

## MÉTAUX ET MICROPOLLUANTS ORGANIQUES DANS LES MOULES DU LÉMAN

### ORGANIC MICROPOLLUTANTS AND METALS IN MUSSELS FROM LAKE GENEVA

CAMPAGNE 2014

PAR

**Brigitte LODS-CROZET**

DIRECTION GENERALE DE L'ENVIRONNEMENT (DGE), 155, ch. des Boveresses, CH – 1066 EPALINGES

**Patrick EDDER**

SERVICE DE LA CONSOMMATION ET DES AFFAIRES VÉTÉRINAIRES (SCAV), CP 76, CH - 1211 GENÈVE 4 Plainpalais

**Audrey KLEIN**

SECRÉTARIAT DE LA COMMISSION INTERNATIONALE POUR LA PROTECTION DES EAUX DU LÉMAN

ACW - Changins - Bâtiment DC, CP 1080, CH - 1260 NYON 1

#### **RÉSUMÉ**

*Le suivi de la contamination métallique et de produits de substitution des organoétains (cuivre, pesticides) dans cinq ports, dix ans après la dernière campagne montre que la situation reste stable, excepté une augmentation pour le cuivre et le zinc dans un port. Quant aux pesticides recherchés, ils ont été retrouvés à l'état de trace sur quatre sites, dont un site supposé exempt de pollution.*

#### **ABSTRACT**

*The monitoring of metal contamination and organotin compounds (copper, pesticides) in five ports, ten years after the last campaign denoted a stable situation, with the exception of an increase in copper and zinc in one port. As to the targeted pesticides, they were found in trace levels on four sites, one of which was supposedly exempt from pollution.*

#### **1. INTRODUCTION**

La moule zébrée (*Dreissena polymorpha*) a été utilisée comme bioindicateur de l'accumulation des composés organostanniques (BECKER VAN SLOOTEN et al. 1992 ; BECKER VAN SLOOTEN & TARRADELLAS 1994, 1995) et d'autres études, (GERDEAUX et al., 1995; CORVI et al., 1996, 1998, 2001) qui ont permis de confirmer l'intérêt de cet organisme dans le suivi de certains types de pollution. Les propriétés bioaccumulatrices se traduisent par des concentrations dans la chair, supérieures à celles des poissons pour certains métaux - cadmium, cuivre, plomb, zinc - et du même ordre de grandeur pour les organoétains.

Dans le cadre de la surveillance des micropolluants dans le Léman et en réponse au premier objectif du plan d'action 2011-2020 qui vise à « réduire les micropolluants dans les eaux, sédiments et organismes vivants, au regard des risques pour l'homme et l'environnement », une campagne d'analyse de micropolluants dans la chair des moules zébrées du Léman a été réalisée en 2014.

Elle fait suite à quatre campagnes préalables menées en 1995, 1997, 2000 et 2004. La dernière campagne d'analyses (2004) avait consisté à analyser plusieurs métaux et organoétains dans la chair des moules en

plusieurs sites autour du lac (six à proximité d'embouchures de cours d'eau, six en zone littorale témoin ou polluée (Vidy). Les organoétains, très toxiques, étaient essentiellement utilisés dans les peintures "antisalissure" pour les bateaux. Interdits d'utilisation en Suisse depuis le 1<sup>er</sup> juillet 1990 et en France depuis 1982 pour les unités de moins de 25 mètres, les résultats de la campagne de 2004 avaient montré une amélioration de la situation, notamment dans la région du Bouveret, un site resté longtemps problématique.

Les organoétains ayant été remplacés par d'autres substances, telles que le cuivre ou encore certains pesticides comme le dichlofluanide, le tolylfluanide, ainsi que le cybutryne (principe actif du produit commercialisé sous le nom d'irgarol) qui est un dérivé de l'atrazine, ces substances ont été recherchées dans la chair des moules zébrées afin de vérifier si l'utilisation de ces produits de substitution s'avère problématique sur le pourtour du Léman. La bioaccumulation de ces substances dans la chair des moules a été peu étudiée et seulement en milieu marin sur les moules (Bellas, 2006). Pour cibler cette problématique, cinq ports et trois zones témoins suivis depuis 1995 ont été retenues.

Les métaux (cadmium, cuivre, plomb, zinc) ont également été analysés pour suivre l'évolution par rapport à la dernière campagne de 2004. A l'époque, deux sites potentiellement problématiques avaient été identifiés : Thonon avec des concentrations élevées en plomb et Buchillon avec des teneurs élevées en cadmium. Le mercure, à l'état de trace en 1995, n'avait plus été analysé dans les campagnes suivantes. Cependant, suite à des pollutions industrielles historiques détectées sur le Rhône amont en Valais en 2013, ce paramètre a été réintégré au suivi en 2014.

## 2. ECHANTILLONNAGE

Les moules zébrées (*Dreissena polymorpha*) ont été prélevées les 19 mai et 2 juin 2014 dans :

- Trois sites « témoin » correspondant à des sites suivis les années antérieures et supposés exempts de pollution,
- Cinq grands ports répartis autour du Léman (figure 1, tableau 1). Au cours des campagnes précédentes, les zones littorales à proximité d'embouchures de cours d'eau et des ports de Vidy, du Bouveret et de Port-Choiseul avaient été investiguées.

Les prélèvements sont réalisés en plongée (scaphandre autonome) et de 200 à 400 moules de taille comprise entre 1.5 et 2.5 cm sont échantillonnées sur chacun des sites.

Tableau 1 : Emplacement des sites de prélèvements, effectifs et poids des moules zébrées (*Dreissena polymorpha*)

Table 1 : Position of sampling sites, numbers and weight of zebra mussels (*Dreissena polymorpha*)

Site	Date	Profondeur (m)	Taille min-max [cm]	Nombre	Poids chair [g]	Poids total [g]
Port des Eaux-Vives	19.05.2014	1.0 - 2.0	1 - 2,5	307	138,2	323,8
Port-Choiseul	19.05.2014	1.00	1,2 - 2	301	59,5	184,3
Port de Vidy	02.06.2014	0.5 - 1.5	1,5 - 3	380	128,3	327,4
Port du Bouveret	02.06.2014	0.5 - 1.0	1,4 - 2,8	227	73	203,4
Port d'Evian	02.06.2014	0.5 - 0.8	1,3 - 2,1	300	100	282,7
Buchillon	19.05.2014	3.0 - 4.0	1,2 - 2,2	346	75	211
Meillerie	02.06.2014	4.50	1,3 - 2,5	237	70,2	208,9
Corzent (INRA)	19.05.2014	2.5 - 3.0	1,2 - 2,5	379	124	321,6

