

Note Technique

Travaux financés par le dispositif PPV de l'Anses, l'AFB dans le cadre du plan Ecophyto et co-financés par le ministère chargé de l'environnement

PROTOCOLE DE MESURE DES PESTICIDES DANS L'AIR AMBIANT DE LA CAMPAGNE EXPLORATOIRE NATIONALE (2018-2019)

F. MARLIERE (LCSQA/INERIS)

1. SYNTHÈSE

La mise en place d'une surveillance des résidus de pesticides dans l'air au niveau national est une priorité définie dans le cadre du plan d'action gouvernemental sur les produits phytopharmaceutiques et du plan national de réduction des émissions de polluants atmosphériques (PREPA) 2017-2021.

Dans un rapport d'expertise publié en octobre 2017, suite à une saisine des ministères en charge de l'agriculture, de l'écologie, de la santé et du travail, l'Anses a fait des recommandations sur la conduite et les modalités de mise en œuvre d'une campagne exploratoire de mesures sur une année complète afin de mieux connaître l'exposition chronique de la population générale et de définir à terme une stratégie de surveillance des pesticides dans l'air.

En préparation de cette campagne, un protocole de mesure harmonisé sur l'ensemble du territoire national, financé par l'Agence Française de la Biodiversité (AFB) au sein du plan Ecophyto (LCSQA/INERIS DRC-18-174282-07109A), a été défini sur la base de validations métrologiques menées par l'INERIS, dans le cadre de ses travaux pour le LCSQA, en lien avec deux associations agréées de surveillance de la qualité de l'air (AASQA), Atmo Grand Est et Air PACA, et des recommandations de l'Anses.

Cette note de synthèse reprend les éléments techniques principaux de ce protocole harmonisé ainsi que le résultat des échanges et travaux entre les partenaires mobilisés (de décembre 2017 à juin 2018) pour cette campagne exploratoire (AASQA, LCSQA/INERIS et Anses) qui ont permis d'aboutir au protocole de mesure mis en œuvre dans cette campagne (juin 2018 à juin 2019).

Les principaux éléments du protocole reposent sur les points suivants :

- la sélection de 81 substances parmi la liste de 89 substances prioritaires de l'Anses
- la sélection de 50 sites de mesures répartis sur le territoire national (métropole + DROM) selon la production agricole (40% de sites en grandes cultures, 22% de sites viticoles, 18% de sites arboricoles, 14% de sites en maraichage et 6% de sites d'élevage) et les zones d'habitation (52% de sites urbains/péri-urbains et 48% de sites ruraux)
- une fréquence d'échantillonnage répartie sur l'année, variant de 1/mois à plusieurs/semaine en fonction des traitements et des substances mesurées
- un échantillonnage hebdomadaire sur préleveur Partisol équipé d'une coupure granulométrique PM₁₀ pour les substances semi-volatiles
- un échantillonnage de 48h sur préleveur Digitel équipé d'une coupure granulométrique PM₁₀ pour le glyphosate et ses dérivés
- une configuration de piégeage sur filtre et mousse de polyuréthane (PUF)
- la sous-traitance analytique des échantillons confiée via la passation d'un marché à un seul laboratoire, et permettant ainsi d'avoir des limites de quantifications uniques pour les substances recherchées.

2. CONTEXTE

La mise en place d'une surveillance des résidus de pesticides dans l'air au niveau national est une priorité définie dans le cadre du plan d'action gouvernemental sur les produits phytopharmaceutiques et du plan national de réduction des émissions de polluants atmosphériques (PREPA) 2017-2021.

2.1 Campagne exploratoire nationale

Dans un rapport d'expertise publié en octobre 2017¹, suite à une saisine des ministères en charge de l'agriculture, de l'écologie, de la santé et du travail, l'Anses a fait des recommandations sur la conduite et les modalités de mise en œuvre d'une campagne exploratoire de mesures sur l'ensemble du territoire national, DROM inclus, sur une année complète afin d'évaluer l'exposition chronique de la population générale aux pesticides dans l'air.

Cette campagne doit permettre :

- d'obtenir des premières données de contamination de l'air ambiant par les pesticides, homogènes pour l'ensemble des mesures réalisées (métropole et DROM-COM). Les résultats ainsi obtenus sont essentiels à la PhytoPharmacoVigilance (PPV)² pour avoir un premier niveau de fond permettant de détecter d'éventuels signaux (taux de quantification élevé, hausse des concentrations, etc.) ou de les comparer avec des données recueillies dans le cadre d'études spécifiques, visant à évaluer l'exposition de populations vivant à proximité des sources d'émission de pesticides notamment la future étude sur l'exposition aux pesticides des riverains en zones agricoles qui sera réalisée prochainement par l'Anses et Santé publique France) ;
- d'optimiser le choix des sites de mesure, la stratégie d'échantillonnage ainsi que les modalités de prélèvement et d'analyses en vue de la mise en place d'une surveillance nationale pérenne des pesticides dans l'air ambiant.

Un partenariat a été mis en place entre l'Anses, la Fédération ATMO France et l'INERIS, en tant que membre du LCSQA (Laboratoire central de surveillance de la qualité de l'air), pour la définition et la réalisation de cette campagne (convention PPV). Plus spécifiquement :

- le LCSQA/INERIS, en tant que coordonnateur de la campagne, assure l'appui technique nécessaire aux mesures, pilote l'analyse des échantillons et exploitera les données avec l'appui des différents partenaires. Il a par ailleurs été chargé d'élaborer le protocole de mesure harmonisé sur l'ensemble du territoire national déployé pour cette campagne ;

¹ Anses (2017). Proposition de modalités pour une surveillance des pesticides dans l'air ambiant : Avis de l'Anses et Rapport d'expertise collective.

² La phytopharmacovigilance (PPV) est un dispositif prévu par l'article 50 de la loi n°2014-1170 d'avenir pour l'agriculture, l'alimentation et la forêt (LAAAF) du 13 octobre 2014 et organisé par l'Anses. L'objectif de la PPV est de surveiller les effets indésirables des produits phytopharmaceutiques (PPP) sur l'homme, la faune, la flore et l'environnement.

- les associations agréées de surveillance de la qualité de l'air (AASQA), fédérées au sein d'ATMO France, sont en charge d'effectuer les prélèvements et d'apporter leur expertise territoriale pour la mise en œuvre la campagne au niveau local ;
- l'Anses apporte son soutien scientifique et finance la campagne via le dispositif PPV, avec un co-financement du Ministère en charge de l'écologie en termes d'investissement pour le matériel de prélèvement nécessaire.

2.2 Plan de campagne national harmonisé

En préparation de cette campagne, un protocole de mesure harmonisé sur l'ensemble du territoire national, financé par l'Agence Française de la Biodiversité (AFB) au sein du plan Ecophyto, a été défini sur la base de validations métrologiques menées par l'INERIS, dans le cadre de ses travaux pour le LCSQA, en lien avec deux associations agréées de surveillance de la qualité de l'air, et des recommandations de l'Anses. Ces validations ont été réalisées lors de deux campagnes *in situ* en 2017, sur deux sites distincts, avec la collaboration active d'Atmo Grand-Est et Air PACA. Le détail de ces travaux et leur exploitation sont disponibles dans le rapport associé³ et la liste des substances étudiées, au nombre de 55 est disponible en Annexe 1.

Cette note de synthèse reprend les éléments techniques principaux du protocole harmonisé ainsi que le résultat des échanges et travaux entre les partenaires de la convention PPV afin d'aboutir au protocole de mesure mis en œuvre dans la campagne exploratoire.

Cette note précise notamment :

- la liste des substances à mesurer sur la base du rapport de l'Anses et en tenant en compte la faisabilité analytique ;
- les prescriptions métrologiques du prélèvement des échantillons jusqu'à leur analyse ;
- la couverture temporelle à assurer ;
- le nombre de points de prélèvement retenus et leur implantation (choix des sites) ;
- les métadonnées à renseigner lors des prélèvements et de l'analyse ;
- le processus de sélection du laboratoire d'analyse pour la campagne exploratoire nationale.

