0.005	0.144	0.14
GE2018/0373/7/M/E1/x/2/V/6//20180621	26608.35	64362.51	38338.10	0.362	11.323	10.87
GE2018/0373/8/M/E1/x/2/H/6//20180621	28001.05	74783.93	46115.27	0.138	4.318	4.15
GE2018/0373/9/M/E1/x/2/A/10//20180706	2.93	3.57	5.21	0.005	0.145	0.14
GE2018/0373/10/M/E1/x/2/V/10//20180621	14809.63	34102.36	22323.97	0.362	11.323	10.87
GE2018/0373/11/M/E1/x/2/H/10//20180621	15995.68	35848.50	22322.96	0.138	4.318	4.15
GE2018/0373/12/M/E1/x/2/A/25//20180706	0.63	3.98	1.31	0.005	0.147	0.14
GE2018/0373/13/M/E1/x/2/V/25//20180621	646.68	593.29	967.74	0.362	11.323	10.87
GE2018/0373/14/M/E1/x/2/H/25//20180621	5533.22	1499.14	5475.11	0.138	4.318	4.15
GE2018/0373/15/M/E1/x/2/A/50//20180706	0.84	2.03	2.11	0.005	0.159	0.15
GE2018/0373/16/M/E1/x/2/V/50//20180621	565.59	578.41	865.56	0.362	11.323	10.87
GE2018/0373/17/M/E1/x/2/H/50//20180621	3433.87	4454.13	4342.35	0.138	4.318	4.15
GE2018/0373/18/M/E1/B/2/A/6//20180706	0.68	1.55	1.57	0.005	0.145	0.14
GE2018/0373/19/M/E1/B/2/V/6//20180621	2522.69	2077.78	4411.90	0.362	11.323	10.87
GE2018/0373/20/M/E1/B/2/H/6//20180621	14021.84	15952.38	19410.88	0.138	4.318	4.15
GE2018/0373/21/M/E1/B/2/A/10//20180706	0.46	0.91	1.35	0.005	0.151	0.14
GE2018/0373/22/M/E1/B/2/V/10//20180621	865.72	963.07	1186.43	0.362	11.323	10.87
GE2018/0373/23/M/E1/B/2/H/10//20180621	9907.20	7275.49	13350.52	0.138	4.318	4.15
GE2018/0373/24/M/E1/B/2/A/25//20180706	0.55	1.35	1.43	0.005	0.149	0.14
GE2018/0373/25/M/E1/B/2/V/25//20180621	446.64	704.84	684.67	0.362	11.323	10.87
GE2018/0373/26/M/E1/B/2/H/25//20180621	3931.33	8948.99	7027.79	0.138	4.318	4.15
GE2018/0373/27/M/E1/B/2/A/50//20180706	0.46	2.97	1.14	0.005	0.145	0.14
GE2018/0373/28/M/E1/B/2/V/50//20180621	372.73	2855.04	679.81	0.362	11.323	10.87
GE2018/0373/29/M/E1/B/2/H/50//20180621	2923.84	5163.18	4409.59	0.138	4.318	4.15
GE2018/0373/30/M/E1/x/12/V/1//20180621	4820.85	5208.12	8166.25	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/31/M/E1/x/12/H/1//20180621	10422.89	14166.54	15665.50	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/32/M/E1/x/12/A/6//20180706	0.12	0.68	0.32	0.001	0.029	0.027
GE2018/0373/33/M/E1/x/12/V/6//20180621	2291.22	3912.81	4083.38	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/34/M/E1/x/12/H/6//20180621	2365.09	2924.76	3818.02	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/35/M/E1/x/12/A/6//20180706	0.13	0.49	0.34	0.001	0.037	0.035
GE2018/0373/36/M/E1/x/12/V/10//20180621	1506.78	1698.01	2378.98	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/37/M/E1/x/12/H/10//20180621	1403.15	1356.22	2096.10	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/38/M/E1/x/12/A/25//20180629	0.11	0.37	0.31	0.001	0.029	0.028
GE2018/0373/39/M/E1/x/12/V/25//20180621	566.71	1044.78	1014.73	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/40/M/E1/x/12/H/25//20180621	595.90	885.70	878.75	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/41/M/E1/x/12/A/50//20180629	0.12	0.23	0.32	0.001	0.031	0.030
GE2018/0373/42/M/E1/x/12/V/50//20180621	450.49	1132.97	792.67	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/43/M/E1/x/12/H/50//20180621	532.88	844.19	797.85	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/44/M/E1/B/12/A/6//20180706	0.12	0.42	0.28	0.001	0.029	0.027
GE2018/0373/45/M/E1/B/12/V/6//20180621	2976.36	2564.41	4854.06	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/46/M/E1/B/12/H/6//20180621	1516.48	1142.87	2169.47	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/47/M/E1/B/12/A/10//20180706	0.08	3.86	0.18	0.001	0.029	0.028
GE2018/0373/48/M/E1/B/12/V/10//20180621	2352.69	2188.00	4081.90	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/49/M/E1/B/12/H/10//20180621	1529.14	1524.17	2551.74	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/50/M/E1/B/12/A/25//20180629	0.30	0.68	0.65	0.001	0.035	0.034
GE2018/0373/51/M/E1/B/12/V/25//20180621	487.75	860.51	1007.01	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/52/M/E1/B/12/H/25//20180621	551.31	781.21	941.31	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/53/M/E1/B/12/A/50//20180629	0.13	0.28	0.32	0.001	0.029	0.028
GE2018/0373/54/M/E1/B/12/V/50//20180621	202.97	676.18	397.71	0.362	11.323	10.870

GE2018/0373/55/M/E1/B/12/H/50//20180621	274.33	640.64	477.03	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/56/M/E1/x/24/V/1//20180621	1077.41	9019.06	7008.17	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/57/M/E1/x/24/H/1//20180621	2481.64	9463.16	7455.62	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/58/M/E1/x/24/A/6//20180706	0.16	13.06	0.32	0.001	0.023	0.022
GE2018/0373/59/M/E1/x/24/V/6//20180621	700.36	502.76	4407.81	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/60/M/E1/x/24/H/6//20180621	474.09	1448.67	2130.78	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/61/M/E1/x/24/A/10//20180706	0.45	8.06	0.93	0.001	0.023	0.022
GE2018/0373/62/M/E1/x/24/V/10//20180608	783.50	2086.78	4982.42	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/63/M/E1/x/24/H/10//20180608	559.16	2256.37	2397.89	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/64/M/E1/x/24/A/25//20180706	0.14	10.25	0.29	0.001	0.023	0.022
GE2018/0373/65/M/E1/x/24/V/25//20180608	511.27	758.54	2872.34	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/66/M/E1/x/24/H/25//20180608	277.16	571.65	1517.62	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/67/M/E1/x/24/A/50//20180629	0.11	3.35	0.26	0.001	0.022	0.021
GE2018/0373/68/M/E1/x/24/V/50//20180608	364.79	106.39	2214.53	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/69/M/E1/x/24/H/50//20180608	192.33	551.71	771.86	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/70/M/E1/B/24/A/6//20180706	0.14	7.30	0.40	0.001	0.023	0.022
GE2018/0373/71/M/E1/B/24/V/6//20180621	1195.79	43233.85	6335.57	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/72/M/E1/B/24/H/6//20180621	712.46	9408.23	2961.54	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/73/M/E1/B/24/A/10//20180706	0.11	14.57	0.27	0.001	0.023	0.022
GE2018/0373/74/M/E1/B/24/V/10//20180621	747.55	30128.03	4218.73	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/75/M/E1/B/24/H/10//20180621	653.76	12840.16	3175.46	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/76/M/E1/B/24/A/25//20180706	0.11	14.03	0.28	0.001	0.024	0.023
GE2018/0373/77/M/E1/B/24/V/25//20180530	407.76	12825.38	2485.25	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/78/M/E1/B/24/H/25//20180530	316.18	7561.05	1811.94	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/79/M/E1/B/24/A/50//20180629	0.14	13.06	0.25	0.001	0.023	0.022
GE2018/0373/80/M/E1/B/24/V/50//20180530	171.93	3219.99	966.64	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/81/M/E1/B/24/H/50//20180530	167.69	3549.26	739.99	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/82/M/E1/x/48/V/1//20180621	1059.92	5572.77	3331.36	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/83/M/E1/x/48/H/1//20180621	4125.04	3932.87	5347.95	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/84/M/E1/x/48/A/16//20180706	0.07	7.82	0.12	0.0004	0.012	0.011
GE2018/0373/85/M/E1/x/48/V/6//20180621	427.11	2426.50	1678.86	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/86/M/E1/x/48/H/6//20180621	851.42	1324.48	1907.15	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/87/M/E1/x/48/A/10//20180706	0.05	10.69	0.10	0.0004	0.012	0.011
GE2018/0373/88/M/E1/x/48/V/10//20180530	448.84	2285.63	1601.12	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/89/M/E1/x/48/H/10//20180530	528.80	1058.49	1326.67	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/90/M/E1/x/48/A/25//20180629	0.07	8.11	0.14	0.0004	0.012	0.011
GE2018/0373/91/M/E1/x/48/V/25//20180530	198.23	858.59	596.49	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/92/M/E1/x/48/H/25//20180530	305.40	541.92	714.76	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/93/M/E1/x/48/A/50//20180629	0.09	3.87	0.20	0.0004	0.012	0.011
GE2018/0373/94/M/E1/x/48/V/50//20180530	218.63	1201.83	684.02	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/95/M/E1/x/48/H/50//20180530	189.41	470.38	530.04	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/96/M/E1/x/48/A/6//20180706	0.07	28.68	0.12	0.0004	0.012	0.011
GE2018/0373/97/M/E1/B/48/V/6//20180530	1440.11	9055.10	4266.28	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/98/M/E1/B/48/H/6//20180530	1156.98	2385.07	2236.02	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/99/M/E1/B/48/A/10//20180629	0.06	10.53	0.12	0.0004	0.012	0.011
GE2018/0373/100/M/E1/B/48/V/10//20180530	935.00	7072.01	3379.60	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/101/M/E1/B/48/H/10//20180530	800.78	1036.32	1913.60	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/102/M/E1/B/48/A/25//20180629	0.10	9.51	0.22	0.000	0.012	0.012
GE2018/0373/103/M/E1/B/48/V/25//20180530	355.93	4282.55	1428.76	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/104/M/E1/B/48/H/25//20180530	385.03	1059.50	1092.57	0.138	4.318	4.146
GE2018/0373/105/M/E1/B/48/A/50//20180629	0.05	8.64	0.08	0.0004	0.011	0.011
GE2018/0373/106/M/E1/B/48/V/50//20180530	216.51	2837.88	906.33	0.362	11.323	10.870
GE2018/0373/107/M/E1/B/48/H/50//20180530	245.00	559.14	566.80	0.138	4.318	4.146