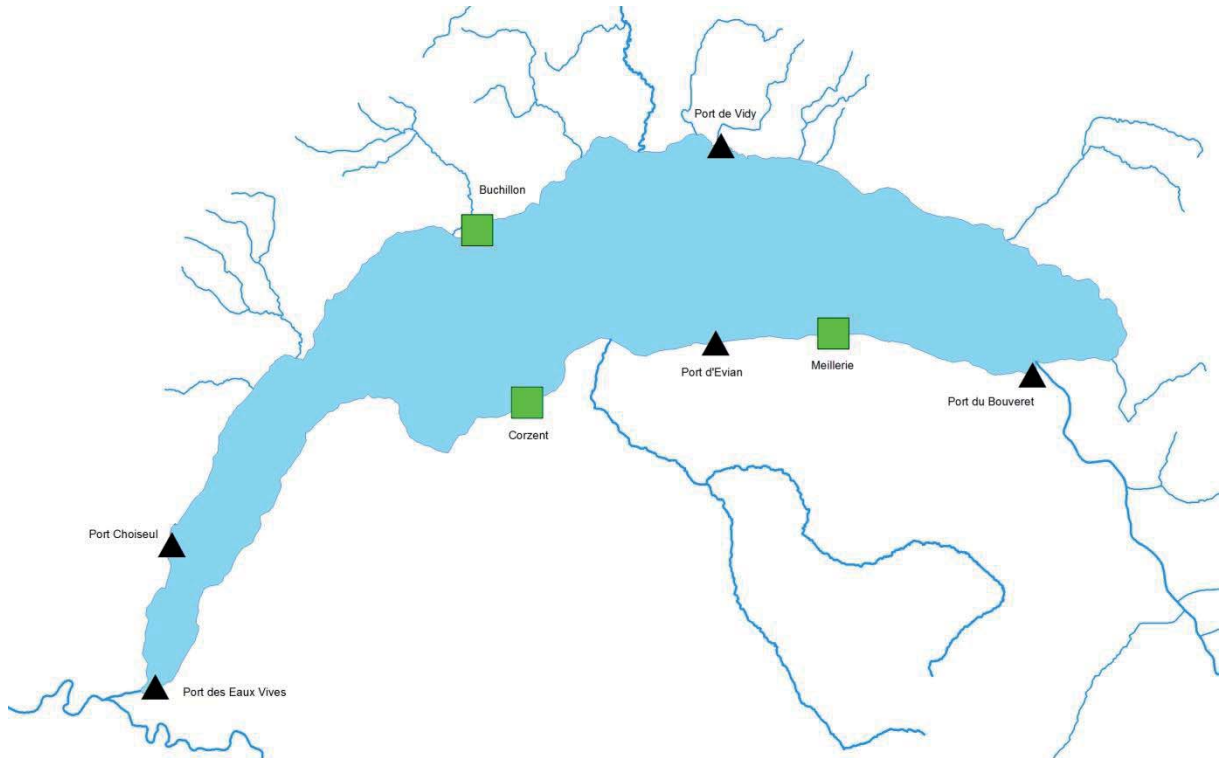


Figure 1 : localisation des sites de prélèvements sur le pourtour du Léman (triangle noir : ports – carré vert : site témoin exempt de pollution)

Figure 1 : location of sampling sites around Lake Geneva (black triangles: ports – green square: control site exempt from pollution)

### 3. MÉTHODOLOGIE

Les moules sont congelées directement après avoir été triées et comptées (200-400 individus entre 1.5 et 2.5 cm) à la rentrée au laboratoire après le prélèvement.

Le poids avec et sans coquille et l'estimation de la longueur / largeur est mesuré pour chaque lot après décongélation et la préparation de la chair est effectuée en laboratoire (tableau 1). La chair est homogénéisée et les analyses sont effectuées sur l'homogénat obtenu. Pour l'analyse du Cd, Pb, Cu et Zn, les échantillons ont été minéralisés en milieu acide nitrique concentré et eau oxygénée sous micro-ondes puis les extraits sont analysés par absorption atomique avec four graphite. La mesure du Hg a été effectuée directement, sans préparation d'échantillon, par un analyseur spécifique basé sur une décomposition thermique, suivi d'un amalgame dans de l'or et une mesure par absorption atomique. Pour les analyses de substances organiques, les échantillons ont été extraits et purifiés selon la méthode QuEChERS (ANSATASSIADES, 2003) puis analysés par chromatographie liquide ou gazeuse couplée à la spectrométrie de masse en mode tandem (LC-MS/MS et GC-MS/MS).

Ces deux méthodes complémentaires permettent, en mode MRM, le dépistage de plus de 400 substances phytosanitaires (voir liste dans l'annexe 1). Le dichlofluanide, le tolylfluanide, et le cybutryne ont été spécifiquement recherchés et quantifiés par GC-MS/MS. Afin d'avoir des résultats comparables, les concentrations mesurées ont été reportées par rapport à la matière sèche, les moules contenant environ 83% d'eau selon les tables de composition usuellement admises comme référence (SOUCI et al, 1994).

## 4. RÉSULTATS

### 4.1 MOULES

#### Métaux

Les résultats des analyses (tableau 2) montrent que les concentrations métalliques mesurées dans la chair des moules sont assez similaires à celles obtenues en 2004 dans les trois sites témoin (Buchillon, Meillerie, Corzent). Dans les cinq ports échantillonnés, les concentrations des quatre métaux sont du même ordre de grandeur. Les teneurs en Cd et en Pb restent soit dans des valeurs similaires soit diminuent. Par-contre, on note une augmentation significative des teneurs en Cu et en Zn dans les moules du port de Vidy. Selon les classes de qualité établis par MERSCH (1993) sur l'appréciation des concentrations métalliques dans les moules zébrées, les valeurs de 2014 correspondent à la classe 1 (absence de pollution).

Les concentrations en mercure, comprises entre 24-59 µg/kg MS sur l'ensemble peuvent être considérées comme relativement similaires à celles mesurées dans la chair de moules de cinq grands lacs du nord de l'Italie en 2001 (49-158 µg/kg MS) (CAMUSSO et al. 2001).