³ LCSQA/INERIS DRC-18-174282-07109A

3. SELECTION DES SUBSTANCES

3.1 Recommandations de l'Anses

La liste finale des substances « hautement prioritaires » ou « prioritaire » à surveiller définie par l'Anses dans son rapport relatif aux « Propositions de modalités pour une surveillance des pesticides dans l'air ambiant »² comprend 89 substances (dont code couleur est explicité en 3.2), tous territoires confondus :

2,4 D	Chlorpyrifos-methyl	Epoxiconazole	Linuron	Prochloraz
2,4 DB	Clomazone	Ethion	Mancozebe	Propyzamide
Abamectine	Cymoxanil	Ethoprophos	Manebe	Prosulfocarbe
Acetochlore	Cypermethrine et zeta	✓ Etofenprox	Metamitrone	Pyrimethanil
✓ Aldrine	cypermethrine	✓ Fenarimole	Métazachlor	Pyrimicarbe
Amitrole	Cyproconazole	Fenpropidine	Metiram	✓ Quinmerac
Bifenthrine	Cyprodinil	Fipronil	Metribuzine	S-metolachlor
Boscalid	Deltaméthrine	Fluazinam	✓ Mirex	Spiroxamine
✓ Bromadiolone	✓ Dicamba	✓ Flumetraline	Myclobutanil	Tebuconazole
Bromoxynil	✓ Dicloran	✓ Fluopyram	Oryzalin	Tebuthiuron
✓ Butralin	Dicofol	Folpel	Oxadiazon	Tembotrione
Carbetamide	Dieldrin	✓ ** Glufosinate	Oxyfluorène	Terbuthryne
✓ Chlordane (cis, trans)	Difenoconazole	** Glyphosate	Pendimethaline	Thirame
Chlordécone	Diflufenican	✓ Heptachlore	✓ Pentachlorophenol	Tolyfluanide
Chlormequat	Dimethenamid-p	Iprodione	Permethrine	Toxaphene
Chlorothalonil	Dimethoate	Lambda-cyhalothrine	Phosmet	Triadimenol
Chlorpropham	Diuron	Lenacil	✓ Piclorame	Triallate
Chlorpyrifos	✓ Endrin	Lindane	Piperonyl Butoxide	Trifloxystrobin

3.2 Examen des substances actives

38 substances de la liste ci-dessus faisaient partie de la liste des substances étudiées lors des validations métrologiques réalisées pour l'élaboration du protocole harmonisé (cf. 1.2). Les autres substances répertoriées ont fait l'objet d'une consultation auprès des laboratoires nationaux aux compétences reconnues afin de disposer d'un avis sur la faisabilité technique de leur mesure.

Pour cette liste de 89 substances, il ressort :

- des substances non retenues pour la campagne exploratoire :

il s'agit des substances identifiées en **rouge** dans la liste ci-dessus. Elles n'ont pas été retenues en raison d'un faible niveau de fiabilité de l'analyse, de la nécessité d'un prélèvement dédié et/ou d'une extraction spécifique, ou qui demanderait un développement analytique lourd non compatible avec les impératifs de délais et de validation demandés pour la campagne exploratoire (cas par exemple des dithiocarbamates (manèbe, mancozèbe, métiram, thiram) dont l'analyse à l'heure actuelle ne permet pas leur séparation (mesure globale de la famille chimique) et pour lesquels un traitement spécifique de l'échantillon est nécessaire).

- des substances devant faire l'objet de tests d'efficacité de piégeage sur les supports :

il s'agit des substances identifiées en **bleu**, n'ayant pas fait l'objet des tests demandés par la norme NF XPX 43058⁴ qui visent à préciser l'efficacité de piégeage des dispositifs de prélèvement mis en œuvre pour chacune des substances. Ces tests seront menés par l'INERIS, dans le cadre de son programme de travail annuel pour le LCSQA ;

- des substances aux caractéristiques spécifiques :

il s'agit des substances marquées ** présentant des caractéristiques physico-chimiques qui les distinguent des autres, et nécessitent d'être considérées séparément lors des phases de prélèvement et de stockage.

Au global, **81 substances sont retenues sur les 89 prioritaires initiales**. Ces substances seront recherchées tout au long de la campagne et ce quel que soit le territoire.

⁴ Dosage des substances phytosanitaires (pesticides) dans l'air ambiant - Prélèvement actif

4. PRESCRIPTIONS METROLOGIQUES DU PRELEVEMENT A L'ANALYSE

4.1 Recommandations de l'Anses

Dans son rapport⁵, l'Anses fait les prescriptions métrologiques suivantes :

- obtenir des concentrations moyennes pour chaque période d'exposition ;
- pas de contraintes de durée lié à l'objectif, celui-ci devra être adapté selon les contraintes analytiques et les incertitudes associées ; prélever en simultané mais sur des supports de collecte séparés et placés en série puis d'**analyser conjointement les deux phases** (gazeuse et particulaire) de l'air. Pour la voie cutanée, des résultats d'analyses séparés pour les fractions gazeuse et particulaire de l'air sont nécessaires. ;
- utiliser une **coupure granulométrique (tête de prélèvement PM₁₀ suggérés)** pour évaluer la fraction de particules inhalées.

Pour définir les techniques de prélèvement et d'analyse à mettre en œuvre pour répondre aux prescriptions émises, elle recommande d'utiliser les résultats des tests métrologiques en fonction du comportement des substances et des incertitudes liées aux méthodes de prélèvements et d'analyses.

4.2 Choix techniques pour le prélèvement et l'analyse

Deux cas de figure sont à distinguer ici : les choix relatifs aux substances semi-volatiles et ceux dédiés au glyphosate et ses dérivés.

4.2.1 Substances semi-volatiles

Les choix techniques retenus pour la campagne exploratoire pour ce type de substances sont calqués sur ceux issus du protocole harmonisé élaboré dans le cadre du plan Ecophyto qui apporte des réponses aux interrogations métrologiques subsistant sur le prélèvement et l'analyse des pesticides, dont certaines avaient été mises en évidence dès 2010 dans un rapport de l'Observatoire des résidus de pesticides (recommandations et perspectives pour une surveillance nationale de la contamination de l'air par les pesticides).

En l'occurrence, les interrogations portaient sur :

- l'influence du préleveur (débit de prélèvement, durée) ;
- l'influence de la tête de prélèvement (coupure granulométrique) ;
- l'influence des supports de prélèvements ;
- l'influence de la sous-traitance analytique (« effet laboratoire ») ;
- l'estimation de l'incertitude de mesure globale ;
- l'impact d'une quantification par phase de répartition (gazeuse distincte de particulaire) en comparaison à une analyse globale des deux phases.

⁵ Anses (2017). Avis et rapport de l'Anses relatifs à une proposition de modalités pour une surveillance des pesticides dans l'air. Maisons-Alfort. 306 pages.

L'exploitation des résultats des validations métrologiques (plan Ecophyto) a conduit à des conclusions identiques pour les deux sites d'études (Atmo Grand Est et Air PACA). L'ensemble des résultats a été discuté lors d'une réunion de travail organisée par le LCSQA/INERIS avec l'Anses, les deux AASQA impliquées et Lig'Air (au titre de référent pesticides AASQA avec Atmo Grand-Est) et lors d'une réunion du comité de pilotage « pesticides », organisée par le BQA et le l'INERIS, avec la présence des représentants AASQA des tétra-groupes, d'Air PACA, de l'Anses et du LCSQA), pour aboutir aux conclusions suivantes :

- la comparaison de la moyenne des six prélèvements du DA80 (5x24h + 1x48h) avec la concentration hebdomadaire obtenue avec le Partisol ne faisait pas apparaître de différence importante en termes de détection et de quantification. **Les prélèvements doivent donc réalisés sur une durée hebdomadaire, à l'aide de préleveurs Partisol (2000, 2000i, Plus 2025, Plus 2025i) associés à des cartouches de prélèvement monobloc en Teflon qui permettent de faciliter les manipulations lors de la mise en œuvre des prélèvements (gain en temps) et de limiter les risques de contamination ;**
- la comparaison des concentrations mesurées en TSP, PM₁₀ et PM_{2,5} ne faisait pas apparaître d'influence significative sur les résultats (pour rappel, les substances recherchées étaient majoritairement sous forme gazeuse dans l'air ambiant (estimation basée sur les constantes de Henry)). Toutefois, compte-tenu des pratiques en termes d'évaluation de risques sanitaires, et du fait que la liste des 89 substances définie *in fine* par l'Anses comporte des substances de faible volatilité (donc susceptibles d'être majoritairement présentes dans la phase particulaire), **la coupure PM10 a été retenue en vue d'une interprétation sanitaire ;**
- la vérification de l'apport de la résine XAD2 combinée à la mousse en situation de terrain, sans résine : montre l'absence de différence significative sur les substances d'intérêt majeur. Compte-tenu du risque de complication dans la gestion de la préparation des échantillons au laboratoire avec l'introduction de la résine, la configuration de piégeage retenue est filtre (quartz, diamètre 47mm) et mousse PUF ;
- **l'estimation de l'incertitude moyenne globale** (extraction/analyse + prélèvement) associée à la concentration mesurée, basée sur les écart-types relatifs de l'ensemble des substances, **a été estimée à 10-15 % pour les prélèvements sur Partisol, et à 20-25 % pour les prélèvements sur DA80 ;**
- l'examen des résultats de l'analyse d'extraits identiques par deux laboratoires distincts, et reconnus dans le domaine des pesticides, révèle une distorsion apportée par le traitement analytique (technique d'extraction, marqueurs d'extraction, chaîne analytique,...) caractérisée par des différences de détection de certaines substances et des écarts de quantification. Afin de s'en affranchir et de faciliter l'exploitation des données au niveau national, le choix a été fait de **confier l'analyse des échantillons de la campagne exploratoire à un seul laboratoire**, sélectionné selon des critères définis au chapitre 8 ;
- l'analyse distincte des phases particulaire et gazeuse ne montre pas de différence notable avec l'analyse globale, notamment en termes de détection et de quantification de substances, et restent dans le domaine d'incertitude de l'analyse globale. **La faisabilité d'un traitement analytique distinct des phases a été validée.**