ANNEXE 5 : Résultats F_E2

Code échantillon	Concentration (ng/m ² ou ng/m ³)			LOQ (ng/m ² ou ng/m ³)		
	Epoxyconazole	Pirimicarbe	Pyraclostrobin e	Epoxyconazole	Pirimicarbe	Pyraclostrobin e
GE2018/0582/1/F/E2/x/0/A/6//20180718	< LOD	< LOD	< LOD	0.010	0.010	0.002
GE2018/0582/2/F/E2/x/0/V/6//20180629	33.38	< LOD	12.53	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/3/F/E2/x/0/H/6//20180636	20.84	< LOD	5.86	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/4/F/E2/x/2/V/1//20180706	5160.50	1012.89	9205.08	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/5/F/E2/x/2/H/1//20180706	41730.65	17820.51	51139.26	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/6/F/E2/x/2/A/16//20180718	< LOD	1.28	0.02	0.032	0.032	0.008
GE2018/0582/7/F/E2/x/2/V/6//20180706	75.42	1727.19	37.03	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/8/F/E2/x/2/H/6//20180706	78.66	1409.68	63.36	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/9/F/E2/x/2/A/10//20180718	< LOD	< LOD	< LOD	0.031	0.031	0.007
GE2018/0582/10/F/E2/x/2/V/10//20180706	75.72	2459.26	23.55	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/11/F/E2/x/2/H/10//20180706	41.71	609.22	32.83	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/12/F/E2/x/2/A/25//20180718	< LOD	0.21	< LOD	0.031	0.031	0.007
GE2018/0582/13/F/E2/x/2/V/25//20180706	27.26	676.26	15.92	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/14/F/E2/x/2/H/25//20180706	89.22	1104.84	68.09	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/15/F/E2/x/2/A/50//20180718	< LOD	< LOD	< LOD	0.032	0.032	0.008
GE2018/0582/16/F/E2/x/2/V/50//20180706	29.47	1249.69	11.73	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/17/F/E2/x/2/H/50//20180706	98.70	669.31	64.15	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/19/F/E2/B/2/V/6//20180706	153.52	5689.18	18.40	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/20/F/E2/B/2/H/6//20180706	87.14	2273.72	63.52	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/21/F/E2/B/2/A/10//20180718	< LOD	0.55	< LOD	0.032	0.032	0.008
GE2018/0582/22/F/E2/B/2/V/10//20180706	60.87	4397.88	12.29	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/23/F/E2/B/2/H/10//20180706	75.23	2024.09	52.67	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/24/F/E2/B/2/A/25//20180718	< LOD	< LOD	< LOD	0.032	0.032	0.008
GE2018/0582/25/F/E2/B/2/V/25//20180706	45.93	1982.92	12.55	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/26/F/E2/B/2/H/25//20180706	69.72	933.32	36.40	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/27/F/E2/B/2/A/50//20180718	< LOD	< LOD	< LOD	0.029	0.029	0.007
GE2018/0582/28/F/E2/B/2/V/50//20180706	72.93	1240.51	11.35	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/29/F/E2/B/2/H/50//20180706	95.31	686.68	44.97	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/30/F/E2/x/12/V/1//20180706	2348.87	1201.18	79.11	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/31/F/E2/x/12/H/1//20180706	1527.77	168.87	369.90	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/32/F/E2/x/12/A/6//20180718	0.15	9.68	0.01	0.006	0.006	0.002
GE2018/0582/33/F/E2/x/12/V/6//20180706	1424.00	962.37	62.60	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/34/F/E2/x/12/H/6//20180706	643.55	1038.12	99.73	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/35/F/E2/x/12/A/10//20180718	< LOD	0.94	< LOD	0.006	0.006	0.002
GE2018/0582/36/F/E2/x/12/V/10//20180706	729.02	516.98	24.20	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/37/F/E2/x/12/H/10//20180706	372.27	754.55	40.92	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/38/F/E2/x/12/A/25//20180718	< LOD	< LOD	< LOD	0.006	0.006	0.002
GE2018/0582/39/F/E2/x/12/V/25//20180706	483.68	331.25	20.66	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/40/F/E2/x/12/H/25//20180706	380.94	521.91	63.76	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/41/F/E2/x/12/A/50//20180718	< LOD	< LOD	< LOD	0.007	0.007	0.002
GE2018/0582/42/F/E2/x/12/V/50//20180629	410.53	196.76	22.67	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/43/F/E2/x/12/H/50//20180629	251.08	295.91	42.51	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/44/F/E2/B/12/A/6//20180718	< LOD	< LOD	< LOD	0.007	0.007	0.002
GE2018/0582/45/F/E2/B/12/V/6//20180706	1419.57	1026.90	47.14	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/46/F/E2/B/12/H/6//20180706	563.83	950.76	82.22	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/47/F/E2/B/12/A/10//20180718	< LOD	0.18	< LOD	0.007	0.007	0.002
GE2018/0582/48/F/E2/B/12/V/10//20180706	1165.13	814.24	39.91	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/49/F/E2/B/12/H/10//20180706	488.03	1002.94	67.08	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/51/F/E2/B/12/V/25//20180629	790.59	558.17	32.54	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/52/F/E2/B/12/H/25//20180629	315.11	768.84	43.40	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/53/F/E2/B/12/A/50//20180718	< LOD	< LOD	< LOD	0.006	0.006	0.002
GE2018/0582/54/F/E2/B/12/V/50//20180629	522.97	351.45	25.90	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/55/F/E2/B/12/H/50//20180629	272.62	511.65	34.90	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/56/F/E2/x/24/V/1//20180706	333.99	1793.93	23.89	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/57/F/E2/x/24/H/1//20180706	2680.48	2806.65	1640.75	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/58/F/E2/x/24/A/6//20180718	< LOD	0.06	< LOD	0.005	0.005	0.001
GE2018/0582/59/F/E2/x/24/V/6//20180629	247.70	1181.30	23.27	2.434	2.434	0.584

