

**VALIDATION TOTALE**

**CODE SOP :**

**Période de validation :**

**NOM DU DOSSIER /**

**Groupe principal :**

**Sous groupe :**

**Matrice :**

**Molécules :** **Glyphosate+ AMPA+ glufosinate**

\* MRL définies par le site Européen : EU pesticides data base (URL : [http://ec.europa.eu/sanco\\_pesticides/public/index.cfm](http://ec.europa.eu/sanco_pesticides/public/index.cfm) )

pesticides	MRL mg/kg*
Glyphosate	20
AMPA	
Glufosinate	0,1

**PARAMETRES DE VALIDATION (BELAC 2-104 Rev 2 2009)**

**LINEARITE :** sur avoine

pesticides	Lin	Quad	Mandell's	Choix et commentaires	
Glyphosate	0,9998	0,9999	ordre 1	ordre 2	meilleur R <sup>2</sup> en quadratic
AMPA	0,9952	0,9997	ordre 1	ordre 2	meilleur R <sup>2</sup> en quadratic
Glufosinate	0,9995	0,9997	ordre 1	ordre 2	meilleur R <sup>2</sup> en quadratic

**EFFET DE MATRICE**

pesticides	effet matrice
Glyphosate	non
AMPA	non
Glufosinate	non

**CONCLUSION :** L'effet de matrice est très prononcé en l'absence de standard interne mais très bien corrigé par la présence de ce dernier.

**LOD et LOQ**

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

LOD prat : LOD pratique qui tient compte du perte éventuelle de sensibilité et d'une facilité de rapportage

pesticides	LOD cal	LOD prat	LOQ cal	LOQ prat
Glyphosate	0,0021	0,0100	0,0042	0,0200
AMPA	0,0035	0,0100	0,0070	0,0200
Glufosinate	0,0011	0,0100	0,0022	0,0200

**RENDEMENTS**

**Répétabilité au niveau de la LOQ:**

rendements exprimés en %

pesticides	Ajout (mg/kg)	rendements exprimés en %								Moyenne	RSD	RSD<20%	T0-120%	Commentaires
		1	2	3	4	5	6	7	8					
Glyphosate	0,020	0,0178	0,0212	0,0196	0,0199	0,0221	0,0209	0,019	0,0212	<b>101,1</b>	6,9	OK	OK	
AMPA	0,020	0,0233	0,0215	0,0209	0,0244	0,0261	0,0241	0,0173	0,0231	<b>112,9</b>	11,9	OK	OK	
Glufosinate	0,020	0,0155	0,0144	0,0167	0,0151	0,0146	0,0146	0,0164	0,0155	<b>76,8</b>	5,5	OK	OK	sans SI

Commentaires :

**Répétabilité au niveau de 10x la LOQ:**

rendements exprimés en %

pesticides	Ajout (mg/kg)	rendements exprimés en %								Moyenne	RSD	RSD<20%	T0-120%	Commentaires
		1	2	3	4	5	6	7	8					
Glyphosate	0,200	0,1913	0,1909	0,176	0,1992	0,1935	0,1913	0,213	0,1923	<b>96,7</b>	5,3	OK	OK	
AMPA	0,200	0,2097	0,2207	0,2354	0,2059	0,206	0,2138	0,2371	0,1969	<b>107,8</b>	6,7	OK	OK	
Glufosinate	0,200	0,1214	0,1309	0,1249	0,1256	0,1209	0,1121	0,1257	0,131	<b>62,0</b>	4,9	OK	Not Ok	sans SI

Commentaires :

**Reproductibilité au niveau de la LOQ:**

rendements exprimés en %

pesticides	Ajout (mg/kg)	rendements exprimés en %								Moyenne	RSD	RSD<20%	T0-120%	Commentaires
		1	2	3	4	5	6	7	8					
Glyphosate	0,020	0,0196	0,0053	0,0235	0,0273	0,0218	0,0211			<b>113,3</b>	14,9	OK	OK	
AMPA	0,020	0,0209	0,0191	0,0218	0,0238	0,0213	0,0223			<b>110,1</b>	5,2	OK	OK	
Glufosinate	0,020	0,0167	0,014	0,0231	0,015	0,0134	0,0152			<b>83,4</b>	23,3	Not OK	OK	

Commentaires :

*répét. 3 au hasard  
not ok*

**Reproductibilité au niveau de 10x la LOQ:**

rendements exprimés en %

pesticides	Ajout (mg/kg)	rendements exprimés en %								Moyenne	RSD	RSD<20%	T0-120%	Commentaires
		1	2	3	4	5	6	7	8					
Glyphosate	0,200	0,176	0,0384	0,1964	0,1954	0,1941	0,2072			<b>96,9</b>	6,7	OK	OK	
AMPA	0,200	0,2354	0,1499	0,2059	0,2106	0,2058	0,203			<b>106,1</b>	6,6	OK	OK	
Glufosinate	0,200	0,1249	0,1574	0,2235	0,1669	0,1266	0,1742			<b>81,6</b>	25,0	Not OK	OK	

Commentaires :

*répét. 3 au hasard  
not ok*

**Spécificité et Sélectivité :**

La combinaison d'un UPLC et d'un triple quadropole assure une bonne sélectivité et une haute spécificité.  
L'UPLC assure une chromatographie présentant des pics très fins. Le risque de coélution est donc fortement réduit.  
Le mode MSMS assure lui une très bonne spécificité. Tout pesticide quantifié est, de plus, confirmé par la présence d'une deuxième transition MSMS.  
Le rapport des ions en comparaison avec un standard et doit répondre aux critères définis dans le document SANCO/10684/2009  
Pendant la validation, la confirmation a été vérifiée à LOQ Prat et 10x LOQ

**Conclusion générale :** Calibration avec des standards dérivatisés, range de 0 à 500 ppb. LOD et LOQ de 10 et 20 ppb  
Très bons résultats de validation