4.2.2 Glyphosate et dérivés

Le glyphosate, le glufosinate et l'AMPA (principal métabolite du glyphosate) ne faisaient pas partie des substances visées par les validations métrologiques menées pour l'élaboration du protocole harmonisé. Ainsi, les choix techniques retenus pour ces substances pour la campagne exploratoire sont issus de travaux de l'INERIS en air intérieur et extérieur⁶ (Rapport INERIS-DRC-12-108763-13438B), complétés par une note méthodologique du LCSQA relative à la méthodologie de prélèvement et d'analyse du glyphosate dans l'air ambiant disponible sur le site du LCSQA⁷.

Ainsi, ces substances (glyphosate, glufosinate, AMPA) devront être prélevées sur préleveur DA80, avec la même coupure granulométrique que pour les substances semi-volatiles (PM₁₀), sur filtre quartz (150 mm) durant 48h. Les tests de conservation ont montré que les échantillons pouvaient rester dans le préleveur après prélèvement. Leur collecte se fera donc de manière hebdomadaire, en même temps que les prélèvements sur Partisol (substances semi-volatiles).

Le plan de campagne fourni en Annexe 2 décrit en détail toutes les étapes relatives à la mise en œuvre de ces choix techniques, complétées des procédures d'assurance et de contrôle qualité à assurer (maintenance, réglage de débits, réalisation de blancs, conditions de stockage et d'expédition des échantillons, ...).

⁶ INERIS (2012). Métrologie du glyphosate et de ses métabolites en air intérieur et extérieur : tests de dispositifs de prélèvements actifs : Appui technique dans le cadre du programme mis en œuvre par Atmo Nord-Pas-de-Calais pour la surveillance des pesticides dans l'air intérieur de logements d'exploitations agricoles. Rapport référencé INERIS-DRC-12-108763-13438B.

⁷ <http://www.lcsqa.org/rapport/2012/ineris/methodologie-prelevement-analyse-glyphosate-air-ambiant>.

5. REPRESENTATIVITE SPATIALE

5.1 Recommandations de l'Anses

Les recommandations issues du rapport de l'Anses⁸ en termes de stratégie d'échantillonnage spatial sont de :

- considérer **plusieurs sites de prélèvements pour chacune des situations d'exposition** sur l'ensemble du territoire et de tenir compte de l'expérience et l'expertise locale ;
- réaliser des **mesures sur des sites de fond** pour chacune des 10 situations d'exposition définies ;
- définir les critères à prendre en compte pour distinguer : sites urbains/sites ruraux ; sites de « fond »/« sous influence », profil agricole (% culture), afin d'assurer une homogénéité de la classification des sites d'implantation sur le territoire pour la campagne exploratoire.

5.2 Sélection des sites

A nouveau, deux cas de figures doivent être distingués : les sites relatifs aux substances semi-volatiles et ceux dédiés à la mesure du glyphosate et de ses dérivés.

5.2.1 Sites pour les substances semi-volatiles

5.2.1.1 Propositions AASQA

Dans un 1^{er} temps, les AASQA ont identifié une première liste de sites potentiels, répondant à des situations d'exposition diverses, sur la base d'une hypothèse de travail de deux sites par ancienne région administrative, l'un de typologie urbaine et l'autre de typologie rurale.

5.2.1.2 Définition des critères de sélection des sites

Dans un 2^{ème} temps, des critères ont été définis afin d'assurer une représentativité spatiale des sites par rapport aux profils agricoles (grande culture, arboriculture, viticulture, maraîchage et élevage) et à leur typologie (site urbain voire périurbain / site rural), soit les 10 situations d'exposition définies par l'Anses.

SOUHAIT DE REPARTITION NATIONALE DES SITES EN FONCTION DES SITUATIONS D'EXPOSITION :

Concernant la répartition des sites en fonction de ces 10 situations d'exposition, il a été considéré qu'il convenait :

- d'avoir un équilibre entre les sites ruraux et les sites urbains/périurbains en raison de la diversité des situations en termes de concentrations attendues, a priori plus importante pour les sites ruraux que pour les sites urbains/péri-urbains mais ces derniers permettant de couvrir des situations d'exposition concernant un plus grand nombre d'individus ;

⁸ Anses (2017). Avis et rapport de l'Anses relatifs à une proposition de modalités pour une surveillance des pesticides dans l'air. Maisons-Alfort. 306 pages.

- d'avoir *a minima* plusieurs sites de mesures par situations d'exposition tout en répartissant de répartir le nombre de point de mesures par types de cultures en fonction d'une part de la SAU (surface agricole utile) au niveau du territoire national et d'autre part de la diversité des pratiques agricoles.

Sur la base de ces éléments, il a été proposé de viser la répartition nationale présentée dans le tableau 1 pour la métropole (avec un nombre de sites total compris entre 40 et 45 en fonction des choix faits pour les DROM et pour le glyphosate).

Tableau 1 : Répartition nationale des sites souhaitée par l'Anses selon leur profil agricole et leur typologie

Profil agricole	% SAU / profil agricole au national	Urbain/Périurbain	Rural	Total
Grandes Cultures	51,3	7	7	14
Viticulture	2,9	5	5	10
Arboriculture	0,7	4	4	8
Maraîchage	0,8	3	3	6
Elevage	(non calculé)	2	2	4
Total	-	21	21	42

Pour les DROM, il a été proposé de considérer uniquement les types de culture pertinents et de prévoir 1 voire 2 sites par territoire (si jugé pertinent).

CHOIX DES ZONES D'IMPLANTATION PAR SITUATION D'EXPOSITION :

Afin d'identifier les départements pertinents pour chaque profil agricole :

- les données de SAU par culture issues de l'Agreste (recensement agricole 2010) ont été considérées et notamment :
 - **le pourcentage (%) de la SAU du territoire consacrée à la culture par rapport à la SAU totale du territoire** : les départements pour lesquels le % de SAU dédié à la culture au niveau de ce territoire était plus important que le % de SAU dédié à la culture au niveau national ont été considérés comme pertinents ;
 - **le pourcentage de la SAU de la culture du territoire par rapport à la SAU de la culture au niveau national** : les départements pour lesquels ce % était supérieur à la moyenne de la distribution pour l'ensemble des départements étaient considérés comme pertinents. Ceux supérieurs au percentile 90 (p90) de la distribution ou considérés comme pertinents sur l'ensemble des deux critères ont été considérés comme prioritaires ;
- les données sur le nombre de têtes de bétail issues de l'Agreste (recensement agricole 2010) ont été considérées pour les aspects liés à l'élevage et notamment :
 - **le nombre total de têtes de bétail pour chaque territoire** : les départements pour lesquels le nombre de têtes pour le territoire était supérieur à la moyenne de la distribution pour l'ensemble des territoires ont été considérés comme pertinents et ceux supérieurs au p90 ont été considérés comme prioritaires ;
 - **le nombre de tête pour chaque famille bétail pour chaque territoire** : les départements pour lesquels le nombre de têtes pour le territoire était supérieur au p90 de la distribution pour l'ensemble des territoires ont été considérés comme pertinents. Si le nombre de têtes total était supérieur à la moyenne de la distribution et que le nombre de tête pour une famille était supérieur au p90, le département a été considéré comme prioritaire.