Mêmes si les moules zébrées du lac ne se consomment pas, on peut toutefois comparer ces valeurs aux valeurs de tolérance qu'on retrouve dans le droit alimentaire suisse. En effet, l'ordonnance sur les substances étrangères et les composants (OSEC, 1995) donne des valeurs limites pour le Pb, le Cd et le Hg dans les mollusques de respectivement 1'000, 1'500 et 500 µg/kg de poids frais, soit de 17'000, 25'500 et 8'500 µg/kg de MS. Les valeurs mesurées dans les moules du Léman sont donc bien inférieures (~30 fois pour le Pb, ~16 fois pour le Cd et et plus de 100 fois le Hg).

### 4.2 MICROPOLLUANTS ORGANIQUES

Des traces des pesticides (dichlofluanide, tolylfluanide, fenpropimorphe) sont détectées dans les moules prélevées dans trois ports : Bouveret, Choiseul, Eaux-Vives (tableau 3) et le tolylfluanide est aussi mesuré dans la chair des moules du site témoin de Meillerie. La cybutryne, substance active de l'irgarol n'a été détectée sur aucun site. De manière générale, les teneurs observées restent très faibles, entre 5 et 21 µg/kg, et semblent démontrer une bonne qualité des eaux. Par ailleurs, la plupart des moules ayant été prélevées dans des ports où des résidus de traitement des coques de bateau sont susceptibles de se déverser, ces résultats tendent à montrer que la substitution des organoétains n'a pas amené d'autres polluants majeurs dans le compartiment « chair des moules ». Cela ne préjuge pas de la présence ou de l'absence de pesticides dans d'autres compartiments (sédiments, eau).

## 5. CONCLUSIONS

Les concentrations métalliques en cadmium et plomb surveillés dans la chair des moules zébrées sont assez similaires à celles obtenues en 2004 dans les huit sites échantillonnés. Par-contre, on note une augmentation significative des teneurs en Cu et en Zn dans les moules du port de Vidy. Une des causes de l'augmentation du cuivre pourrait être son utilisation dans les peintures anti-fouling comme produit de substitution aux organoétains. Quant aux pesticides, ils ont été retrouvés à l'état de trace sur quatre sites, dont un site supposé exempt de pollution.

Tableau 2 : Teneurs en métaux lourds dans les moules du Léman en 1995, 1997, 2000, 2004 et 2014.

Table 2 : Heavy metal content in mussels from Lake Geneva in 1995, 1997, 2000, 2004 and 2014.

Point de prélèvement	Cd (µg/kg)					Cu (µg/kg)					Pb (µg/kg)					Zn (µg/kg)					Hg (µg/kg)	
	1995	1997	2000	2004	2014	1995	1997	2000	2004	2014	1995	1997	2000	2004	2014	1995	1997	2000	2004	2014	1995	2000
Port du Bouveret	4'720	2'590	2'910	2'840	1'053	20'900	20'200	16'600	14'000	14'400	380		920	300	<240	149'000	117'000	138'000	120'000	128'000	<300	24
Port-Choiseul					565					23'600					510					99'000		59
Corzent INRA	4'810	3'440	2'640	1'260	1'365	36'300	38'800	48'100	22'800	16'100	580	1'200	510	500	<240	120'000	171'000	283'000	140'000	113'000	<300	29
Port d'Evian					1'518					27'500					400					141'000		41
Port de Vidy	2'170	730	890	1'710	729	21'800	18'500	12'900	10'400	19'000	3'850	700	1'080	1'650	310	201'000	117'000	140'000	126'000	193'000	<300	29
Buchillon	2'940	2'320	3'440	4'120	1'441	21'500	24'500	39'300	13'800	14'500	120	390	390	330	540	131'000	128'000	564'000	118'000	94'000	<300	24
Meillerie	4'320	4'600	3'040	2'920	1'612	29'600	42'000	20'000	11'800	15'800	550	290	290	250	<250	112'000	189'000	174'000	103'000	102'000	<300	24
Port des Eaux-Vives					1'235					26'000					<250					107'000		41

Tableau 3 : Teneurs en pesticides dans les moules du Léman – campagne 2014

Table 3 : Pesticide content in mussels from Lake Geneva – 2014 campaign

Point de prélèvement	Pesticides (µg/kg)	
Port du Bouveret	Fenpropimorphe	5
Port-Choiseul	Dichlofluanide	21
	Tolyfluanide	17
Corzent INRA	nd	-
Port d'Evian	nd	-
Port de Vidy	nd	-
Buchillon	nd	-
Meillerie	Tolyfluanide	13
Port des Eaux-Vives	Tolyfluanide	13

## BIBLIOGRAPHIE

- ANASTASSIADES, M., LEHOTAY, S.J., TAJNBAHER, D., SCHENK, F. (2003) Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and "dispersive solid-phase extraction" for the determination of pesticide residues in produce, *J.AOAC. Int.* **86**, 412-431
- BECKER VAN SLOOTEN, K., MERLINI, L., De BERTRAND, N., De ALENCASTRO, L.F. et TARRADELLAS, J.(1992) : Elevated levels of organotins in lake Geneva : bivalves as sentinel organism. *Bull. Environ.Contam. Toxicol.*, 48 (1), 37-44.
- BECKER VAN SLOOTEN, K. et TARRADELLAS, J. (1994): Accumulation, depuration and growth effects of tributyltin in the freshwater bivalve *Dreissena polymorpha* under field conditions. *Environ. Toxicol. Chem.*, 13, 755-762.
- BECKER VAN SLOOTEN, K. et TARRADELLAS, J. (1995) : Organotins in Swiss lakes after their ban : Assessment of water, sediment, and *Dreissena polymorpha* contamination over a four-year period. *Arch. Environ. Contam. Toxicol.*, 29, 384-392.
- BELLAS, J. 2006. Comparative toxicity and of alternative antifouling biocides on embryos larvae of marine invertebrates. *Science of the total environment* 367 : 573-585.
- CAMUSSO M, BALESTRINI R. et BINELLI A. 2001. Use of zebra mussel (*Dreissena polymorpha*) to assess trace metal contamination in the largest Italian subalpine lakes. *Chemosphere* 44: 263-270.
- CORVI, C., KHIM-HEANG, S., BECKER VAN SLOOTEN, K., STEGMULLER, A.-M. et TARRADELLAS, J. (1996) : Métaux et micropolluants organiques dans les Dreissènes. *Rapp. Comm. int. prot. eaux Léman contre pollut.*, Campagne 1995, 187-197.
- CORVI, C., KHIM-HEANG, S., BECKER VAN SLOOTEN, K., STEGMULLER, A.-M. et TARRADELLAS, J. (1998) : Métaux et micropolluants organiques dans les poissons et les moules du Léman. *Rapp. Comm. int. prot. eaux Léman contre pollut.*, Campagne 1997, 103-116.
- CORVI, C., KHIM-HEANG, S. et ZIMMERLI, P. (2001) : Métaux et micropolluants organiques dans les poissons et les moules du Léman. *Rapp. Comm. int. prot. eaux Léman contre pollut.*, Campagne 2000, 145-159.
- GERDEAUX, D., PERRET, M.-C., CORVI, C., KHIM-HEANG, S., BECKER VAN SLOOTEN, K., TARRADELLAS, J., RIVIERE, J.L. et LARBAIGT, G. (1995) : Caractéristiques des populations de Dreissènes du Léman, évaluation de leur intérêt comme bioindicateur de la qualité des eaux du lac. *Rapp. Comm. int. prot. Eaux Léman contre pollut.*, Campagne 1994, 135-165.
- MERSCH, J. (1993) : Modalités d'utilisation de la moule zébrée *Dreissena polymorpha* en tant qu'indicateur biologique de la contamination des écosystèmes d'eau douce par les métaux lourds - comparaison avec un autre type d'organismes sentinelles, les mousses aquatiques. Thèse de doctorat, Université de Metz, 231 p.
- OSEC (1995) : Ordonnance du 26 juin 1995 sur les Substances Etrangères et les Composants - RS 817.021.23 (état au 31 janvier 2000) (Suisse).
- SOUICI, S. W., FACHMANN, W. et KRAUT, H. 1994: Food Composition and Nutrition Tables, 5th revised and completed edition; Medpharm Scientific Publishers, 1994.