GE2018/0582/60/F/E2/x/24/H/6//20180629	200.73	978.03	57.40	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/61/F/E2/x/24/A/10//20180718	< LOD	< LOD	0.01	0.005	0.005	0.001
GE2018/0582/62/F/E2/x/24/V/10//20180629	207.24	882.56	23.18	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/63/F/E2/x/24/H/10//20180629	187.95	564.06	43.20	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/64/F/E2/x/24/A/25//20180718	< LOD	0.11	< LOD	0.005	0.005	0.001
GE2018/0582/65/F/E2/x/24/V/25//20180629	162.39	526.18	20.35	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/66/F/E2/x/24/H/25//20180629	121.09	357.73	31.76	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/67/F/E2/x/24/A/50//20180718	< LOD	< LOD	< LOD	0.005	0.005	0.001
GE2018/0582/68/F/E2/x/24/V/50//20180629	135.36	247.21	22.37	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/69/F/E2/x/24/H/50//20180629	111.33	186.46	41.09	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/70/F/E2/B/24/A/6//20180718	< LOD	< LOD	0.03	0.005	0.005	0.001
GE2018/0582/71/F/E2/B/24/V/6//20180624	226.82	1386.63	19.22	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/72/F/E2/B/24/H/6//20180629	170.00	1223.03	53.84	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/73/F/E2/B/24/A/10//20180718	0.03	0.32	< LOD	0.005	0.005	0.001
GE2018/0582/74/F/E2/B/24/V/10//20180629	183.58	1068.70	14.94	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/75/F/E2/B/24/H/10//20180629	121.73	639.53	41.37	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/77/F/E2/B/25/V/25//20180629	223.44	583.57	45.35	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/78/F/E2/B/24/H/25//20180629	124.35	379.23	47.77	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/79/F/E2/B/24/A/50//20180718	< LOD	< LOD	< LOD	0.005	0.005	0.001
GE2018/0582/80/F/E2/B/24/V/5//20180622	160.39	346.94	35.07	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/81/F/E2/B/24/H/50//20180629	112.30	244.00	49.28	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/82/F/E2/x/48/V/1//20180706	588.53	1109.04	27.11	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/83/F/E2/x/48/H/1//20180706	797.01	1055.16	443.04	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/84/F/E2/x/48/A/16//20180718	0.02	1.14	< LOD	0.0028	0.003	0.001
GE2018/0582/85/F/E2/x/48/V/6//20180630	423.38	581.54	24.98	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/86/F/E2/x/48/H/6//20180633	278.52	463.18	83.99	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/87/F/E2/x/48/A/10//20180718	< LOD	0.10	< LOD	0.0027	0.003	0.001
GE2018/0582/88/F/E2/x/48/V/10//20180629	324.42	426.03	25.85	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/89/F/E2/x/48/H/10//20180629	175.48	237.40	55.90	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/90/F/E2/x/48/A/25//20180718	< LOD	0.01	< LOD	0.0026	0.003	0.001
GE2018/0582/91/F/E2/x/48/V/25//20180632	256.08	239.19	25.48	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/92/F/E2/x/48/H/25//20180635	154.97	155.02	48.66	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/93/F/E2/x/48/A/50//20180718	< LOD	<LOQ, >LOD (0.0017)	< LOD	0.0028	0.003	0.001
GE2018/0582/94/F/E2/x/48/V/50//20180631	222.74	130.38	21.71	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/95/F/E2/x/48/H/50//20180634	126.47	74.16	29.56	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/96/F/E2/B/48/A/6//20180706	< LOD	0.01	< LOD	0.0028	0.003	0.001
GE2018/0582/97/F/E2/B/48/V/6//20180621	436.51	794.45	49.16	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/98/F/E2/B/48/H/6//20180628	190.89	435.53	59.50	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/99/F/E2/B/48/A/10//20180718	< LOD	0.06	< LOD	0.0027	0.003	0.001
GE2018/0582/100/F/E2/B/48/V/10//20180629	344.22	548.04	27.93	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/101/F/E2/B/48/H/10//20180629	171.65	294.17	54.17	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/103/F/E2/B/48/V/25//20180625	258.01	340.37	24.94	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/104/F/E2/B/48/V/25//20180626	156.33	242.58	41.56	0.928	0.928	0.223
GE2018/0582/105/F/E2/B/48/A/50//20180718	< LOD	<LOQ, >LOD (0.00135)	< LOD	0.0027	0.003	0.001
GE2018/0582/106/F/E2/B/48/V/50//20180623	153.49	102.12	15.99	2.434	2.434	0.584
GE2018/0582/107/F/E2/B/48/H/50//20180627	125.52	138.85	28.58	0.928	0.928	0.223

LOD = LOQ/2

ANNEXE 6 : Résultats P_E3

Code échantillon	Concentration (ng/m ² ou ng/m ³)		LOQ (ng/m ² ou ng/m ³)	
	Pirimicarbe	Pyraclostrobine	Pirimicarbe	Pyraclostrobine
GE2/2018/0752/1/P/E3/x/0/A/6//20180820	<LOQ (0.0013)	<LOD	0.003	0.004
GE2/2018/0752/2/P/E3/x/0/V/620180820	13.292	<LOD	0.514	0.879
GE2/2018/0752/3/P/E3/x/0/H/620180820	0.577	<LOD	0.196	0.335
GE2/2018/0752/4/P/E3/x/2/V/120180726	167216.47	138054.72	0.514	0.879
GE2/2018/0752/5/P/E3/x/2/H/120180726	99387.17	149168.56	0.196	0.335
GE2/2018/0752/6/P/E3/x/2/A/620180820	101.124	<LOQ (0.0079)	0.006	0.011
GE2/2018/0752/7/P/E3/x/2/V/620180726	63858.42	27906.36	0.514	0.879
GE2/2018/0752/8/P/E3/x/2/H/620180726	42882.73	16020.20	0.196	0.335
GE2/2018/0752/9/P/E3/x/2/A/1020180820	2.037	<LOD	0.007	0.011
GE2/2018/0752/10/P/E3/x/2/V/1020180820	55914.27	2995.235	0.514	0.879
GE2/2018/0752/11/P/E3/x/2/H/1020180820	34397.93	15060.15	0.196	0.335
GE2/2018/0752/12/P/E3/x/2/A/2520180820	0.097	<LOD	0.007	0.011
GE2/2018/0752/13/P/E3/x/2/V/2520180820	33271.33	1928.746	0.514	0.879
GE2/2018/0752/14/P/E3/x/2/H/2520180820	16544.25	2456.715	0.196	0.335
GE2/2018/0752/15/P/E3/x/2/A/5020180802	0.067	<LOD	0.007	0.011
GE2/2018/0752/16/P/E3/x/2/V/5020180820	13180.13	973.843	0.514	0.879
GE2/2018/0752/17/P/E3/x/2/H/5020180820	7291.02	568.980	0.196	0.335
GE2/2018/0752/18/P/E3/B/2/A/620180820	14.027	<LOD	0.007	0.011
GE2/2018/0752/19/P/E3/B/2/V/620180820	41868.60	1065.556	0.514	0.879
GE2/2018/0752/20/P/E3/B/2/H/620180820	14577.82	1204.731	0.196	0.335
GE2/2018/0752/21/P/E3/B/2/A/1020180820	0.034	<LOD	0.007	0.012
GE2/2018/0752/22/P/E3/B/2/V/1020180820	23685.16	366.040	0.514	0.879
GE2/2018/0752/23/P/E3/B/2/H/1020180820	9054.16	814.127	0.196	0.335
GE2/2018/0752/24/P/E3/B/2/A/2520180820	1.720	0.03	0.007	0.011
GE2/2018/0752/25/P/E3/B/2/V/2520180820	7920.927	55.071	0.514	0.879
GE2/2018/0752/26/P/E3/B/2/H/2520180820	7831.80	57.928	0.196	0.335
GE2/2018/0752/27/P/E3/B/2/A/5020180802	<LOQ	0.04	0.006	0.011
GE2/2018/0752/28/P/E3/B/2/V/5020180820	7051.586	76.920	0.514	0.879
GE2/2018/0752/29/P/E3/B/2/H/5020180820	3922.100	90.207	0.196	0.335
GE2/2018/0752/30/P/E3/x/12/V/120180820	2747.877	174.392	0.514	0.879
GE2/2018/0752/31/P/E3/x/12/H/120180820	9515.282	596.514	0.196	0.335
GE2/2018/0752/32/P/E3/x/12/A/620180820	55.926	<LOD	0.001	0.002
GE2/2018/0752/33/P/E3/x/12/V/620180820	3327.078	205.979	0.514	0.879
GE2/2018/0752/34/P/E3/x/12/H/620180820	8415.93	209.591	0.196	0.335
GE2/2018/0752/35/P/E3/x/12/A/1020180820	0.198	<LOD	0.001	0.002
GE2/2018/0752/36/P/E3/x/12/V/1020180820	<LOQ	106.478	0.514	0.879
GE2/2018/0752/37/P/E3/x/12/H/1020180820	5443.87	128.412	0.196	0.335
GE2/2018/0752/38/P/E3/x/12/A/2520180820	0.103	<LOD	0.001	0.002
GE2/2018/0752/39/P/E3/x/12/V/2520180820	2169.254	56.054	0.514	0.879
GE2/2018/0752/40/P/E3/x/12/H/2520180820	3091.067	120.649	0.196	0.335
GE2/2018/0752/41/P/E3/x/12/A/5020180802	0.006	<LOD	0.001	0.002
GE2/2018/0752/42/P/E3/x/12/V/5020180820	1204.353	46.030	0.514	0.879
GE2/2018/0752/43/P/E3/x/12/H/5020180820	1133.136	72.536	0.196	0.335
GE2/2018/0752/44/P/E3/B/12/A/620180820	0.009	<LOD	0.001	0.002
GE2/2018/0752/45/P/E3/B/12/V/620180820	2533.853	75.983	0.514	0.879
GE2/2018/0752/46/P/E3/B/12/H/620180820	5607.91	193.673	0.196	0.335
GE2/2018/0752/47/P/E3/B/12/A/1020180820	0.332	<LOD	0.001	0.002
GE2/2018/0752/48/P/E3/B/12/V/1020180820	2273.011	59.546	0.514	0.879
GE2/2018/0752/49/P/E3/B/12/H/1020180820	3708.445	190.344	0.196	0.335
GE2/2018/0752/50/P/E3/B/12/A/2520180820	0.022	<LOD	0.001	0.002
GE2/2018/0752/51/P/E3/B/12/V/2520180820	1616.423	52.531	0.514	0.879
GE2/2018/0752/52/P/E3/B/12/H/2520180820	3141.266	95.303	0.196	0.335
GE2/2018/0752/53/P/E3/B/12/A/5020180802	<LOQ	<LOD	0.001	0.002
GE2/2018/0752/54/P/E3/B/12/V/5020180820	965.772	30.317	0.514	0.879