Afin d'identifier, pour un territoire donné, s'il était plus pertinent de considérer des **sites urbains ou ruraux**, les éléments suivants ont été étudiés :

- le pourcentage de communes urbaines pour chaque territoire (données issues de l'INSEE) par rapport au nombre total de communes sur le territoire : les départements pour lesquels ce % était supérieur à celui observé au niveau national ont été considérés comme pertinents ;
- le pourcentage d'habitants vivant dans des communes urbaines pour chaque territoire par rapport au nombre total d'habitants de la commune : les départements pour lesquels ce % était supérieur à celui observé au niveau national ont été considérés comme pertinents.

5.2.1.3 Sélection des sites

Les sites proposés par les AASQA ont ensuite été comparés à ces critères de sélection et il a été proposé de :

- conserver le site quand celui-ci se trouvait sur un département pertinent ou prioritaire ;
- de ne pas garder le site dans le cas contraire, et de demander à l'AASQA concernée de proposer un nouveau site dans la même région en fonction des priorités en termes de profil agricole pour le département. Des indications sur le type de sites (urbain/rural) ont également été apportées ;
- de vérifier que pour chaque région, au moins un département considéré comme prioritaire pour un type de profil agricole disposait d'un site ;
- ne garder qu'un site par DROM.

Au final, la répartition présentée dans le tableau 2 a été stabilisée pour la métropole, en tenant compte également des possibilités de recrutement par les AASQA des sites souhaités. L'adéquation entre les souhaits de répartition des sites et la répartition finale peut être soulignée, avec un léger déficit en sites arboricoles urbain et une légère sur-représentation des sites de grandes cultures urbains.

Tableau 2 : Répartition effective des sites pour la métropole pour la campagne exploratoire

	URBAIN/PERIURBAIN	RURAL	TOTAL SITES	
VITICULTURE	6	5	11	
ARBORICULTURE	2	5	7	
MARAÎCHAGE	3	3	6	
GRDE CULTURE	12	6	18	dont 1 //élevage
ELEVAGE	1	2	3	
TOTAL	24	21	45	

Pour les DROM, la répartition est la suivante : deux sites arboricoles ruraux, un site urbain/péri-urbain de maraîchage et deux sites de grandes cultures (l'un urbain/péri-urbain, l'autre rural).

Au final, 50 sites ont été sélectionnés pour la campagne exploratoire, tous territoires confondus, avec la distribution suivante :

- 52% de sites urbains/péri-urbains et 48% de sites ruraux ;
- 40% de sites en grandes cultures, 22% de sites viticoles, 18% de sites arboricoles, 14% de sites en maraichage et 6% de sites d'élevage.

En parallèle, il a été demandé aux AASQA de renseigner, pour chaque site proposé, des informations permettant de déterminer une répartition spatiale des sites de façon harmonisée et en cohérence avec les recommandations de l'Anses, à savoir :

- pourcentage de type de culture dans un rayon de 5 km et 1 km pour déterminer le profil agricole de façon harmonisé ;
- nombre d'habitants dans un rayon de 5 km pour vérifier la variabilité en termes de typologies de densité de population ;
- distance (m) à la 1ère parcelle pour s'assurer de la classification en fond de façon harmonisée ;
- nombre d'habitants par commune pour acter la typo urbaine ou rurale au sens INSEE ;
- implantation du site basée sur celle proposée pour les polluants réglementés, selon les recommandations LCSQA relatives à l'implantation des stations (implantation « rurale régionale » et « rurale proche urbain » admises).

5.2.2 Sites pour les substances polaires

Pour ces substances (glyphosate, glufosinate et AMPA), il a été demandé aux AASQA de renseigner les sites qu'il leur serait possible d'instrumenter en glyphosate, avec le matériel associé. Des extractions de la BNVD (banque nationale des ventes réalisées par les distributeurs de produits phytosanitaires) ont par ailleurs été réalisées, portant sur les ventes par départements et anciennes régions, afin d'orienter le choix des sites (en ciblant sur les zones avec les plus fortes ventes), en veillant toutefois à répartir les sites sur l'ensemble du territoire.

Le croisement de ces deux sources d'information a abouti à la sélection de 8 sites en métropole, répartis ainsi :

- **3 sites urbains/péri-urbains et 5 sites ruraux ;**
- **4 sites en grandes cultures, 1 site viticole, 1 site arboricole, 1 site en maraichage et 1 site d'élevage.**

Afin d'optimiser les coûts de déplacement pour instrumenter les sites, chacun de ces sites est un site également instrumenté pour la mesure des substances semi-volatiles.

6. COUVERTURE TEMPORELLE

6.1 Recommandations de l'Anses

Concernant la stratégie d'échantillonnage temporel, l'Anses recommande dans son rapport de réaliser les **prélèvements sur l'ensemble de l'année** avec la possibilité de modifier la fréquence de prélèvement en fonction des périodes.

6.2 Définition de la stratégie d'échantillonnage temporel

6.2.1 Planning pour les substances semi-volatiles

Au-delà des recommandations de l'Anses, la réunion du comité de pilotage de décembre 2017 a permis de définir les séquences de prélèvement à suivre pour une partie des profils agricoles de la métropole sur la base des données de la base PhytAtmo des AASQA, recensant l'ensemble des concentrations mesurées sur leurs différents sites d'études depuis plusieurs années.

Sur la base des graphiques de cumul hebdomadaire moyen des concentrations (ng/m^3) toutes substances confondues (Annexe 3), et en cohérence avec les périodes de traitement connues, la couverture temporelle à assurer pour les zones de grandes cultures, de viticulture et d'arboriculture (malgré le plus faible nombre de données disponibles) pour la métropole, a été définie.

Pour les productions agricoles dont les périodes de traitement étaient peu ou pas connues et/ou avec peu d'historique, notamment en termes de nombre de mesure, comme pour l'élevage et le maraîchage, un choix a priori a été réalisé (fréquence de prélèvements réguliers sur toute l'année). De même pour les DROM, en l'absence de connaissance précises sur les périodes d'application de pesticides, un planning de fréquence a priori a été établi. A noter que pour la Martinique, suite à des échanges avec la chambre d'agriculture locale sur les périodes de traitement, un renforcement des prélèvements entre juin et novembre a été défini.

6.2.2 Planning pour les substances polaires

Les périodes de traitement au glyphosate sont généralement au printemps et à l'automne avec une activité accrue en mars-avril et octobre-novembre, et une intensification des traitements de mi-mars à mi-avril et de mi-octobre à mi-novembre. Ainsi, un renforcement des prélèvements a été prévu pour ces périodes-là.

Le tableau 3 ci-après reprend les fréquences de prélèvement finales pour chaque pratique agricole. Pour rappel, un prélèvement de glyphosate correspond à une mesure sur 48h contre une mesure sur 7 jours pour les substances volatiles.

Tableau 3 : Stratégie d'échantillonnage temporel pour la campagne exploratoire selon les différents profils agricoles des sites

	1 = toutes les semaines							
	1/2 = 1 semaine sur 2							
	1/3 = 1 semaines sur 3							
	METROPOLE						Martinique	autres DROM
	VITI	GRDE CULTURE	ARBO	MARAICHAGE	ELEVAGE	GLYPHOSATE	Tous sites confondus	Tous sites confondus
juin-18	1	1	1	1/3	1/mois	1/mois	1/2	1/3
juil-18	1	1/2	1	1/3	1/mois	1/mois	1/2	1/3
août-18	1	1/2	1	1/3	1/mois	1/mois	1/2	1/3
sept-18	1/2	1/2	1/3	1/3	1/mois	1/mois	1/2	1/3
oct-18	1/mois	1	1/3	1/3	1/mois	2/sem (1 au 15/10) puis 3/sem (15-31/10)	1/2	1/3
nov-18	1/mois	1	1/3	1/3	1/mois	3/sem (1 au 15/11) puis 2/sem(15-30/11)	1/2	1/3
déc-18	1/mois	1/2	1/mois	1/3	1/mois	1/mois	1/mois	1/3
janv-19	1/mois	1/mois	1/mois	1/3	1/mois	1/mois	1/mois	1/3
févr-19	1/mois	1/mois	1/mois	1/3	1/mois	1/mois	1/mois	1/3
mars-19	1/2	1/2	1	1/3	1/mois	2/sem (1 au 15/03) puis 3/sem (15-31/03)	1/mois	1/3
avr-19	1/2	1	1	1/3	1/mois	3/sem (1 au 15/04) puis 2/sem(15-30/04)	1/mois	1/3
mai-19	1	1	1	1/3	1/mois	1/mois	1/mois	1/3
juin-19	1	1	1	1/3	1/mois	1/mois	1/mois	1/3
	29	34	34	18	12	51	18	18

Le planning d'échantillonnage global pour la métropole et les DROM est présenté en Annexe 4.