ANNEXE I

Tableau 4 : Listes des pesticides recherchés

Table 4 : Lists of targeted pesticides

Liste des substances recherchées par GC-MS/MS	Type	CAS Nb	Unité	LQ
Acrinathrin	Acaricide	101007-06-1	0.050	mg/kg
Aldrin	Insecticide	309-00-2	0.050	mg/kg
Allethrin	Insecticide	584-79-2	0.050	mg/kg
Ametryn	Herbicide	834-12-8	0.050	mg/kg
Amitraz	Acaricide	33089-61-1		
Azinphos-ethyl	Insecticide	2642-71-9	0.025	mg/kg
Azinphos-methyl	Insecticide	86-50-0		
Benfluralin	Herbicide	1861-40-1	0.050	mg/kg
Bifenthrin	Insecticide	82657-04-3	0.010	mg/kg
Biphenyl	Fongicide	92-52-4	0.010	mg/kg
Bromophos ethyl	Insecticide	4824-78-6	0.005	mg/kg
Bromophos methyl	Insecticide	2104-96-3	0.005	mg/kg
Bromopropylate	Acaricide	18181-80-1	0.005	mg/kg
Cadusafos	Nematicide	954465-99-9	0.050	mg/kg
Captafol	Fongicide	2425-06-1		
Captan	Fongicide	133-06-2	0.020	mg/kg
Carbetamide	Herbicide	16118-49-3		
Carbophenothion ethyl	Insecticide	786-19-6	0.050	mg/kg
Carbosulfan	Insecticide	55285-14-8	0.010	mg/kg
Carvone	Growth regulator	99-49-0	0.025	mg/kg
Chinomethionat	Fongicide	2439-01-2		
Chlorfenvinphos	Insecticide	470-90-6	0.050	mg/kg
Chlorobenzilate	Acaricide	510-15-6	0.010	mg/kg
Chlorothalonil	Fongicide	1897-45-6	0.010	mg/kg
Chlorpropham	Herbicide	101-21-3	0.005	mg/kg
Chlorpyrifos	Insecticide	2921-88-2	0.010	mg/kg
Chlorpyrifos methyl	Insecticide	5598-13-0	0.005	mg/kg
Chlozolinate	Fongicide	84332-86-5	0.010	mg/kg
Coumaphos	Insecticide	56-72-4	0.005	mg/kg
Cyanophos	Insecticide	2636-26-2	0.010	mg/kg
Cyflufenamid	Fongicide	180409-60-3	0.050	mg/kg
Cyfluthrin	Insecticide	68359-37-5	0.025	mg/kg
Cyfluthrin-beta	Insecticide		0.025	mg/kg
Cyhalothrin-lambda	Insecticide	91465-08-6	0.005	mg/kg
Cyhexatin	Acaricide	13121-70-5		
Cymiazole	Acaricide	61676-87-7	0.005	mg/kg
Cypermethrin	Insecticide	52315-07-8	0.005	mg/kg
Cyprodinil	Fongicide	121552-61-2	0.010	mg/kg
DDD OP'	Insecticide	53-19-0	0.005	mg/kg
DDD PP'	Insecticide	72-54-8	0.005	mg/kg
DDE OP'	Insecticide	3424-82-6	0.005	mg/kg
DDE PP'	Insecticide	72-55-9	0.005	mg/kg
DDT OP'	Insecticide	789-02-6	0.050	mg/kg
DDT PP'	Insecticide	50-29-3	0.020	mg/kg
Deltamethrin	Insecticide	52918-63-5	0.025	mg/kg
Demeton-S-methyl	Insecticide	919-86-8	0.005	mg/kg