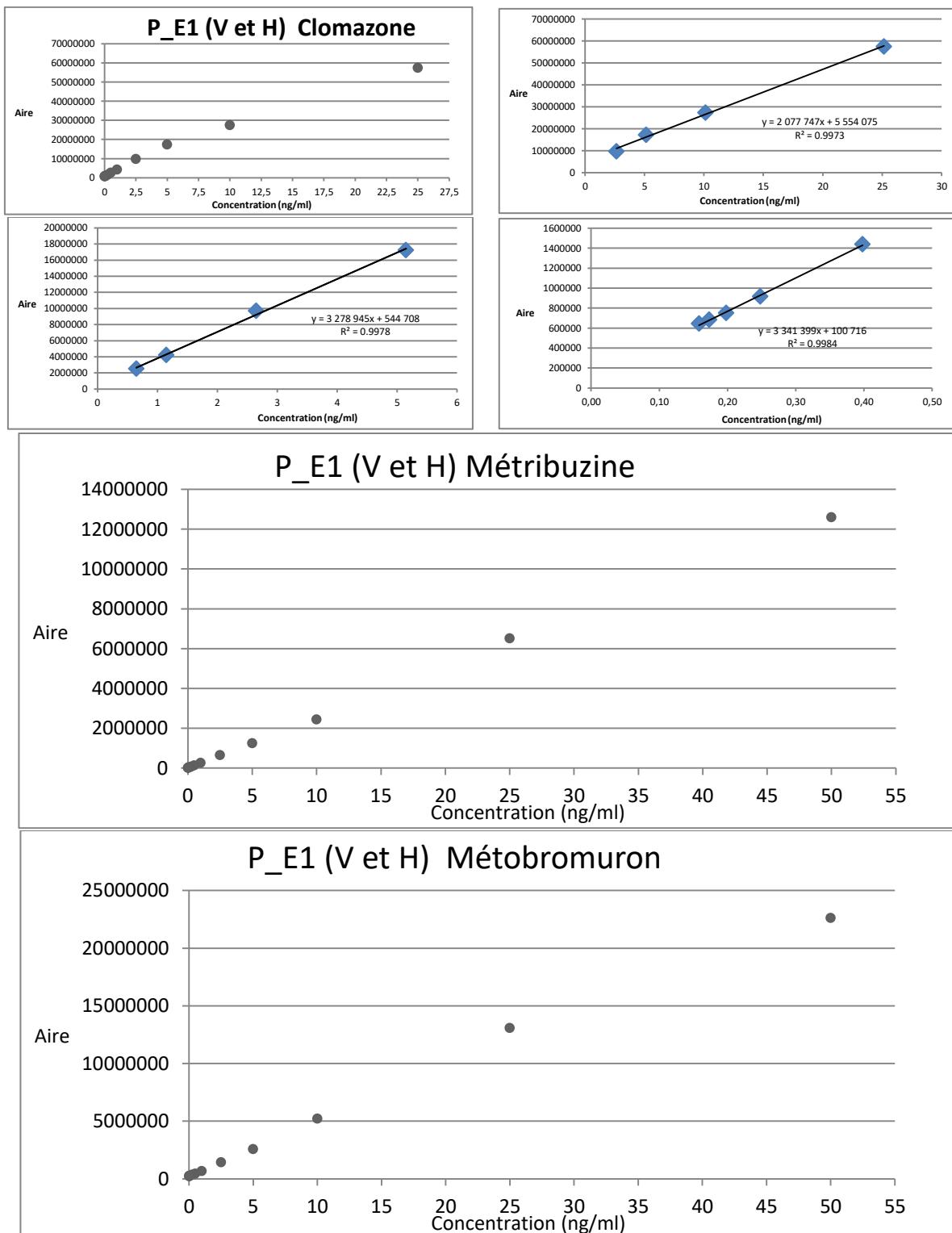
GE2/2018/0752/55/P/E3/B/12/H/5020180820	2096.158	48.946	0.196	0.335
GE2/2018/0752/56/P/E3/x/24/V/120180802	6335.610	30.336	0.514	0.879
GE2/2018/0752/57/P/E3/x/24/H/120180802	11341.173	518.502	0.196	0.335
GE2/2018/0752/58/P/E3/x/24/A/620180820	3.903	<LOD	0.001	0.002
GE2/2018/0752/59/P/E3/x/24/V/620180802	4393.918	16.144	0.514	0.879
GE2/2018/0752/60/P/E3/x/24/H/620180802	3962.412	31.679	0.196	0.335
GE2/2018/0752/61/P/E3/x/24/A/1020180820	0.017	<LOD	0.001	0.002
GE2/2018/0752/62/P/E3/x/24/V/1020180802	3819.702	16.482	0.514	0.879
GE2/2018/0752/63/P/E3/x/24/H/1020180802	2941.233	15.901	0.196	0.335
GE2/2018/0752/64/P/E3/x/24/A/2520180820	0.061	<LOD	0.001	0.002
GE2/2018/0752/65/P/E3/x/24/V/2520180726	1790.411	11.751	0.514	0.879
GE2/2018/0752/66/P/E3/x/24/H/2520180726	1558.943	19.762	0.196	0.335
GE2/2018/0752/67/P/E3/x/24/A/5020180802	0.007	<LOD	0.001	0.002
GE2/2018/0752/68/P/E3/x/24/V/5020180726	707.387	14.089	0.514	0.879
GE2/2018/0752/69/P/E3/x/24/H/5020180726	946.100	15.231	0.196	0.335
GE2/2018/0752/70/P/E3/B/24/A/620180820	1.181	<LOD	0.001	0.002
GE2/2018/0752/71/P/E3/B/24/V/620180802	4366.512	10.735	0.514	0.879
GE2/2018/0752/72/P/E3/B/24/H/620180802	2836.620	16.427	0.196	0.335
GE2/2018/0752/73/P/E3/B/24/A/1020180820	0.019	<LOD	0.001	0.002
GE2/2018/0752/74/P/E3/B/24/V/1020180802	3204.402	14.011	0.514	0.879
GE2/2018/0752/75/P/E3/B/24/H/1020180802	1938.186	22.954	0.196	0.335
GE2/2018/0752/76/P/E3/B/24/A/2520180820	0.002	<LOD	0.001	0.002
GE2/2018/0752/77/P/E3/B/24/V/2520180802	1904.357	7.289	0.514	0.879
GE2/2018/0752/78/P/E3/B/24/H/2520180802	1254.244	18.622	0.196	0.335
GE2/2018/0752/79/P/E3/B/24/A/5020180820	0.031	<LOD	0.001	0.002
GE2/2018/0752/80/P/E3/B/24/V/5020180726	580.271	29.692	0.514	0.879
GE2/2018/0752/81/P/E3/B/24/H/5020180726	843.858	56.554	0.196	0.335
GE2/2018/0752/82/P/E3/x/48/V/120180820	1138.441	98.095	0.514	0.879
GE2/2018/0752/83/P/E3/x/48/H/120180820	3014.744	1041.586	0.196	0.335
GE2/2018/0752/84/P/E3/x/48/A/620180820	0.018	<LOD	0.0006	0.001
GE2/2018/0752/85/P/E3/x/48/V/620180820	1163.922	106.277	0.514	0.879
GE2/2018/0752/86/P/E3/x/48/H/620180820	1671.448	233.513	0.196	0.335
GE2/2018/0752/87/P/E3/x/48/A/1020180820	0.017	<LOD	0.0006	0.001
GE2/2018/0752/88/P/E3/x/48/V/1020180820	1045.933	107.500	0.514	0.879
GE2/2018/0752/89/P/E3/x/48/H/1020180820	1071.594	161.142	0.196	0.335
GE2/2018/0752/90/P/E3/x/48/A/2520180820	2.896	<LOD	0.0006	0.001
GE2/2018/0752/91/P/E3/x/48/V/2520180820	646.166	40.106	0.514	0.879
GE2/2018/0752/92/P/E3/x/48/H/2520180820	600.302	99.095	0.196	0.335
GE2/2018/0752/93/P/E3/x/48/A/5020180820	0.029	<LOD	0.0006	0.001
GE2/2018/0752/94/P/E3/x/48/V/5020180820	339.408	15.170	0.514	0.879
GE2/2018/0752/95/P/E3/x/48/H/5020180820	347.600	42.024	0.196	0.335
GE2/2018/0752/96/P/E3/B/48/A/620180820	0.066	<LOD	0.0006	0.001
GE2/2018/0752/97/P/E3/B/48/V/620180820	1051.968	21.525	0.514	0.879
GE2/2018/0752/98/P/E3/B/48/H/620180820	1210.230	190.412	0.196	0.335
GE2/2018/0752/99/P/E3/B/48/A/1020180802	0.052	<LOD	0.0006	0.001
GE2/2018/0752/100/P/E3/B/48/V/1020180820	893.594	30.267	0.514	0.879
GE2/2018/0752/101/P/E3/B/48/H/1020180820	836.139	145.089	0.196	0.335
GE2/2018/0752/102/P/E3/B/48/A/2520180802	0.003	<LOD	0.001	0.001
GE2/2018/0752/103/P/E3/B/48/V/2520180820	562.854	15.564	0.514	0.879
GE2/2018/0752/104/P/E3/B/48/H/2520180820	580.678	59.051	0.196	0.335
GE2/2018/0752/105/P/E3/B/48/A/5020180802	0.001	<LOD	0.0006	0.001
GE2/2018/0752/106/P/E3/B/48/V/5020180820	436.506	1.754	0.514	0.879
GE2/2018/0752/107/P/E3/B/48/H/5020180820	394.838	55.682	0.196	0.335