7. METADONNEES ASSOCIEES AUX MESURES

7.1 Recommandations de l'Anses

Le rapport de l'Anses recommande de collecter les métadonnées suivantes pour chacun des prélèvements réalisés afin de permettre une bonne interprétation des résultats obtenus :

- nom, code et géo-référencement de la station ou du site de prélèvement ;
- date et heure (Début et fin de prélèvement) ;
- type de site selon la classification proposée (environnement d'implantation et type d'influence dominante) ;
- topographie et conditions de dispersion en précisant les conditions météorologiques et les sources d'informations ;
- photographies (suivant les différents points cardinaux) des sites de prélèvement permettant d'obtenir des informations sur l'environnement du site.

Au-delà de ces métadonnées à collecter pour chacune des mesures réalisées, l'Anses estime que des informations issues de base de données sur les usages et utilisations pourraient être d'intérêt pour interpréter les résultats obtenus au regard des pratiques culturelles notamment.

7.2 Définition des métadonnées à collecter

Afin de disposer de l'ensemble des informations nécessaires à la validation et à l'interprétation des résultats, les métadonnées suivantes ont été listées pour être renseignées en compléments des données de concentration. Elles concernent la caractérisation du prélèvement et du traitement analytique ainsi que les informations complémentaires visant à caractériser précisément les sites d'implantation, et les données environnementales locales (données météorologiques). Cette liste de métadonnées se base sur celles déjà définies dans les normes existantes ainsi que sur l'expertise des AASQA et du LCSQA pour la mesure des pesticides. Ces données, comme l'ensemble des concentrations mesurées viendront alimenter à une fréquence mensuelle la base nationale des données sur la qualité de l'air « GEOD'AIR ».

7.2.1 Métadonnées du prélèvement et de l'analyse

- Type de préleveur
- Coupure granulométrique
- Type de support de piégeage
- Date/heure de début et fin de prélèvement
- Volume prélevé
- Commentaire libre, propre à l'échantillon sur les paramètres ambiants marquants
- Date d'expédition au laboratoire
- Nom du laboratoire d'analyse
- Date de réception au laboratoire
- Température à réception
- Date d'extraction
- Date d'analyse
- Commentaire libre, propre à l'échantillon sur les paramètres analytiques

- Technique d'analyse
- Technique d'extraction
- Rendement d'extraction et coefficient de variation relatif
- Incertitude analytique
- Limite de détection, limite de quantification

7.2.2 Métadonnées du site d'implantation

- Photographie aérienne ou photos vers les points cardinaux
- Position géographique (longitude, latitude)
- Informations générales du site reprise de PhytAtmo (profil agricole, distances à la source, codes CORINE Land Cover, pourcentage de cultures dominantes et secondaires sur les rayons de 5km et 1 km, population dans les rayons de 5km et 1 km, population de la commune, ...)
- Coordonnées x,y en Lambert 93
- Code site Géod'air
- Commentaire libre utile à la description du site
- Nom complet du site
- Identifiant court du site
- Code station, typologie (urbain, péri-urbain, ...)
- Code insee commune, département, région
- Nom de commune
- Code ou nom AASQA

7.2.3 Métadonnées météorologiques

7.2.3.1 Métadonnées pour chaque prélèvement

- Température locale (horaire ou tri-horaire) : médiane, Min/Max sur la période de prélèvement
- Vitesse du vent (horaire ou tri-horaire) : médiane, Min/Max sur la période de prélèvement
- Pluviométrie : cumul des précipitations sur la période de prélèvement
- Ensoleillement : cumul sur la période de prélèvement

7.2.3.2 Métadonnées du site de la station météorologique

- Code de la station météorologique,
- Nom de la station,
- Station Météo France, ASQAA ou autres (liste déroulante)
- Latitude, longitude la station
- Code de référence de la station utilisé par Météo France, l'AASQA ou autre gestionnaire
- Tout autre élément jugé utile pour décrire la station météorologique de référence

8. PROCESSUS DE SELECTION DU LABORATOIRE EN CHARGE DES ANALYSES

En lien avec son rôle de coordination de la campagne exploratoire, le LCSQA/INERIS avait en charge de sélectionner le laboratoire auquel les analyses devaient être sous-traitées.

Etant donné le volume d'échantillons à traiter pour l'ensemble de la campagne exploratoire (>1500), et l'INERIS étant soumis au code des marchés publics, un appel d'offre européen a dû être lancé pour la sélection du laboratoire.

Pour cela, les critères de sélection techniques suivants ont été définis :

- réception de l'offre conditionnée à la participation aux CIL (comparaisons inter-laboratoires) relatives aux pesticides organisées par le LCSQA ou tout autre équivalent français ou européen (panel de substances, matrices visées, ...) ;
- nombre de substances de la liste retenue pour la campagne exploratoire pour lesquelles le laboratoire est accrédité COFRAC ;
- capacité du laboratoire à couvrir l'ensemble de la demande (nombre de substances maîtrisées par rapport à la liste de la campagne) ;
- résultats des CIL pesticides disponibles sur les 3 dernières années (examen des biais des substances appartenant à la liste de la campagne) ;
- respect du critère exigé par la norme NF XPX 43-059⁹ en termes de rendement d'extraction (60 < rendement < 120 %) pour les substances de la liste de la campagne ;
- qualité du mémoire technique (limite de quantification, Incertitude, procédures qualité, informations sur les substances recherchées, ...) ;
- Prix (bordereaux des prix unitaires).

Un barème a été associé à chaque critère, avec un poids de 70% pour la technique et de 30% pour le prix.

Suite à la mise en consultation de l'appel d'offre, 14 laboratoires ont retiré un dossier de candidature et 3 laboratoires ont effectivement déposé une offre.

Suite aux différentes étapes d'analyse des dossiers reçus et à leur notation, conformément au processus imposé par un appel d'offres européen, le Laboratoire IANESCO (Poitiers) a remporté l'appel d'offres.

Le tableau ci-dessous reprend les performances analytiques de ce laboratoire et les informations utiles sur certaines substances dont le traitement analytique se distingue des autres par quelques difficultés. Le laboratoire poursuivant ces travaux de perfectionnement et de validation de méthode d'analyse, ces données sont valables à un instant t et en permanence en évolution. Un rafraîchissement des données est planifié semestriellement.

⁹ Dosage de substances phytosanitaires (pesticides) dans l'air ambiant - Préparation des supports de collecte - Analyse par méthodes chromatographiques