Diazinon	Insecticide	333-41-5	0.005	mg/kg
Dichlobenil	Herbicide	1194-65-6	0.005	mg/kg
Dichlofenthion	Nematicide	97-17-6	0.005	mg/kg
Dichlofluanid	Fongicide	1085-98-9	0.020	mg/kg
Dichlorbenzene-1,4	Insecticide	106-46-7		
Dichlorobenzamide-2,6	Métabolite	2008-58-4	0.050	mg/kg
Dichlorvos	Insecticide	62-73-7	0.025	mg/kg
Dicloran	Fongicide	99-30-9	0.050	mg/kg
Dicofol	Acaricide	115-32-2	0.010	mg/kg
Dieldrine	Insecticide	60-57-1	0.050	mg/kg
Dinobuton	Acaricide	973-21-7	0.050	mg/kg
Dinocap	Fongicide	39300-45-3		
Diphenylamine	Insecticide	122-39-4	0.050	mg/kg
Endosulfan alpha	Insecticide	959-98-8	0.100	mg/kg
Endosulfan beta	Insecticide	33213-65-9	0.020	mg/kg
Endosulfan sulfate	Insecticide	1031-07-7	0.020	mg/kg
Endrine	Insecticide	72-20-8	0.005	mg/kg
EPN	Insecticide	2104-64-5	0.100	mg/kg
Esfenvalerate	Insecticide	66230-04-4	0.020	mg/kg
Ethion	Acaricide	563-12-2	0.010	mg/kg
Ethoprophos	Nematicide	13194-48-4	0.050	mg/kg
Etofenprox	Insecticide	80844-07-1	0.020	mg/kg
Etridiazole	Fongicide	2593-15-9	0.005	mg/kg
Etrimfos	Insecticide	388260-54-7	0.005	mg/kg
Famoxadone	Fongicide	131807-57-3	0.050	mg/kg
Fenclorphos	Insecticide	299-84-3	0.005	mg/kg
Fenhexamide	Fongicide	126833-17-8	0.010	mg/kg
Fenitrothion	Insecticide	122-14-5	0.050	mg/kg
Fenson	Acaricide	80-38-6	0.050	mg/kg
Fenthion	Insecticide	55-38-9	0.010	mg/kg
Fenthion-oxon	Insecticide	6552-12-1	0.200	mg/kg
Fenthion-oxon-sulfone	Insecticide	14086-35-2	0.200	mg/kg
Fenthion-oxon-sulfoxide	Insecticide	6552-13-2	0.500	mg/kg
Fenthion-sulfone	Insecticide	3761-42-0	0.200	mg/kg
Fenthion-sulfoxide	Insecticide	3761-41-9	0.200	mg/kg
Flucythrinate	Insecticide	70124-77-5	0.025	mg/kg
Fludioxonil	Fongicide	131341-86-1	0.010	mg/kg
Flurochloridone	Herbicide	61213-25-0	0.050	mg/kg
Fluvalinate	Acaricide	102851-06-9	0.050	mg/kg
Folpet	Fongicide	133-07-3	0.010	mg/kg
Fonofos	Insecticide	66767-39-3	0.005	mg/kg
Formothion	Insecticide	2540-82-1	0.050	mg/kg
Fosthiazate	Nematicide	98886-44-3	0.020	mg/kg
HCH-alpha	Insecticide	319-84-6	0.005	mg/kg
HCH-beta	Insecticide	319-85-7	0.005	mg/kg
HCH-delta	Insecticide	319-86-8	0.005	mg/kg
HCH-gamma (Lindane)	Insecticide	58-89-9	0.005	mg/kg
Heptachlor	Insecticide	76-44-8	0.005	mg/kg
Hexachlorbenzene	Fongicide	118-74-1	0.005	mg/kg
Hexaconazole	Fongicide	79983-71-4	0.010	mg/kg
Iodofenphos	Insecticide	18181-70-9	0.005	mg/kg
Iprodione	Fongicide	36734-19-7	0.010	mg/kg
Isofenphos	Insecticide	25311-71-1	0.005	mg/kg
Isofenphos-methyl	Insecticide	99675-03-3	0.005	mg/kg



Isoxadifen-ethyl	Herbicide	163520-33-0	0.050	mg/kg
Kresoxym methyl	Fongicide	143390-89-0	0.020	mg/kg
Malaoxon	Insecticide	1634-78-2	0.020	mg/kg
Malathion	Insecticide	121-75-5	0.005	mg/kg
Mecarbam	Insecticide	2595-54-2	0.050	mg/kg
Mepronil	Fongicide	55814-41-0	0.005	mg/kg
Methidathion	Insecticide	950-37-8	0.010	mg/kg
Metolachlor	Herbicide	51218-45-2	0.050	mg/kg
Mevinphos	Insecticide	7786-34-7	0.050	mg/kg
Ofurace	Fongicide	58810-48-3	0.025	mg/kg
Orthophenylphenol	Fongicide	90-43-7	0.005	mg/kg
Oxadiazon	Herbicide	19666-30-9	0.020	mg/kg
Paraoxon-ethyl	Insecticide	311-45-5	0.050	mg/kg
Paraoxon-methyl	Insecticide	950-35-6	0.200	mg/kg
Parathion-ethyl	Insecticide	56-38-2	0.050	mg/kg
Parathion-methyl	Insecticide	298-00-0	0.050	mg/kg
Penconazole	Fongicide	66246-88-6	0.010	mg/kg
Permethrin	Insecticide	52645-53-1	0.005	mg/kg
Phenthoat	Insecticide	2597-03-7	0.050	mg/kg
Phorate	Insecticide	298-02-2	0.050	mg/kg
Phosalone	Insecticide	2310-17-0	0.010	mg/kg
Phosmet	Insecticide	732-11-6	0.005	mg/kg
Phosphamidon	Insecticide	13171-21-6	0.050	mg/kg
Phtalimide	Fongicide	85-41-6	0.020	mg/kg
Piperonyl butoxid	Divers	51-03	0.005	mg/kg
Pirimiphos methyl	Insecticide	29232-93-7	0.005	mg/kg
Procymidone	Fongicide	32809-16-8	0.025	mg/kg
Profenofos	Insecticide	4111198-08-7	0.050	mg/kg
Propham	Herbicide	122-42-9	0.005	mg/kg
Prothiophos	Insecticide	34643-46-4	0.100	mg/kg
Pyrethrins	Insecticide	8003-34-7	0.200	mg/kg
Pyrimiphos ethyl	Insecticide	23505-41-1	0.005	mg/kg
Quinalphos	Insecticide	13593-03-8	0.020	mg/kg
Quinoxifen	Fongicide	124495-18-7	0.005	mg/kg
Quintozene	Fongicide	82-68-8	0.005	mg/kg
Resmethrine	Insecticide	10453-86-8	0.050	mg/kg
Rimsulfuron	Herbicide	122931-48-0	0.050	mg/kg
Simazine	Herbicide	122-34-9	0.050	mg/kg
Soufre	Fongicide	7704-34-9	0.020	mg/kg
Sulfotep	Insecticide	3689-24-5	0.050	mg/kg
Tefluthrin	Insecticide	79538-32-2	0.010	mg/kg
Telodrin	Insecticide	297-78-9	0.050	mg/kg
Terbufos	Insecticide	13071-79-9	0.050	mg/kg
Tetrachlorvinphos	Insecticide	22248-79-9	0.010	mg/kg
Tetradifon	Acaricide	116-29-0	0.010	mg/kg
Tetramethin	Insecticide	7696-12-0	0.005	mg/kg
Tolyfluanid	Fongicide	731-27-1	0.050	mg/kg
Triazamate	Insecticide	112143-82-5	0.050	mg/kg
Triazophos	Insecticide	24017-47-8	0.025	mg/kg
Trifloxystrobin	Fongicide	141517-21-7	0.050	mg/kg
Vinclozolin	Fongicide	50471-44-8	0.010	mg/kg
Zoxamid	Fongicide	156052-68-5	0.050	mg/kg