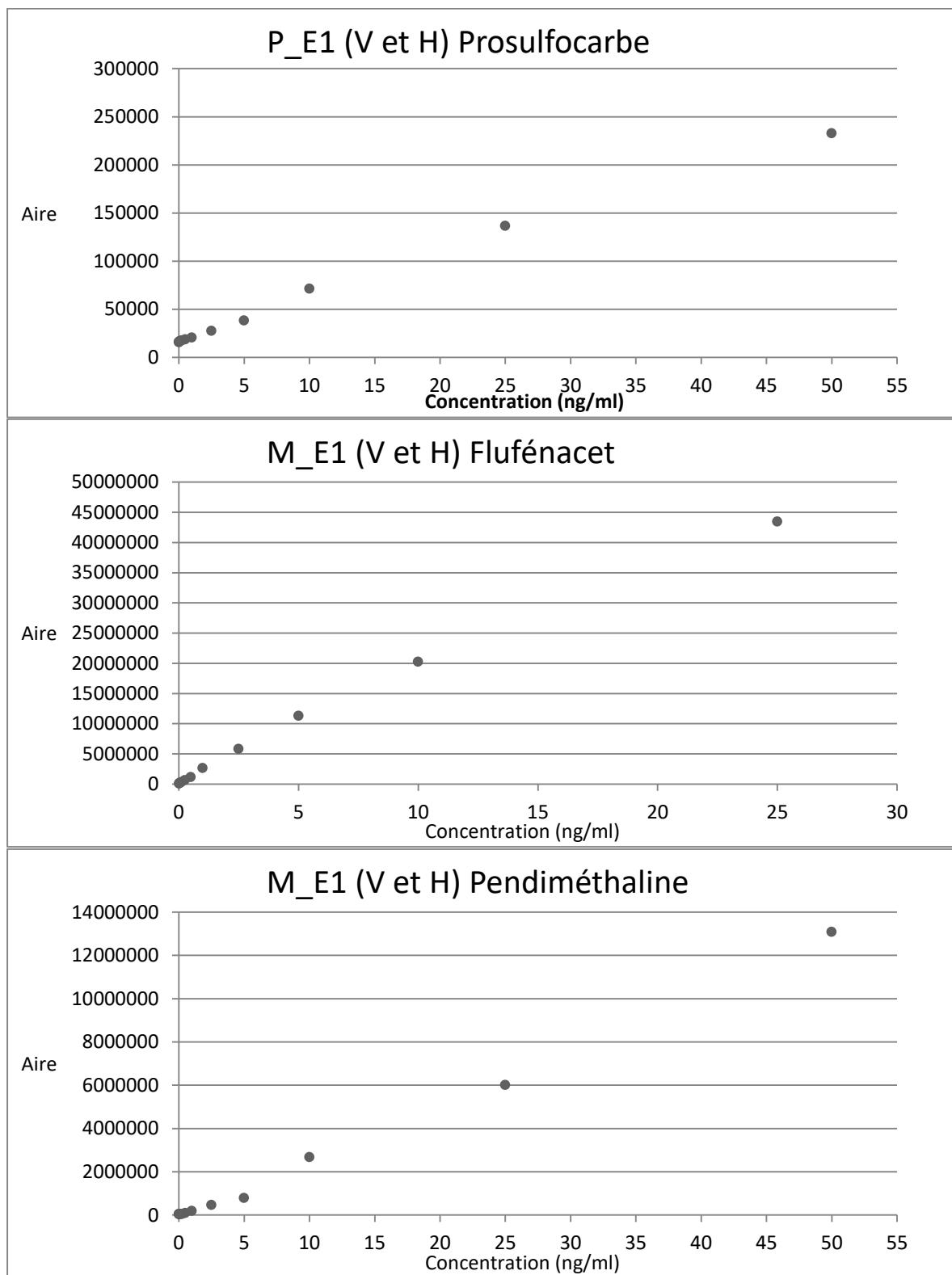
LOD = LOQ/2

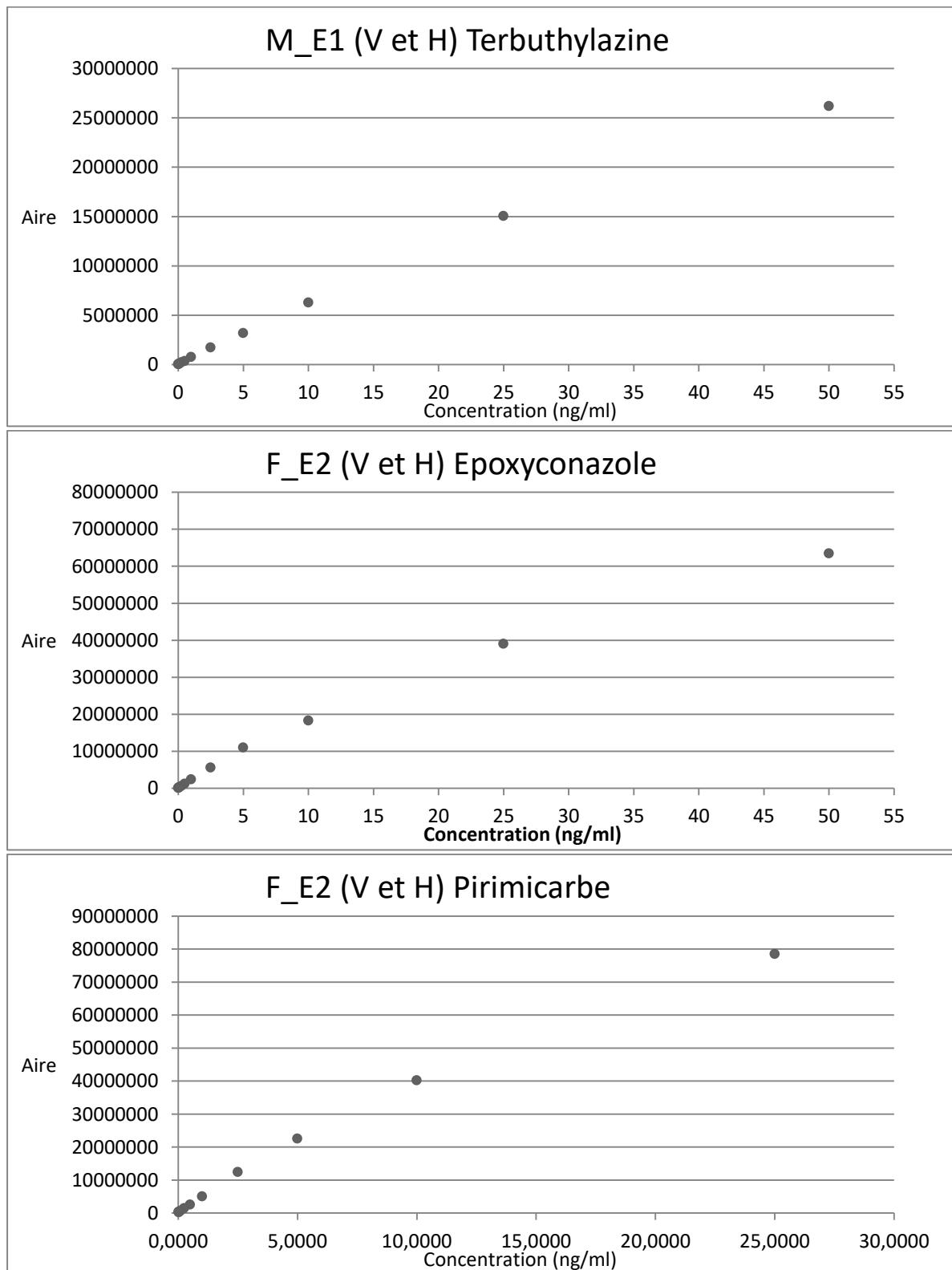
ANNEXE 7 : Exemples de droite d'étalonnage.