Molécule	Méthode	RDT PUF %	CV %	n	LQ µg/L	LQ BV (1) ng piégé (168 m3)	LQ BV (1) ng/m3 (168 m3)	LQ HV (1) ng piégé (720 m3)	LQ HV (1) ng/m3 (720 m3)	Note
2,4 D (ester de 2-éthylhexyle)	1- ASE/GCMSMS	100	15	11	2	5	0,03			
2,4DB (ester de 2-éthylhexyle)	1- ASE/GCMSMS	124	10	3	8	20	0,12			En attente d'essais complémentaires
Acétochlore	1- ASE/GCMSMS	79	15	26	4	10	0,06			
Aldrine	1- ASE/GCMSMS	67	19	12	4	10	0,06			
AMPA (produit de dégradation du glyphosate)	2- LS/DERIV/LCFL	94	15	28	0,125			12,5	0,02	
Bifenthrine	1- ASE/GCMSMS	91	12	15	2	5	0,03			
Boscalid	1- ASE/LCMSMS ESI +	103	16	18	2,5	25	0,15			
Bromadiolone	1- ASE/LCMSMS ESI -	54	36	12	2,5	25	0,15			Les RDT sont faibles à 1 ng/m3 entraînant 1 CV élevé RDT moyen à 10 et 100 ng/m3 = 66% et CV = 14%
Bromoxynil octanoate	1- ASE/GCMSMS	80	12	2	8	20	0,12			
Butraline	1- ASE/GCMSMS	83	14	12	10	25	0,15			
Carbétamide	1- ASE/LCMSMS ESI +	107	13	3	2,5	25	0,15			
Chlordane	1- ASE/GCMSMS	62	14	12	40	100	0,60			
Chlordécone	1- ASE/LCMSMS ESI +	81	10	12	2,5	25	0,15			
Chlorotalonil	1- ASE/GCMSMS	69	23	20	8	20	0,12			Proposition de relever la LQ à 0,24 ng/m3 pour éviter 100 % de repiquages liés à un effet matrice entraînant une perte totale de signal aubout de quelques injections
Chlorprophame	1- ASE/GCMSMS	85	20	14	10	25	0,15			
Chlorpyrifos éthyl	1- ASE/GCMSMS	84	18	23	4	10	0,06			
Chlorpyrifos méthyl	1- ASE/GCMSMS	77	23	15	8	20	0,12			
Clofazone	1- ASE/LCMSMS ESI +	83	28	18	2,5	25	0,15			
Cymoxanil	1- ASE/LCMSMS ESI +	151	69	23	2,5	25	0,15			Dosage non robuste (étalonnage non valide (propriété chimique particulière et/ou stabilité?)
Cyperméthrine (alpha+béta+théta+zéta)	1- ASE/GCMSMS	116	25	14	16	40	0,24			
Cyproconazole	1- ASE/LCMSMS ESI +	112	19	18	2,5	25	0,15			
Cyprodinil	1- ASE/GCMSMS	97	15	16	4	10	0,06			
Deltaméthrine	1- ASE/GCMSMS	98	15	15	8	20	0,12			
Dicamba (forme acide)	1- ASE/LCMSMS ESI -	<25		6	5	50	0,30			Forme acide non extraite
Didoran (= 2,6-Dichloro-4-nitroaniline)	1- ASE/GCMSMS	95	4	12	10	25	0,15			
Dicofol	1- ASE/GCMSMS	118	17	10	20	50	0,30			
Dieldrine	1- ASE/GCMSMS	119	11	3	20	50	0,30			
Difénocanazole	1- ASE/LCMSMS ESI +	103	17	23	2,5	25	0,15			
Diffuénicanil	1- ASE/GCMSMS	106	23	15	2	5	0,03			
Diméthénamid (dont diméthénamid-P)	1- ASE/LCMSMS ESI +	84	21	23	2,5	25	0,15			
Diméthoate	1- ASE/GCMSMS	122	11	3	20	50	0,30			En attente d'essais complémentaires
Diuron	1- ASE/LCMSMS ESI +	102	16	12	2,5	25	0,15			
Endrine	1- ASE/GCMSMS	102	24	12	40	100	0,60			
Epoxiconazole	1- ASE/LCMSMS ESI +	104	17	23	2,5	25	0,15			
Ethion	1- ASE/GCMSMS	129	9	3	4	10	0,06			En attente d'essais complémentaires
Ethoprophos	1- ASE/GCMSMS	87	25	12	8	20	0,12			
Étofenprox	1- ASE/GCMSMS	89	9	12	4	10	0,06			
Fénarimol	1- ASE/GCMSMS	93	8	12	4	10	0,06			
Fenpropidine	1- ASE/LCMSMS ESI +	92	30	22	2,5	25	0,15			
Fipronil	1- ASE/GCMSMS	91	9	5	8	20	0,12			
Fluazinaf	1- ASE/LCMSMS ESI -	82	13	3	2,5	25	0,15			
Flumétraline	1- ASE/GCMSMS	75	4	6	8	20	0,12			
Flupyram	1- ASE/LCMSMS ESI +	90	7	12	2,5	25	0,15			
Folpet (= folpel)	1- ASE/GCMSMS	112	23	21	12	30	0,18			Ajout d'un étalon interne deutéré pour éviter une partie des repiquages liés à un effet matrice entraînant une perte de signal au fil des injections
Glufosinate (sel ammonium)	2- LS/DERIV/LCFL	102	19	29	0,125			12,5	0,02	
Glyphosate (= sulfosate)	2- LS/DERIV/LCFL	95	16	29	0,125			12,5	0,02	
Heptachlore	1- ASE/GCMSMS	85	20	12	4	10	0,06			
Iprodione	1- ASE/GCMSMS	99	14	15	10	25	0,15			
Lambda cyhalothrine	1- ASE/GCMSMS	118	20	22	4	10	0,06			
Lenacil	1- ASE/GCMSMS	118	18	14	8	20	0,12			Le pic s'élargit au fil des injections mais reste exploitable
Lindane	1- ASE/GCMSMS	84	17	19	2	5	0,03			
Linuron	1- ASE/LCMSMS ESI +	100	16	12	2,5	25	0,15			
Métamitron	1- ASE/LCMSMS ESI +	80	22	17	2,5	25	0,15			
Metazachlor	1- ASE/GCMSMS	90	10	12	5	12,5	0,07			
Métolachlore (dont S-Métolachlore)	1- ASE/GCMSMS	84	19	20	2	5	0,03			
Metrifluthrin	1- ASE/GCMSMS	121	7	3	4	10	0,06			En attente d'essais complémentaires
Mirex	1- ASE/GCMSMS	94	6	12	4	10	0,06			
Myclobutanil	1- ASE/GCMSMS	101	23	4	8	20	0,12			Le pic s'élargit au fil des injections mais reste exploitable
Oryzalin	1- ASE/LCMSMS ESI +	90	19	8	2,5	25	0,15			
Oxadiazon	1- ASE/GCMSMS	100	25	23	2	5	0,03			
Oxyfluorène	1- ASE/LCMSMS ESI +	89	8	12	2,5	25	0,15			
Pendiméthaline	1- ASE/GCMSMS	85	23	23	4	10	0,06			
Pentachlorophenol (forme phénol)	1- ASE/LCMSMS ESI -	81	15	12	2,5	25	0,15			
Permethrine	1- ASE/GCMSMS	101	14	8	8	20	0,12			
Phosmet	1- ASE/GCMSMS	122	6	3	8	20	0,12			En attente d'essais complémentaires
Piclorame (forme acide)	1- ASE/LCMSMS ESI +	< 25		6	5	50	0,30			Forme acide non extraite
Pipéronyl butoxide (= PBO)	1- ASE/GCMSMS	105	17	11	4	10	0,06			
Prochloraz	1- ASE/LCMSMS ESI +	101	6	3	2,5	25	0,15			
Propyzamide	1- ASE/GCMSMS	86	12	15	4	10	0,06			
Prosulfocarbe	1- ASE/LCMSMS ESI +	76	17	20	2,5	25	0,15			
Pyrimethanil	1- ASE/GCMSMS	84	15	23	4	10	0,06			
Pyrimicarbe	1- ASE/LCMSMS ESI +	81	11	12	2,5	25	0,15			
Quinmécac (forme acide)	1- ASE/LCMSMS ESI +	43	31	10	5	50	0,30			La LQ corrigée du RDT à retenir est 0,7 ng/m3
Spiroxamine	1- ASE/LCMSMS ESI +	69	53	26	2,5	25	0,15			Propriété chimique particulière (morpholine) suspectée
Tebuconazole	1- ASE/LCMSMS ESI +	104	20	23	2,5	25	0,15			
Tébutiuron	1- ASE/LCMSMS ESI +	102	11	3	2,5	25	0,15			
Tembotrione	1- ASE/LCMSMS ESI +	92	28	8	2,5	25	0,15			
Terbutryne	1- ASE/LCMSMS ESI +	95	13	3	2,5	25	0,15			
Tolyfluamide	1- ASE/GCMSMS	91	14	15	4	10	0,06			Proposition de relever la LQ à 0,12 ng/m3 pour éviter 100 % de repiquages liés à un effet matrice entraînant une perte progressive de signal aubout de quelques injections
Triadiménol	1- ASE/LCMSMS ESI +	95	10	3	2,5	25	0,15			
Triallate	1- ASE/GCMSMS	72	25	15	4	10	0,06			
Trifloxystrobine	1- ASE/GCMSMS	101	18	16	8	20	0,12			
(1) : non corrigé du RDT										
CV > 30 %										
60 % < RDT < 120%										
NA : non applicable										
RDT : Rendement d'extraction ou taux de récupération										
CV : Coefficient de variation										
n : population										
LQ : Limite de quantification										
LCMSMS : chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie double masse										
GCMSMS : chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse										
ESI : infusion electro spray										
ASE : Extraction accélérée par solvant										
PUF : mousse polyuréthane										
BV : Bas volume										
HV : Bas volume										

9. LISTE DES ANNEXES

Annexe 1 : Substances étudiées lors des tests métrologiques *in situ*

Annexe 2 : Plan de campagne de la campagne exploratoire

Annexe 3 : Données PhytAtmo utiles à la définition de la stratégie d'échantillonnage temporel

Annexe 4 : Planning d'échantillonnage global pour la métropole et les DROM

ANNEXE 1

Substances étudiées lors des tests métrologiques *in situ*

Une liste de 55 substances, commune aux deux sites a été constituée. Elle est composée de 33 substances jugées « hautement prioritaires » et « prioritaires » par l'Anses (23 1A + 10 1B), auxquelles s'ajoutent des substances issues de la liste socle du groupe Ecophyto « Indicateurs-Air » et de quelques substances d'intérêt régional. Ces substances et leur numéro CAS sont listées ci-dessous.