Liste des substances recherchées par LC-MS/MS	Type	CAS Nb	LQ	Unité
3-hydroxy-carbofuran	Insecticide	16655-82-6	0.005	mg/kg
Acephate	Insecticide	30560-19-1	0.020	mg/kg
Acetamiprid	Insecticide	135410-20-7	0.005	mg/kg
Aldicarb	Insecticide	116-06-3	0.005	mg/kg
Aldicarb sulfoxide	Fongicide	1646-87-3	0.005	mg/kg
Aldoxycarb (Aldicarb sulfone)	Insecticide	1646-88-4	0.010	mg/kg
Amitraz	Acaricide	33089-61-1	0.010	mg/kg
Anilazine	Fongicide	101-05-3	0.010	mg/kg
Azaconazole	Fongicide	60207-31-0	0.005	mg/kg
Azadirachtin	Insecticide	11141-17-6 + 95507-03-2	0.020	mg/kg
Azamethiphos	Insecticide	35575-96-3	0.010	mg/kg
Azinphos-ethyl	Insecticide	2642-71-9	0.010	mg/kg
Azinphos-methyl	Insecticide	86-50-0	0.010	mg/kg
Azoxystrobin	Fongicide	131860-33-8	0.005	mg/kg
Benalaxyl	Fongicide	71626-11-4	0.005	mg/kg
Bendiocarb	Insecticide	22781-23-3	0.005	mg/kg
Benfuracarb	Insecticide	82560-54-1	0.005	mg/kg
Benodanil	Insecticide	15310-01-7	0.005	mg/kg
Benomyl	Fongicide	17804-35-2	0.005	mg/kg
Benthiavalicarb isopropyl	Fongicide	177406-68-7	0.005	mg/kg
Benzoximate	Acaricide	29104-30-1	0.005	mg/kg
Bitertanol	Fongicide	55179-31-2	0.005	mg/kg
Bixafen	Fongicide	581809-46-3		
Boscalid (Nicobifen)	Fongicide	188425-85-6	0.005	mg/kg
Bromophos ethyl	Insecticide	4824-78-6		
Bromuconazole	Fongicide	116255-48-2	0.005	mg/kg
Bupirimate	Fongicide	41483-43-6	0.005	mg/kg
Buprofezin	Insecticide	69327-76-0	0.005	mg/kg
Butocarboxim	Insecticide	34681-10-2	0.005	mg/kg
Cadusafos	Nematicide	954465-99-9	0.005	mg/kg
Carbaryl	Insecticide	63-25-2	0.005	mg/kg
Carbendazim	Fongicide	10605-21-7	0.005	mg/kg
Carbofuran	Insecticide	1563-66-2	0.005	mg/kg
Carboxin	Fongicide	5234-68-4	0.005	mg/kg
Chinomethionat	Fongicide	2439-01-2		
Chlorantraniliprol	Insecticide	500008-45-7	0.010	mg/kg
Chlorfenapyr	Acaricide	122453-73-0	0.100	mg/kg
Chlorfenvinphos	Insecticide	470-90-6	0.005	mg/kg
Chlorfluazuron	Insecticide	71422-67-8	0.100	mg/kg
Chlorpyrifos	Insecticide	2921-88-2	0.005	mg/kg
Chlorpyrifos methyl	Insecticide	5598-13-0	0.005	mg/kg
Chlorthiophos	Insecticide	60238-56-4	0.010	mg/kg
Clofentezine	Acaricide	74115-24-5	0.005	mg/kg
Clothianidin	Insecticide	210880-92-5	0.005	mg/kg
Cyazofamid	Fongicide	120116-88-3	0.010	mg/kg
Cyflufenamid	Fongicide	180409-60-3	0.005	mg/kg
Cyhexatin	Acaricide	13121-70-5	0.010	mg/kg
Cymiazole	Acaricide	61676-87-7	0.005	mg/kg
Cymoxanil	Fongicide	57966-95-7	0.010	mg/kg
Cyproconazole	Fongicide	113096-99-4	0.005	mg/kg
Cyprodinil	Fongicide	121552-61-2	0.005	mg/kg

Cyromazine	Insecticide	66215-27-8	0.005	mg/kg
Demeton S	Insecticide	126-75-0	0.005	mg/kg
Demeton-S-methyl	Insecticide	919-86-8	0.025	mg/kg
Demeton-S-methyl-sulfon	Insecticide	17040-19-6	0.005	mg/kg
Diafenthiuron	Insecticide	80060-09-9	0.005	mg/kg
Dialifos	Insecticide	10311-84-9	0.020	mg/kg
Diclobutrazol	Fongicide	75736-33-3	0.005	mg/kg
Dicrotophos	Insecticide	141-66-2	0.005	mg/kg
Dicyclanil	Insecticide	112636-83-6	0.010	mg/kg
Diethofencarb	Fongicide	87130-20-9	0.005	mg/kg
Difenoconazol	Fongicide	119446-68-3	0.005	mg/kg
Diffubenzuron	Insecticide	35367-38-5	0.005	mg/kg
Dimethoate	Insecticide	60-51-5	0.005	mg/kg
Dimethomorph	Fongicide	110488-70-5	0.005	mg/kg
Dimetilan	Insecticide	644-64-4	0.005	mg/kg
Diniconazole	Fongicide	83657-24-3	0.005	mg/kg
Dinocap	Fongicide	39300-45-3	0.050	mg/kg
Dioxacarb	Insecticide	6988-21-2	0.005	mg/kg
Diphenylamine	Insecticide	122-39-4	0.005	mg/kg
Disulfoton	Insecticide	298-04-4	0.005	mg/kg
Dodemorph	Fongicide	1593-77-7	0.005	mg/kg
EPN	Insecticide	2104-64-5	0.010	mg/kg
Epoxiconazole	Fongicide	106325-08-0	0.005	mg/kg
Etaconazole	Fongicide	60207-93-4	0.005	mg/kg
Ethaboxam	Fongicide	162650-77-3		
Ethiofencarb	Insecticide	29973-13-5	0.005	mg/kg
Ethion	Acaricide	563-12-2	0.005	mg/kg
Ethofumesate	Herbicide	26225-79-6	0.005	mg/kg
Ethoxyquin	Fongicide	91-53-2	0.005	mg/kg
Etoxazole	Acaricide	153233-91-1	0.010	mg/kg
Etrimfos	Insecticide	388260-54-7	0.005	mg/kg
Fenamidone	Fongicide	161326-34-7	0.005	mg/kg
Fenamiphos	Nematicide	22224-92-6	0.005	mg/kg
Fenamiphos-sulfone	Nematicide	31972-44-8	0.005	mg/kg
Fenamiphos-sulfoxyde	Nematicide	31972-43-7	0.005	mg/kg
Fenarimol	Fongicide	60168-88-9	0.005	mg/kg
Fenazaquin	Acaricide	120928-09-8	0.005	mg/kg
Fenbuconazole	Fongicide	114369-43-6	0.005	mg/kg
Fenhexamide	Fongicide	126833-17-8	0.005	mg/kg
Fenitrothion	Insecticide	122-14-5	0.050	mg/kg
Fenobucarb	Insecticide	3766-81-2	0.005	mg/kg
Fenoxycarb	Insecticide	79127-80-3	0.005	mg/kg
Fenpiclonil	Fongicide	74738-17-3	0.005	mg/kg
Fenpropathrin	Insecticide	64257-84-7	0.010	mg/kg
Fenpropidin	Fongicide	67306-00-7	0.005	mg/kg
Fenpropimorph	Fongicide	67564-91-4	0.005	mg/kg
Fenpyroximat	Acaricide	134098-61-6	0.005	mg/kg
Fensulfothion	Nematicide	115-90-2	0.005	mg/kg
Fenthion	Insecticide	55-38-9	0.010	mg/kg
Fenthion-oxon	Insecticide	6552-12-1	0.005	mg/kg
Fenthion-oxon-sulfone	Insecticide	14086-35-2		
Fenthion-sulfone	Insecticide	3761-42-0	0.005	mg/kg
Fenthion-sulfoxide	Insecticide	3761-41-9	0.005	mg/kg
Fipronil	Insecticide	120068-37-3	0.005	mg/kg