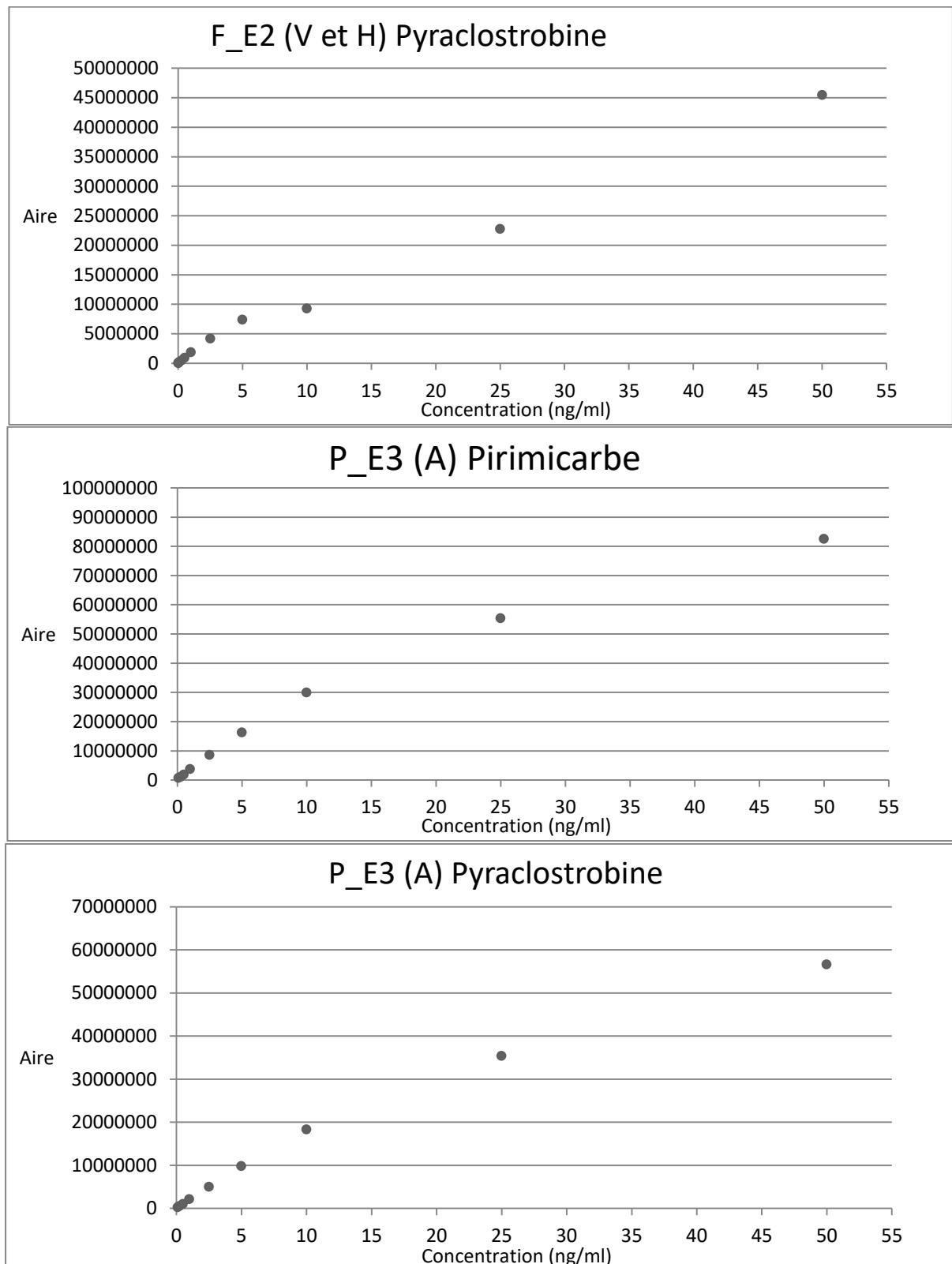
NB : Il s'agit de la gamme complète des concentrations des solutions de référence injectées alors que les échantillons sont calculés avec des portions linéaires, d'au moins 3 points, de la courbe encadrant la concentration de l'échantillon.

Un exemple est donné pour la clomazone.



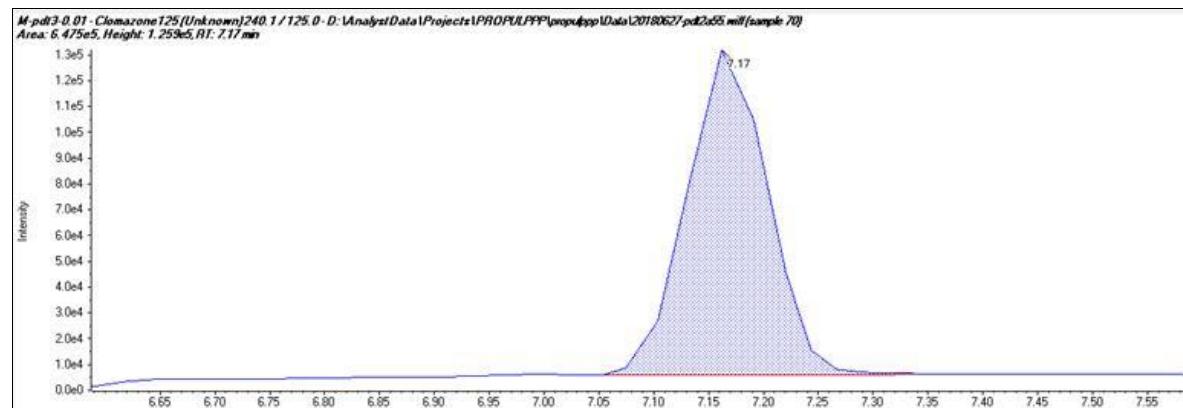




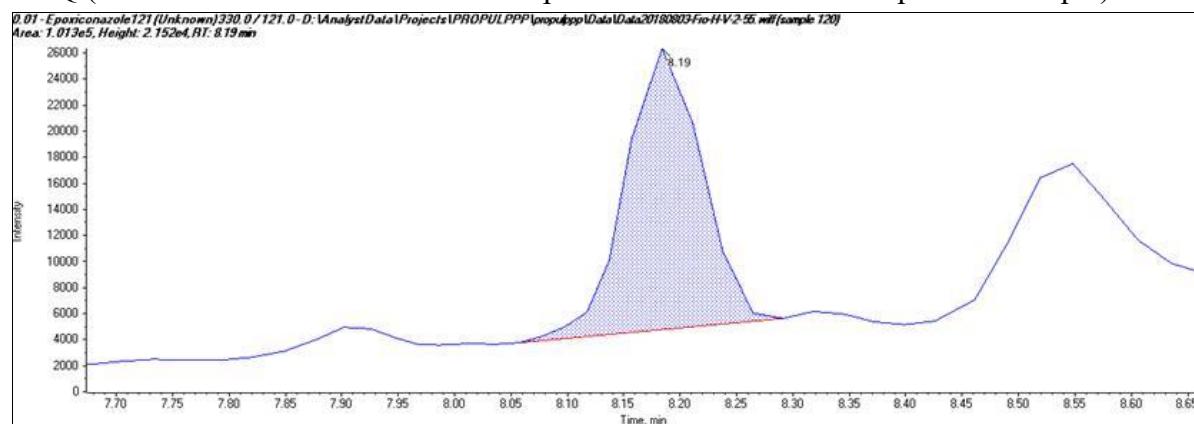


ANNEXE 8 : Chromatogrammes représentatifs

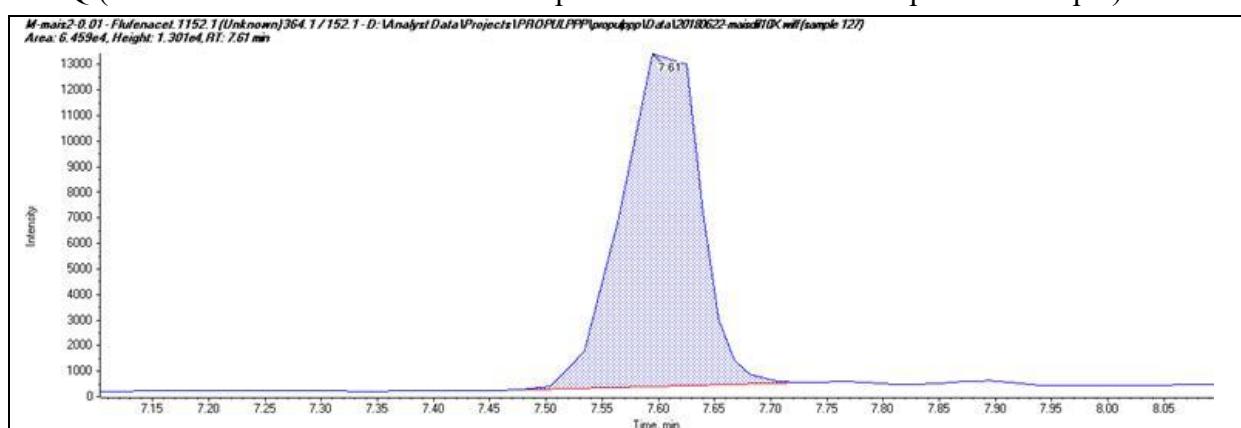
Clomazone – solution en matrice A (P_E1) à 0.16 ng/mL utilisée pour le calcul de la LOQ (la concentration de l'extrait utilisé pour réaliser la solution est prise en compte)



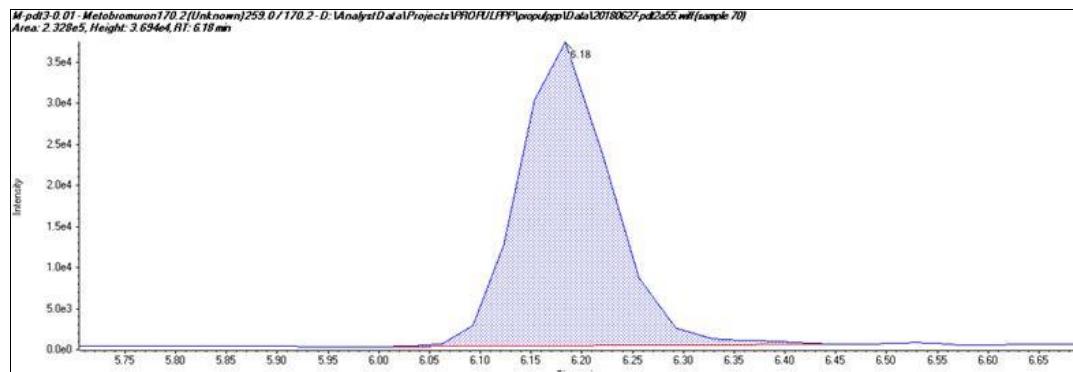
Epoxyconazole – solution en matrice H ou V (F_E2) à 0.04 ng/mL utilisée pour le calcul de la LOQ (la concentration de l'extrait utilisé pour réaliser la solution est prise en compte)



