

VALIDATION TOTALE

CODE SOP :

Période de validation :

NOM DU DOSSIER /

Groupe principal :

Sous groupe :

Matrice :

Molécules :

Pesticides	MRL µg/kg (ttes graisses)	MRL µg/kg (bœuf)
<i>bifenthrine</i>	50,0	100,0
<i>x-cyhalo</i>	500,0	
<i>perme</i>	500,0	
<i>cyper</i>	200,0	
<i>flucyt</i>	50,0	
<i>fenv</i>	200,0	
<i>d-meth</i>	500,0	

PARAMETRES DE VALIDATION (BELTEST I015 Rev.0)

LINEARITE :

pesticides	Range (ng/ml)	Range (µg/kg)	Coef. r ²	Commentaires
Bifen	10 à 200	50 à 500	0,99931	Clairement visible ordre 2
x-cyhalo	10 à 200	50 à 500	0,99992	Clairement visible ordre 2
permeth cis	10 à 200	50 à 500	0,99933	
permeth trans	10 à 200	50 à 500	0,99979	Clairement visible ordre 2
cyper 1	10 à 200	50 à 500	0,99948	
cyper 2	10 à 200	50 à 500	0,99937	
cyper 3	10 à 200	50 à 500	0,99844	
cyper 4	10 à 200	50 à 500	0,99958	
flucy 1	10 à 200	50 à 500	0,99931	Clairement visible ordre 2
flucy 2	10 à 200	50 à 500	0,99828	Clairement visible ordre 2
fenv 1	10 à 200	50 à 500	0,99988	
fenv 2	10 à 200	50 à 500	0,99900	
d-meth	10 à 200	50 à 500	0,99992	Clairement visible ordre 2

EFFET DE MATRICE (solvant <> extrait blanc)

pesticides	t-test (α=0,05)	t-table	significatif ?
Bifen	4,96	2,04	OUI
x-cyhalo	14,56	2,04	OUI
permeth cis	12,87	2,04	OUI
permeth trans	8,96	2,04	OUI
cyper 1	14,72	2,04	OUI
cyper 2	9,55	2,04	OUI
cyper 3	9,67	2,04	OUI
cyper 4	12,60	2,04	OUI
flucy 1	14,41	2,04	OUI
flucy 2	16,45	2,04	OUI
fenv 1	17,26	2,04	OUI
fenv 2	12,17	2,04	OUI
d-meth	10,04	2,04	OUI

CONCLUSION : ordre 2 choisi pour toutes les molécules
 effet de matrice clairement présent => étalonnage à l'aide standard en matrice

LOD (µg/kg)

LOD cal : calculé sur base d'un rapport S/N de 3

LOD prat : LOD cohérente qui tient compte d'une perte de sensibilité

LOQ (µg/kg)

LOQ cal : calculé sur base d'un rapport S/N de 6

pesticides	LOD cal	LOD Prat
Bifen	13,5	20
x-cyhalo	2,7	5
permeth cis	39,2	50
permeth trans	23,1	50
cyper 1	8,5	12,5
cyper 2	6,4	12,5
cyper 3	12,4	12,5
cyper 4	9,4	12,5
flucy 1	6,8	12,5
flucy 2	8,0	12,5
fenv 1	5,6	12,5
fenv 2	11,8	12,5
d-meth	8,0	12,5

pesticides	LOQ cal	LOQ Prat
Bifen	27,0	40,0
x-cyhalo	5,4	10,0
permeth cis	78,3	100,0
permeth trans	46,2	100,0
cyper 1	17,1	25,0
cyper 2	12,8	25,0
cyper 3	24,8	25,0
cyper 4	18,7	25,0
flucy 1	13,5	25,0
flucy 2	16,0	25,0
fenv 1	11,1	25,0
fenv 2	23,5	25,0
d-meth	16,0	25,0

RENDEMENTS**Répétabilité :**

rendements exprimés en %

a) 0,5 MRL

pesticides	Ajout (µg/kg)	Moyenne	RSD	2/3 Hz	RSD<2/3 Hz	70-110
bifenthrine	51,058	88,00	13,59	14,7	OK	OK
x-cyhalo	251,063	99,00	5,90	13,1	OK	OK
perme	256,278	88,00	7,32	13,1	OK	OK
cyper	102,175	97,00	3,04	14,7	OK	OK
flucyt	26,040	101,00	6,35	14,7	OK	OK
fenv	99,620	101,00	3,90	14,7	OK	OK
d-meth	25,349	101,00	1,99	14,7	OK	OK

b) MRL

pesticides	Ajout (µg/kg)	Moyenne	RSD	2/3 Hz	RSD<2/3 Hz	70-110
bifenthrine	102,116	91,00	3,07	14,7	OK	OK
x-cyhalo	502,125	115,00	6,39	11,6	OK	Not Ok
perme	512,555	92,00	3,36	11,8	OK	OK
cyper	204,350	101,00	4,34	13,5	OK	OK
flucyt	52,080	101,00	3,65	14,7	OK	OK
fenv	199,241	106,00	6,06	13,5	OK	OK
d-meth	50,699	98,00	7,97	14,7	OK	OK