Flonicamid	Insecticide	158062-67-0	0.010	mg/kg
Fluazinam	Fongicide	79622-59-6	0.020	mg/kg
Fluazuron	Insecticide	86811-58-7	0.005	mg/kg
Flucycloxiuron	Acaricide	94050-52-9	0.005	mg/kg
Fludioxonil	Fongicide	131341-86-1	0.010	mg/kg
Flufenoxuron	Insecticide	101463-69-8	0.005	mg/kg
Flumetralin	Growth regulator	62924-70-3	0.050	mg/kg
Fluopicolide	Fongicide	239110-15-7	0.005	mg/kg
Fluoxastrobin	Fongicide	193740-76-0	0.005	mg/kg
Fluquinconazole	Fongicide	136426-54-5	0.010	mg/kg
Flusilazole	Fongicide	85509-19-9	0.005	mg/kg
Flutolanil	Fongicide	66332-96-5	0.005	mg/kg
Flutriafol	Fongicide	76674-21-0	0.005	mg/kg
Fluvalinate	Acaricide	102851-06-9		
Fonofos	Insecticide	66767-39-3	0.005	mg/kg
Forchlorfenuron	Growth regulator	68157-60-8		
Fosthiazate	Nematicide	98886-44-3	0.005	mg/kg
Fuberidazole	Fongicide	003878-19-1	0.005	mg/kg
Furalaxyl	Fongicide	57646-30-7	0.005	mg/kg
Furathiocarb	Insecticide	65907-30-4	0.005	mg/kg
Hexaconazole	Fongicide	79983-71-4	0.005	mg/kg
Hexaflumuron	Insecticide	86479-06-3	0.005	mg/kg
Hexythiazox	Acaricide	78587-05-0	0.005	mg/kg
Imazalil	Fongicide	35554-44-0	0.005	mg/kg
Imidacloprid	Insecticide	105827-78-9	0.005	mg/kg
Indoxacarb	Insecticide	173584-44-6	0.010	mg/kg
Iprodione	Fongicide	36734-19-7	0.010	mg/kg
Iprovalicarb	Fongicide	140923-17-7	0.005	mg/kg
Isazophos	Insecticide	42509-80-8	0.005	mg/kg
Isofenphos	Insecticide	25311-71-1	0.005	mg/kg
Isoprocarb	Insecticide	2631-40-5	0.005	mg/kg
Isoprothiolane	Fongicide	50512-35-1		
Isopyrazam	Fongicide	881685-58-1		
Kresoxym methyl	Fongicide	143390-89-0	0.010	mg/kg
Lufenuron	Insecticide	103055-07-8	0.005	mg/kg
Malaoxon	Insecticide	1634-78-2	0.005	mg/kg
Malathion	Insecticide	121-75-5	0.005	mg/kg
Mandipropamid	Fongicide	374726-62-2	0.005	mg/kg
Mecarbam	Insecticide	2595-54-2	0.005	mg/kg
Mepanipyrim	Fongicide	110235-47-7	0.005	mg/kg
Mepronil	Fongicide	55814-41-0	0.005	mg/kg
Metalaxyl	Fongicide	57837-19-1	0.005	mg/kg
Metconazole	Fongicide	125116-23-6	0.005	mg/kg
Methamidophos	Insecticide	10265-92-6	0.010	mg/kg
Methidathion	Insecticide	950-37-8	0.005	mg/kg
Methiocarb	Insecticide	2032-65-7	0.010	mg/kg
Methiocarb sulfone	Metabolite	2179-25-1	0.010	mg/kg
Methiocarb sulfoxide	Metabolite	2635-10-1	0.050	mg/kg
Methomyl	Insecticide	16752-77-5	0.005	mg/kg
Methoxyfenozide	Insecticide	161050-58-4	0.005	mg/kg
Metolcarb	Insecticide	1129-41-5	0.005	mg/kg
Mevinphos	Insecticide	7786-34-7	0.005	mg/kg