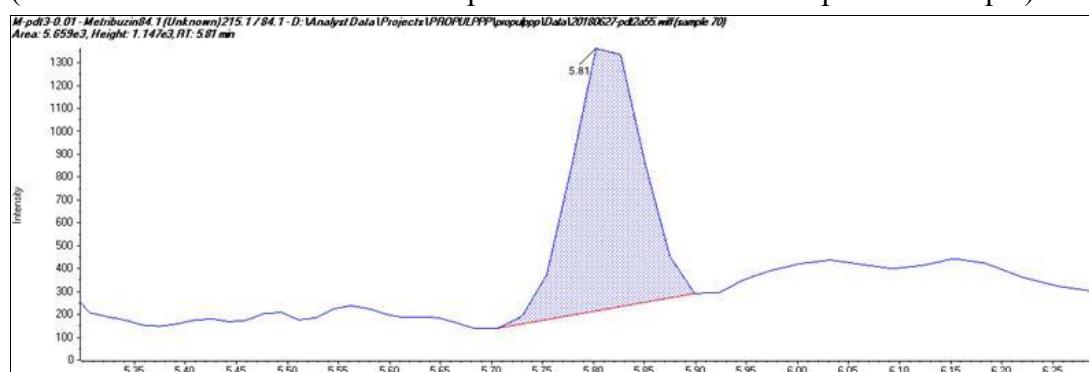
Flufenacet – solution en matrice H ou V (M_E1) à 0.03 ng/mL utilisée pour le calcul de la LOQ (la concentration de l'extrait utilisé pour réaliser la solution est prise en compte)



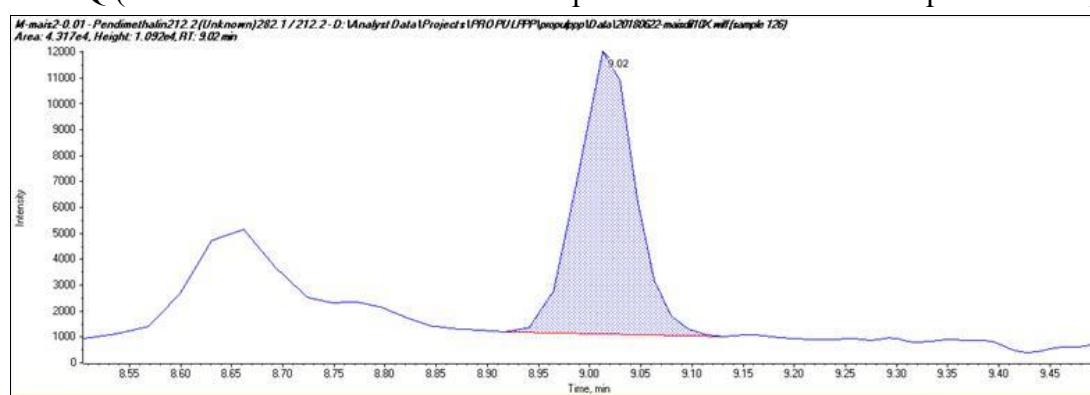
Métabromuron – solution en matrice A (P_E1) à 0.49 ng/mL utilisée pour le calcul de la LOQ (la concentration de l'extrait utilisé pour réaliser la solution est prise en compte)



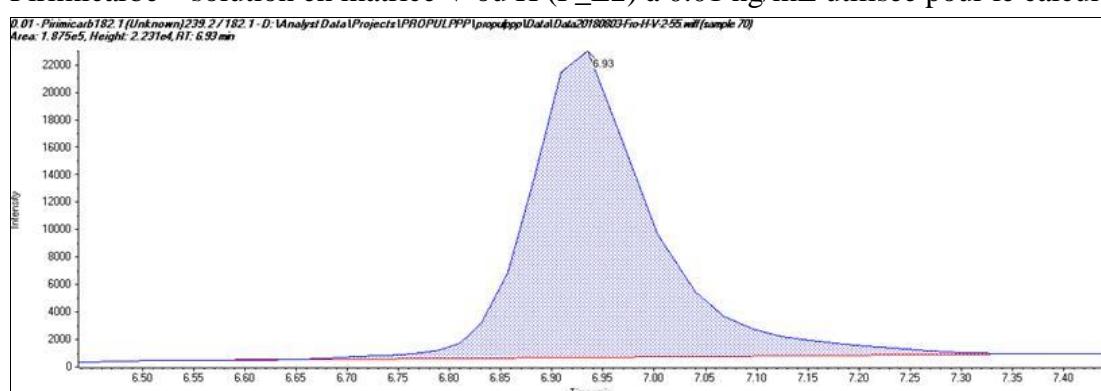
Métribuzine – solution en matrice A (P_E3) à 0.02 ng/mL utilisée pour le calcul de la LOQ (la concentration de l'extrait utilisé pour réaliser la solution est prise en compte)



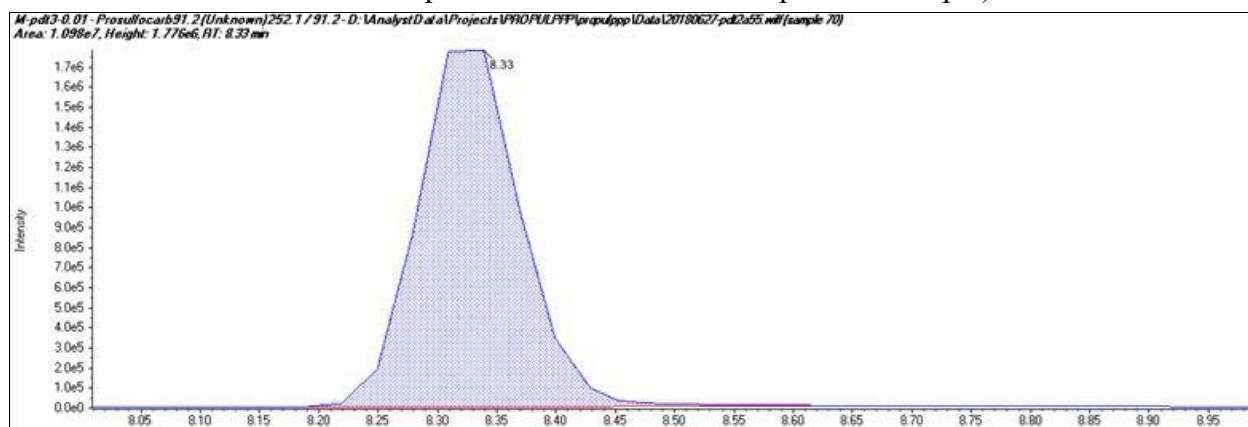
Pendiméthaline – solution en matrice V ou H (M_E1) à 0.27 ng/mL utilisée pour le calcul de la LOQ (la concentration de l'extrait utilisé pour réaliser la solution est prise en compte)



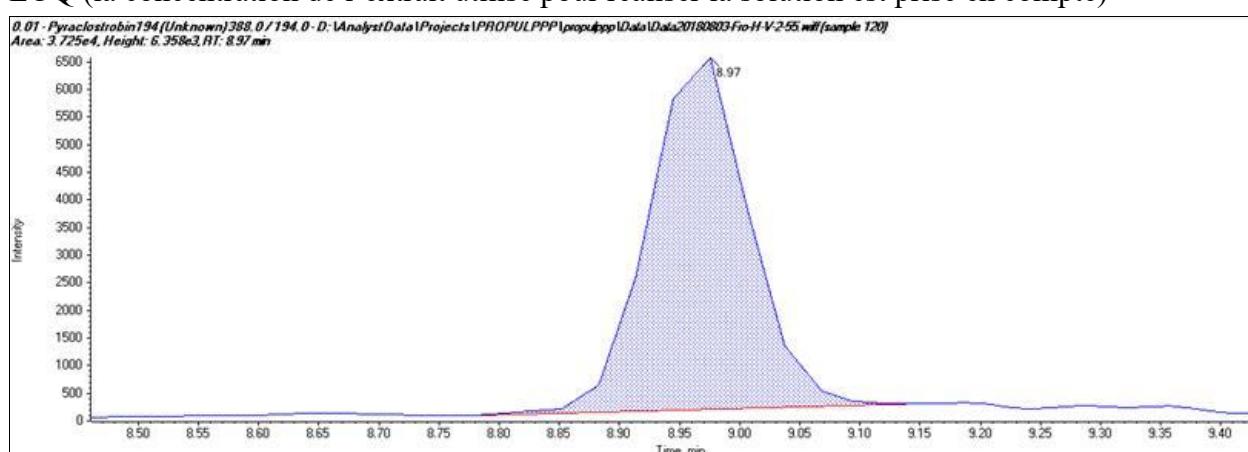
Pirimicarbe – solution en matrice V ou H (F_E2) à 0.01 ng/mL utilisée pour le calcul de la LOQ