accepté

c) 1,5 MRL

pesticides	Ajout (µg/kg)	Moyenne	RSD	2/3 Hz	RSD<2/3 Hz	70-110
bifenthrine	153,174	91,00	7,19	14,3	OK	OK
x-cyhalo	753,188	106,00	2,81	11,0	OK	OK
perme	768,833	90,00	4,33	11,1	OK	OK
cyper	306,526	103,00	4,52	12,7	OK	OK
flucyt	78,120	102,00	4,50	14,7	OK	OK
fenv	298,861	109,00	5,36	12,6	OK	OK
d-meth	76,048	102,00	7,13	14,7	OK	OK

d) Complément Deltaméthrine MRL 500 ppb

pesticides	Ajout (µg/kg)	Moyenne	RSD	2/3 Hz	RSD<2/3 Hz	70-110
d-meth	507,000	110,00	11,83	11,81	Not OK	OK

accepté

Commentaires : Valeur moyenne obtenue à l'aide du fichier 22n16 v5_r & Rw calculation sheet (ISO 5725-2)

Reproductibilité :

a) 0,5 MRL

pesticides	Ajout (µg/kg)	Moyenne	RSD	Hz	RSD< Hz	70-110
bifenthrine	51,058	88,00	13,59	22,0	OK	OK
x-cyhalo	251,063	99,00	5,90	19,7	OK	OK
perme	256,278	88,00	7,32	19,6	OK	OK
cyper	102,175	97,00	5,51	22,0	OK	OK
flucyt	26,040	101,00	8,81	22,0	OK	OK
fenv	99,620	101,00	5,45	22,0	OK	OK
d-meth	25,349	101,00	12,63	22,0	OK	OK

b) MRL

pesticides	Ajout (µg/kg)	Moyenne	RSD	Hz	RSD< Hz	70-110
bifenthrine	102,116	91,00	4,74	22,0	OK	OK
x-cyhalo	502,125	115,00	8,90	17,4	OK	Not Ok
perme	512,555	92,00	6,81	17,7	OK	OK
cyper	204,350	101,00	4,34	20,3	OK	OK
flucyt	52,080	101,00	4,23	22,0	OK	OK
fenv	199,241	106,00	6,06	22,6	OK	OK
d-meth	50,699	98,00	10,46	22,0	OK	OK

accepté

c) 1,5 MRL

pesticides	Ajout (µg/kg)	Moyenne	RSD	Hz	RSD< Hz	70-110
bifenthrine	153,174	91,00	11,35	21,2	OK	OK
x-cyhalo	753,188	106,00	8,29	16,6	OK	OK
perme	768,833	90,00	4,71	16,6	OK	OK
cyper	306,526	103,00	6,56	19,1	OK	OK
flucyt	78,120	102,00	4,74	22,0	OK	OK
fenv	298,861	109,00	6,53	18,9	OK	OK
d-meth	76,048	102,00	10,16	22,0	OK	OK

Commentaires : Valeur moyenne voir répétabilité (obtenue à l'aide du fichier 22n16 v5_r & Rw calculation sheet (ISO 5725-2))

CC alfa et Ccbeta :

pesticides	Graisse de porc		Graisse de bœuf	
	CCa	CCb	CCa	CCb
bifenthrine	60,1	70,4	113,1	130,8
x-cyhalo	531,9	568,4		
perme	547,9	606,8		
cyper	210,9	223,0		
flucyt	55,7	62,2		
fenv	210,6	222,6		
d-meth	608,6	717,2		

Complément autres graisses: Poulet

pesticides	Ajout (µg/kg)	Rendement
bifenthrine	102,1	110,46
x-cyhalo	100,4	110,54
perme	190,5	112,15
cyper	102,2	112,06
flucyt	104,2	106,18
fenv	99,6	106,30
d-meth	50,7	108,88

Commentaires : Test effectué sur de la graisse de poulet à l'aide d'une linéarité poulet
Dans le cas d'analyse sur une autre matrice, il faudra effectuer une linéarité dans cette matrice pour la quantification (cf SOP22/F/1239)

Spécificité et Sélectivité :

Par sa sélectivité aux composés halogénés, le détecteur ECD augmente la spécificité de la méthode. De plus, tout échantillon positif est confirmé à l'aide d'une injection sur colonne différente (HT-8 ou DB1701) et/ou par spectrométrie de masse comme l'exige la directive 2002/657/CE.

Conclusion générale :

Validation ok pour les pyréthroides concernés dans la graisse. Attention une linéarité doit être effectuée dans le même type de graisse.