2,4 D (1928-43-4)	DIPHENYLAMINE (122-39-4)	ORYZALIN (19044-88-3)
BOSCALID (188425-85-6)	EPOXYCONAZOLE (106325-08-0)	OXADIAZON (19666-30-9)
CARBARYL (63-25-2)	ETHOFUMESATE (26225-79-6)	PENDIMETHALINE (40487-42-1)
CHLOROTHALONIL (1897-45-6)	FENHEXAMIDE (126833-17-8)	PERMETHRINE (52645-53-1)
CHLORPROPHAME (101-21-3)	FENOXYCARBE (72490-01-8)	PIPERONYL BUTOXYDE (51-03-6)
CHLORPYRIFOS-ETHYL (2921-88-2)	FENPROPIDINE (67306-00-7)	PROCYMIDONE (32809-16-8)
CHLORPYRIFOS-METHYL (5598-13-0)	FENPROPIMORPHE (67564-91-4)	PROPYZAMIDE (23950-58-5)
CHLORTOLURON (15545-48-9)	FIPRONIL (120068-37-3)	PROSULFOCARBE (52888-80-9)
CLOMAZONE (81777-89-1)	FLORASULAM (145701-23-1)	PYRIMETHANIL (53112-28-0)
CYAZOFAMIDE (120116-88-3)	FLUAZINAM (79622-59-6)	QUINOXYFENE (124495-18-7)
CYMOXANIL (57966-95-7)	FOLPEL (133-07-3)	S-METOLACHLORE (51218-45-2)
CYPERMETHRINE (52315-07-8)	IPRODIONE (36734-19-7)	SPIROXAMINE (118134-30-8)
CYPRODINIL (121552-61-2)	KRESOXIM-METHYL (143390-89-0)	TEBUCONAZOLE (107534-96-3)
DELTAMETHRINE (52918-63-5)	LENACILE (2164-08-1)	TETRACONAZOLE (112281-77-3)
DICHLORPROP-P (15165-67-0)	LINDANE (58-89-9)	TOLYLFLUANIDE (731-27-1)
DIFENOCONAZOLE (119446-68-3)	MANDIPROPAMIDE (374726-62-2)	TRIALATE (2303-17-5)
DIFLUFENICANIL (83164-33-4)	METAMITRONE (41394-05-2)	TRIFLOXYSTROBINE (141517-21-7)
DIMETHENAMIDE (87674-68-8)	METAZACHLORE (67129-08-2)	
DIMETHOMORPHE (110488-70-5)	NAPROPAMIDE (15299-99-7)	

ANNEXE 2

Plan de Campagne Nationale Exploratoire

1/ FREQUENCE ET MODALITES DE NETTOYAGE DES TETES PM10 (PARTISOL ET DA80)

Un nettoyage de la tête de prélèvement doit être réalisé tous les trois mois (procédure harmonisée pour la mesure des PM, des HAP et des métaux), afin d'enlever les grosses particules déposées. Le LCSQA recommande un nettoyage avec de l'eau faiblement savonneuse suivi d'un rinçage à l'eau déminéralisée et d'un séchage sur une surface propre. Les supports de filtres doivent également être nettoyés après chaque utilisation, avec de l'eau savonneuse et rincés avec de l'eau déminéralisée.

Les AASQA, qui ont un laboratoire, peuvent rincer les têtes de prélèvement avec de l'acétone pour éliminer toute trace d'eau (attention à la présence des joints en Viton, qui ne doivent pas être mis en contact avec des solvants).

Rq1 : Le plateau d'impaction de la tête PM10 du DA80 sera pivoté d'un quart de tour tous les mois (en période de suivi intensif) afin d'éviter l'accumulation de particules dans la même zone d'impaction.

Rq2 : La tête PM10 du Partisol sera examinée tous les mois, et nettoyée par soufflage (gaz comprimé) en cas d'empoussièrement excessif (en période de suivi intensif).

2/ FREQUENCE DE CONTROLE DU DEBIT DE PRELEVEMENT ET TESTS DE FUITES

Les contrôles d'étanchéité et les procédures d'étalonnage sont normalement décrits dans les manuels d'utilisation des appareils de prélèvement et doivent être effectués selon la norme NF EN 12341 (AFNOR, 2014). Par ailleurs, les procédures qualité, en vigueur dans les AASQA, précisent bien la fréquence ainsi que les méthodes d'étalonnage les plus appropriées.

La température, la pression et le débit sont à étalonner.

La température :

Un étalonnage annuel à l'aide d'un thermomètre de référence doit être réalisé. Un étalonnage est indispensable lors du déplacement de l'appareil dans des zones géographiques présentant des conditions climatiques significativement différentes (e.g. zone maritime vers zone d'altitude).

La pression :

Un étalonnage annuel à l'aide d'un baromètre de référence doit être réalisé. Dans le cas où l'appareil serait amené à être déplacé (notamment, sur des lieux situés à des altitudes différentes), un étalonnage systématique est indispensable.

Le débit :

Une vérification du débit avant et après chaque prélèvement en tête de ligne, avec étalonnage au minimum tous les 3 mois à l'aide d'un volumètre ou débitmètre de référence doit être réalisée.

Dans le cas où l'appareil serait amené à être déplacé, un étalonnage systématique à chaque déplacement est indispensable.

La norme NF EN 15549 et la spécification technique XP CEN/TS 16645 précisent que la différence entre le débit nominal et le débit mesuré doit être $\leq 5\%$ équivalent aux exigences de la norme NF EN 12341 (AFNOR, 2014) indiquant que la variabilité relative à la constance du débit volumique de prélèvement doit être $\leq 5\%$ du débit nominal (en débit instantané).

3/ FREQUENCE DES BLANCS DE STOCKAGE

En faire un en début de campagne.

Le blanc de stockage intègre les locaux de stockage de l'AASQA, les glacières utilisées pour le transport des échantillons jusqu'au site de prélèvement, et la mise en place/retrait de l'échantillon dans le préleveur.

Lors de l'arrivée sur le terrain, désemballer la cartouche ou le porte-filtre, placer dans l'appareil de prélèvement sans aspiration, retirer la cartouche ou le porte-filtre, réemballer. Ramener et stocker dans les mêmes conditions que les échantillons. Le blanc terrain est ultérieurement joint aux prélèvements réels lors du retour vers le laboratoire. Les blancs de terrain ne sont pas soustraits et servent uniquement à valider les résultats. Pour une substance donnée, sa concentration dans le blanc sera considérée significative si elle dépasse la LQ et représente plus du tiers (33 %) de la valeur moyenne des échantillons réalisés entre la date du blanc et la date de réception des premiers résultats d'analyse. Les résultats d'analyse de cette substance seront alors invalidés pour cette période.

Si le résultat est négatif, il n'y a plus besoin d'en faire d'autres.

S'il est positif, il convient de rechercher la source de contamination sur le lieu de stockage AASQA, le mode de transport des échantillons vierges, ou au laboratoire. Refaire un blanc jusqu'à élimination de la source. Un second blanc de terrain attestera de la résolution des problèmes de contamination.

4/ IDENTIFICATION DES ECHANTILLONS

Ces échantillons devront être clairement identifiés par rapport à d'autres qui pourraient être réalisés par une même AASQA. Les cartouches Teflon seront identifiées par chaque AASQA avant expédition initiale au laboratoire selon le modèle CNEP-AASQA-PART n° (1 à n, n étant le numéro de cartouche) pour le Partisol ou CNEP-AASQA-DA n° (1 à 16) pour le Digitel. Après prélèvement, ajouter une étiquette précisant le nom du site ou son diminutif et la date de début prélèvement (nom_jj/mois/aaaa).