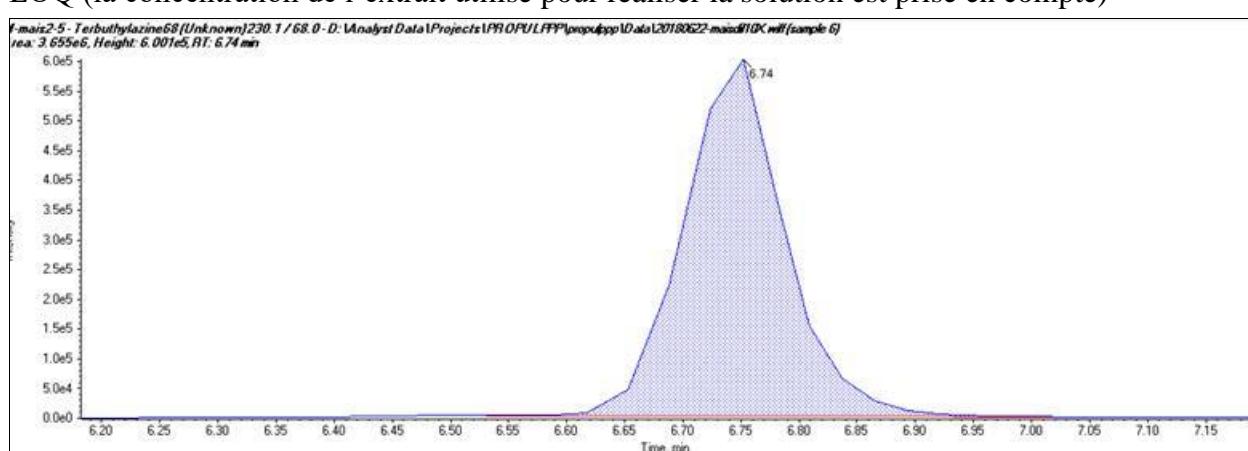
Prosulfocarbe – solution en matrice A (P_E1) à 3 ng/mL utilisée pour le calcul de la LOQ (la concentration de l'extrait utilisé pour réaliser la solution est prise en compte)



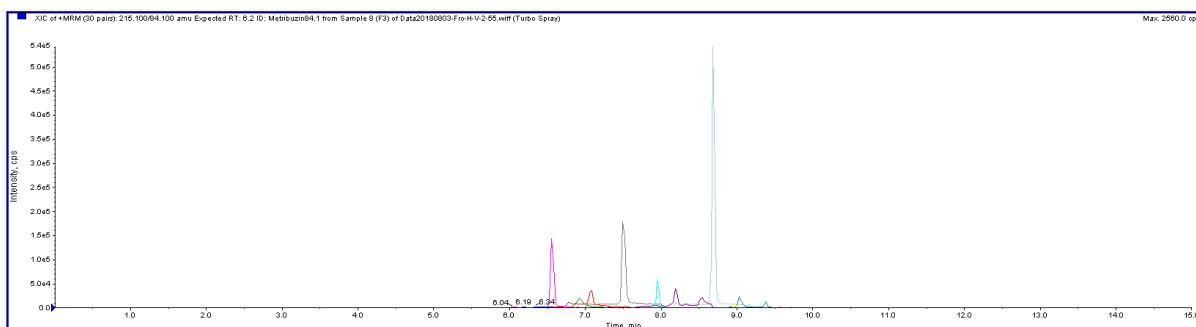
Pyraclostrobine – solution en matrice V ou H (F_E2) à 0.02 ng/mL utilisée pour le calcul de la LOQ (la concentration de l'extrait utilisé pour réaliser la solution est prise en compte)



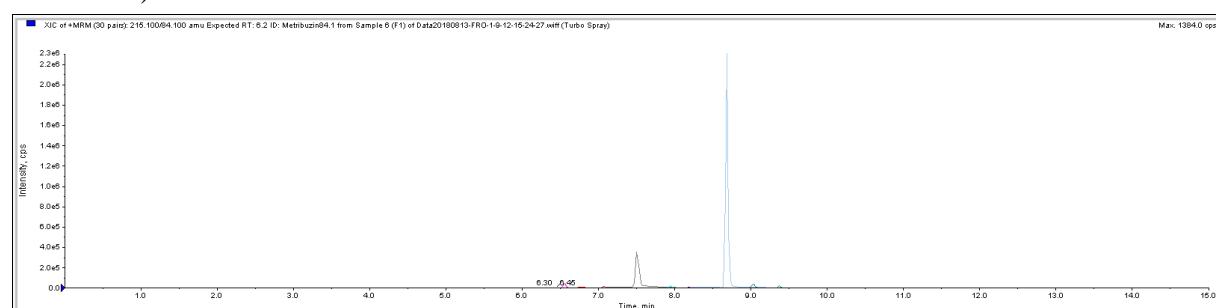
Terbutylazine – solution en matrice V ou H (M_E1) à 0.16 ng/mL utilisée pour le calcul de la LOQ (la concentration de l'extrait utilisé pour réaliser la solution est prise en compte)



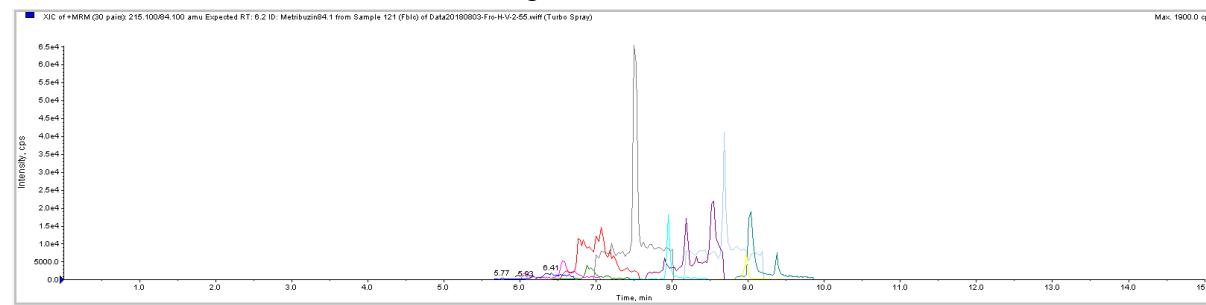
Blanc T0 (H) – solution GE2018/0582/3/F/E2/x/0/H/6//20180636 (extrait dilué 10 x). (Signal max 5.4×10^5)



Blanc T0 (A) – solution GE2018/0582/1/F/E2/x/0/A/6//20180718 (extrait dilué 10 x). (Signal max 2.3×10^6)



Blanc labo – méthanol / eau (10/90). (Signal max 6.5×10^4)



Légende

- █ XIC of +MRM (30 pairs): 215.100/84.100 amu Expected RT: 6.2 ID: Metribuzin84.1 from Sample 8 (F3) of Data20180803-Fro-H-V-2-55.wiff (Turbo Spray)
- █ XIC of +MRM (30 pairs): 230.100/68.000 amu Expected RT: 7.1 ID: Terbutylazine68 from Sample 8 (F3) of Data20180803-Fro-H-V-2-55.wiff (Turbo Spray)
- █ XIC of +MRM (30 pairs): 239.200/182.100 amu Expected RT: 6.9 ID: Pirimicarb182.1 from Sample 8 (F3) of Data20180803-Fro-H-V-2-55.wiff (Turbo Spray)
- █ XIC of +MRM (30 pairs): 240.100/125.000 amu Expected RT: 7.5 ID: Clomazone125 from Sample 8 (F3) of Data20180803-Fro-H-V-2-55.wiff (Turbo Spray)
- █ XIC of +MRM (30 pairs): 252.100/91.200 amu Expected RT: 8.7 ID: Prosulfocarb91.2 from Sample 8 (F3) of Data20180803-Fro-H-V-2-55.wiff (Turbo Spray)
- █ XIC of +MRM (30 pairs): 259.000/170.200 amu Expected RT: 6.5 ID: Metobromuron170.2 from Sample 8 (F3) of Data20180803-Fro-H-V-2-55.wiff (Turbo Spray)
- █ XIC of +MRM (30 pairs): 282.100/212.200 amu Expected RT: 9.4 ID: Pendimethalin212.2 from Sample 8 (F3) of Data20180803-Fro-H-V-2-55.wiff (Turbo Spray)
- █ XIC of +MRM (30 pairs): 330.000/121.000 amu Expected RT: 8.2 ID: Epoxiconazole121 from Sample 8 (F3) of Data20180803-Fro-H-V-2-55.wiff (Turbo Spray)
- █ XIC of +MRM (30 pairs): 364.100/152.100 amu Expected RT: 7.9 ID: Flufenacet1152.1 from Sample 8 (F3) of Data20180803-Fro-H-V-2-55.wiff (Turbo Spray)
- █ XIC of +MRM (30 pairs): 388.000/194.000 amu Expected RT: 8.9 ID: Pyraclostrobin194 from Sample 8 (F3) of Data20180803-Fro-H-V-2-55.wiff (Turbo Spray)