Monocrotophos	Insecticide	6923-22-4	0.005	mg/kg
Myclobutanil	Fongicide	88671-89-0	0.005	mg/kg
N-(2,4-dimethylphenyl)formamide (DMF)	Métabolite	60397-77-5	0.005	mg/kg
N-2,4-dimethylphenyl-N'-methylformamidine (DMPF)	Métabolite	33089-74-6	0.005	mg/kg
Naled	Insecticide	300-76-5	0.005	mg/kg
Nitenpyram	Insecticide	150824-47-8	0.005	mg/kg
Novaluron	Insecticide	116714-46-6	0.010	mg/kg
Nuarimol	Fongicide	63284-71-9	0.005	mg/kg
Ofurace	Fongicide	58810-48-3	0.005	mg/kg
Omethoate	Insecticide	1113-02-6	0.005	mg/kg
Oxadixyl	Fongicide	77732-09-3	0.005	mg/kg
Oxamyl	Insecticide	23135-22-0	0.010	mg/kg
Oxine-copper	Fongicide	10380-28-6	0.020	mg/kg
Oxydemeton-methyl	Insecticide	301-12-2	0.010	mg/kg
Paclobutrazol	Growth regulator	76738-62-0	0.005	mg/kg
Paraoxon-ethyl	Insecticide	311-45-5	0.005	mg/kg
Paraoxon-methyl	Insecticide	950-35-6	0.050	mg/kg
Parathion-ethyl	Insecticide	56-38-2	0.010	mg/kg
Parathion-methyl	Insecticide	298-00-0		
Penconazole	Fongicide	66246-88-6	0.005	mg/kg
Pencycuron	Fongicide	66063-05-6	0.005	mg/kg
Permethrin	Insecticide	52645-53-1		
Phenthoat	Insecticide	2597-03-7	0.005	mg/kg
Phosalone	Insecticide	2310-17-0	0.005	mg/kg
Phosmet	Insecticide	732-11-6	0.005	mg/kg
Phosphamidon	Insecticide	13171-21-6	0.005	mg/kg
Phoxim	Insecticide	14816-18-3	0.005	mg/kg
Picoxystrobin	Fongicide	117428-22-5	0.005	mg/kg
Pinoxaden	Herbicide	243973-20-8	0.005	mg/kg
Pirimicarb	Insecticide	23103-98-2	0.005	mg/kg
Pirimicarb desmethyl	Métabolite	30614-22-3	0.005	mg/kg
Pirimicarb desmethyl formamido	Métabolite	27218-04-8	0.005	mg/kg
Pirimiphos methyl	Insecticide	29232-93-7	0.005	mg/kg
Prochloraz	Fongicide	67747-09-5	0.005	mg/kg
Profenofos	Insecticide	4111198-08-7	0.005	mg/kg
Promecarb	Insecticide	2631-37-0	0.005	mg/kg
Propamocarb	Fongicide	24579-73-5	0.005	mg/kg
Propargite	Acaricide	2312-35-8	0.005	mg/kg
Propetamphos	Insecticide	31218-83-4	0.010	mg/kg
Propiconazole	Fongicide	60207-90-1	0.005	mg/kg
Propoxur	Insecticide	114-26-1	0.005	mg/kg
Propylene thiourea (PTU)	Métabolite	2122-19-02		
Proquinazid	Fongicide	189278-12-4	0.005	mg/kg
Prothioconazole	Fongicide	178928-70-6		
Prothiophos	Insecticide	34643-46-4	0.050	mg/kg
Pymetrozine	Insecticide	123312-89-0	0.005	mg/kg
Pyraclostrobin	Fongicide	175013-18-0	0.005	mg/kg
Pyridaben	Insecticide	96489-71-3	0.005	mg/kg
Pyridaphenthion	Insecticide	119-12-0	0.010	mg/kg
Pyrifenox	Fongicide	88283-41-4	0.005	mg/kg
Pyrimethanil	Fongicide	53112-28-0	0.005	mg/kg

Pyrimiphos ethyl	Insecticide	23505-41-1	0.005	mg/kg
Pyriproxyfen	Insecticide	95737-68-1	0.005	mg/kg
Quinalphos	Insecticide	13593-03-8	0.005	mg/kg
Quinoxifen	Fongicide	124495-18-7	0.005	mg/kg
Resmethrine	Insecticide	10453-86-8		
Spinosad	Insecticide	168316-95-8	0.005	mg/kg
Spirodiclofen	Acaricide	148477-71-8	0.005	mg/kg
Spirotetramat	Insecticide	203313-25-1	0.010	mg/kg
Spiroxamine	Fongicide	118134-30-8	0.005	mg/kg
Sulfotep	Insecticide	3689-24-5	0.005	mg/kg
Tebuconazole	Fongicide	107534-96-3	0.005	mg/kg
Tebufenozide	Insecticide	112410-23-8	0.010	mg/kg
Tebufenpyrad	Acaricide	119168-77-3	0.005	mg/kg
Teflubenzuron	Insecticide	83121-18-0	0.010	mg/kg
Terbufos	Insecticide	13071-79-9	0.005	mg/kg
Tetrachlorvinphos	Insecticide	22248-79-9	0.005	mg/kg
Tetraconazole	Fongicide	112281-77-3	0.005	mg/kg
Thiabendazole	Fongicide	148-79-8	0.005	mg/kg
Thiacloprid	Insecticide	111988-49-9	0.005	mg/kg
Thiamethoxam	Insecticide	153719-23-4	0.005	mg/kg
Thiocyclam hydrogen oxalate	Insecticide	31895-22-4	0.005	mg/kg
Thiodicarb	Insecticide	59669-26-0	0.005	mg/kg
Thiofanox	Insecticide	39196-18-4	0.005	mg/kg
Thiometon	Insecticide	640-15-3		
Thiophanate ethyl	Fongicide	23564-06-9	0.005	mg/kg
Thiophanate methyl	Fongicide	23564-05-8	0.005	mg/kg
Tolclofos-methyl	Fongicide	57018-04-9	0.010	mg/kg
Tolfenpyrad	Insecticide	129558-76-5	0.005	mg/kg
Tolyfluanid	Fongicide	731-27-1	0.005	mg/kg
Triadimefon	Fongicide	43121-43-3	0.005	mg/kg
Triadimenol	Fongicide	55219-65-3	0.005	mg/kg
Triazophos	Insecticide	24017-47-8	0.005	mg/kg
Trichlorfon	Insecticide	52-68-6		
Tricyclazole	Fongicide	41814-78-2	0.005	mg/kg
Tridemorph	Fongicide	81412-43-3	0.005	mg/kg
Trifloxystrobin	Fongicide	141517-21-7	0.005	mg/kg
Triflumizole	Fongicide	68694-11-1	0.005	mg/kg
Triflumuron	Insecticide	64628-44-0	0.005	mg/kg
Triforine	Fongicide	26644-46-2	0.010	mg/kg
Triticonazol	Fongicide	131983-72-7	0.005	mg/kg
Valifenalate	Fongicide	283159-90-0		
Vamidothion	Insecticide	2275-23-2	0.005	mg/kg