

**VALIDATION TOTALE**

CODE SOP :	22/F/1248
Période de validation :	17/03/2010-31/03/2010
NOM DU DOSSIER /	ation Amitraz et ses produits de dégrad
Groupe principal :	forte teneur en eau
Sous groupe :	
Matrice :	poire

pesticides	MRL µg/kg	classe	Sensibilité méthode
DMPF	50	metabolite	ok
DMF	50	metabolite	ok
Amitraz	50	amidine	ok
DMA	50	metabolite	ok

**PARAMETRES DE VALIDATION (BELTEST I015 Rev.0)**

LINEARITE : en matrice

pesticides	Range (mg/kg)	r <sup>2</sup> lin	r <sup>2</sup> Quad	Mandells	Choix et commentaires
DMPF	0,01 à 1	0,995	0,9950	ordre 1	ordre 1
DMF	0,01 à 1	0,998	0,999	ordre 1	ordre 1
Amitraz	0,01 à 1	0,995	1	ordre 1	ordre 1
DMA	0,05 à 1	0,994	0,995	ordre 1	ordre 2 *

\* afin d'avoir un bon r<sup>3</sup> l'ordre 2 a été choisi

**EFFET DE MATRICE (3 injections par concentration solvant <-> extrait blanc)**

**Pesticides**

DMPF	o
DMF	n
Amitraz	o
DMA	o

**LOD (ng/g) / LOQ (ng/g)**

LOD cal : calculé sur base sur le rapport S/N de 3

LOD prat : LOD pratique qui tient compte de la MRL et d'une facilité de rapportage

*NB : le rapport signal sur bruit a volontairement été calculé sur un chromatogramme obtenu sur le LC-MS "sale" et à l'aide d'une colonne sur laquelle de nombreuses injections avaient été réalisées.*

	théorique		pratique	
	LOD	LOQ	LOD	LOQ
DMPF	1,4	2,8	5	10
DMF	1,9	3,9	5	10
Amitraz	0,3	0,5	5	10
DMA	6,8	13,6	25	50

chromatogrammes ci-après

**RENDEMENTS**

**Répétabilité et reproductibilité :**

rendements exprimés en %

	LOQ						point haut							
	concentrat ion	CVr	lim < 20 %	CVrw	lim < 20 %	recovery	entre 70- 120%?	concentrat ion	CVr	lim < 20 %	CVrw	lim < 20 %	recovery	entre 70- 120%?
DMPF	10,00	4,7	ok	7,0	ok	106,80	OK	50,00	2,8	ok	9,3	ok	100,24	OK
DMF	10,00	4,9	ok	10,2	ok	105,20	OK	50,00	1,7	ok	8,2	ok	107,24	OK
Amitraz	10,00	10,90	ok	12,2	ok	100,80	OK	50,00	7,5	ok	14,1	ok	106,60	OK
DMA	50,00	14,1	ok	14,2	ok	81,60	OK	200,00	9,3	ok	9,1	ok	77,50	OK
somme	107,68	6,2	ok	10,2	ok	91,90	OK	478,36	3,1	ok	6,4	ok	90,93	OK

rem : la somme, est la somme de l'amitraz et de ces métabolites exprimés en amitraz comme défini par la MRL (91/914/EEC)

**Spécificité et Sélectivité :**

La combinaison d'un UPLC et d'un triple quadropole assure une bonne sélectivité et une haute spécificité.

Le mode MSMS assure lui une très bonne spécificité. Tout pesticide quantifié est, de plus, confirmé par la présence d'une deuxième transition MSMS.

Pendant la validation, la confirmation a été vérifiée à LOQ pratique, et à un point haut

**Conclusion générale :** Calibration avec des extraits spikés, range de 0 à 1000 ppb LOD et LOQ de 5 et 10 ppb sauf pour le DMA de 25 et 50 ppb. très bon rendement, et très bonne rsd