5/ PLANNING DES PRELEVEMENTS

Plan d'échantillonnage proposé : 1 plan d'échantillonnage par profil agricole :

- Grande Culture, Viticulture et Arboriculture : sur la base des données de concentrations PHYTATMO ;
- Maraîchage et Elevage : a priori ;
- Glyphosate : sur la base des données de traitement ANSES ;
- Sites DROM : a priori, sur l'absence de saisonnalité, sauf informations particulières.

Le détail est donné ci-après dans le tableau.

	1 = toutes les semaines							
	1/2 = 1 semaine sur 2							
	1/3 = 1 semaines sur 3							
	METROPOLE						Martinique	autres DROM
	VITI	GRDE CULTURE	ARBO	MARAICHAGE	ELEVAGE	GLYPHOSATE	Tous sites confondus	Tous sites confondus
juin-18	1	1	1	1/3	1/mois	1/mois	1/2	1/3
juil-18	1	1/2	1	1/3	1/mois	1/mois	1/2	1/3
août-18	1	1/2	1	1/3	1/mois	1/mois	1/2	1/3
sept-18	1/2	1/2	1/3	1/3	1/mois	1/mois	1/2	1/3
oct-18	1/mois	1	1/3	1/3	1/mois	2/sem (1 au 15/10) puis 3/sem (15-31/10)	1/2	1/3
nov-18	1/mois	1	1/3	1/3	1/mois	3/sem (1 au 15/11) puis 2/sem (15-30/11)	1/2	1/3
déc-18	1/mois	1/2	1/mois	1/3	1/mois	1/mois	1/mois	1/3
janv-19	1/mois	1/mois	1/mois	1/3	1/mois	1/mois	1/mois	1/3
févr-19	1/mois	1/mois	1/mois	1/3	1/mois	1/mois	1/mois	1/3
mars-19	1/2	1/2	1	1/3	1/mois	2/sem (1 au 15/03) puis 3/sem (15-31/03)	1/mois	1/3
avr-19	1/2	1	1	1/3	1/mois	3/sem (1 au 15/04) puis 2/sem (15-30/04)	1/mois	1/3
mai-19	1	1	1	1/3	1/mois	1/mois	1/mois	1/3
juin-19	1	1	1	1/3	1/mois	1/mois	1/mois	1/3
	29	34	34	18	12	51	18	18

En complément, voir le planning transmis à chaque AASQA.

Compte-tenu du nombre important de sites qu'une AASQA peut être amenée à gérer, et de la distance entre chaque site, il est toléré que le démarrage et l'arrêt des prélèvements Partisol d'un site considéré pourra être fait soit le lundi soit le mardi de chaque semaine, en respectant le choix de ce jour pour les prélèvements ultérieurs afin de conserver un minimum de synchronisation de l'ensemble des prélèvements nationaux d'un même profil agricole sur la durée de la campagne.

6/ PRELEVEMENTS

- **PARTISOL** : 168 h à 1m³/h, tête PM₁₀, avec démarrage et arrêt le même jour de la semaine.

En cas de jour férié, la durée de prélèvement sera prolongée ou écourtée de 24 h. Le prélèvement suivant verra sa durée adaptée afin de conserver le phasage des prélèvements sur chaque site.

En cas d'arrêt du préleveur, un prélèvement pourra être refait si la période de suivi est peu intense (1/mois et 1/3 sem). Ce nouveau prélèvement ne doit pas provoquer de décalage de semaines avec la planification des autres prélèvements.

- **DA80** : 48 h à 30m³/h, tête PM₁₀, pour le DA80

Le démarrage des appareils se fait en présence de l'opérateur afin qu'il puisse vérifier le bon fonctionnement de l'ensemble du dispositif durant les premières minutes du prélèvement.

Pour les prélèvements Partisol, les cartouches de prélèvement vierges ne doivent pas séjourner dans le Partisol. Un opérateur procèdera à la mise en place de la cartouche dans le préleveur le jour où débute le prélèvement.

De la même manière, les échantillons prélevés ne doivent pas être stockés dans le préleveur. Un opérateur doit donc être sur place afin de procéder soit au ramassage des échantillons dès l'arrêt du préleveur, soit à l'interruption du cycle de prélèvement dans les limites autorisées ci-dessus.

Pour les prélèvements Digitel, les prélèvements seront collectés chaque semaine, y compris lorsque plusieurs prélèvements par semaine sont programmés.

7/ GESTION DES ECHANTILLONS

a) Envoi des échantillons avant prélèvement

Les cartouches Teflon, les filtres et mousses associées sont conditionnées par le laboratoire.

Les porte-filtres pour DA80 et les filtres associés sont conditionnés par le laboratoire.

Le laboratoire procède à l'assemblage des éléments des dispositifs de piégeage afin qu'ils soient immédiatement fonctionnels à leur réception en AASQA (étiquetés, sous Alu et sachet plastique). L'expédition des dispositifs de piégeage vierges sera faite sous caisses isothermes contenant un flacon d'eau (à laisser dans la caisse) permettant la lecture de la température de transport des échantillons lors du retour vers le labo.

L'organisation et la responsabilité du transport des dispositifs de piégeage, du laboratoire vers les AASQA sont à la charge du laboratoire d'analyse.

Préalablement à l'envoi de ces dispositifs, la conformité des blancs de lot sera communiquée aux AASQA avec les valeurs de blancs mesurées. La date de péremption des dispositifs sera précisée par la laboratoire sur l'emballage des dispositifs de piégeage.

b) Stockage des échantillons avant prélèvement

Les échantillons vierges doivent être stockés dans leur emballage de conditionnement (sachet + Alu), à température ambiante dans un local propre et sec. Le stockage au frigo est également envisageable. La durée de stockage ne doit pas dépasser 1 mois.

c) Collecte des échantillons

Utiliser des gants nitrile non poudrés, à usage unique.

Lors du ramassage des échantillons sur site, remplir une feuille de prélèvement comportant date, heure début et fin, observation terrain (pluie, traitement en cours,...)

Les cartouches Partisol sont déclipées de l'appareil, bouchées à l'aide des bouchons prévus à cet effet. Les extrémités (ou l'intégralité de la cartouche) enveloppées dans une feuille d'Alu, la cartouche est placée dans un sachet individuel.

Les filtres retirés des porte-filtres du DA80 sont pliés en 2, placés sous feuille Alu puis dans un sachet plastique individuel. Les porte-filtres vides seront stockés en AASQA et retournés périodiquement par lot au laboratoire pour nettoyage et recharge des filtres.

Procéder à l'identification des échantillons.

d) Retour des échantillons aux laboratoires d'analyses

Le transport des échantillons individualisés du site de prélèvement jusqu'à l'AASQA (ou pôle de l'AASQA) est fait sous glacière à température <5°C.

Afin de permettre la bonne rotation des supports de prélèvement entre le laboratoire et l'AASQA, les échantillons Partisol seront conservés 8 jours par les AASQAs (exceptionnellement 15 jours maximum) à une température de $-18^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, avant expédition au laboratoire. Les conditions d'emballage doivent permettre d'assurer le transport des échantillons dans les meilleures conditions de préservation afin d'éviter notamment la destruction des échantillons.

Les échantillons Digital seront conservés 8 jours par les AASQA (exceptionnellement 15 jours maximum) au frigo à une température $<5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ avant expédition au laboratoire. Les conditions d'emballage doivent permettre d'assurer le transport des échantillons dans les meilleures conditions de préservation afin d'éviter notamment la destruction des échantillons.

L'expédition vers le laboratoire doit être programmée de telle sorte que la réception au laboratoire soit faite au plus tard le vendredi matin.

L'expédition se fera sous 24h (colis express) pour la métropole, 48 h (60 h maxi) pour les DROM, en colis réfrigéré maintenant une température $<5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$. Pour respecter ces conditions, les AASQA s'équiperont de blocs accumulateurs de froid (bleus pour la métropole, roses ou blancs pour les DROM) qui seront placés par les AASQA dans les colis.

L'organisation et la responsabilité du transport des échantillons, vers les laboratoires, sont à la charge de l'AASQA.

Lors de l'expédition des échantillons par les AASQA, ces derniers informeront le laboratoire par mail (via le fichier de saisie des prélèvements), au plus tard la veille de l'expédition, de la nature (Partisol/Digitel) et des quantités d'échantillons à recevoir. Le laboratoire devra alors confirmer par voie électronique à l'expéditeur, dans un délai maximum de 48 heures à compter du dépôt, la réception de ces échantillons.

e) Extraction et analyse des échantillons

A réception, la température de la glacière ou du carton isotherme contenant les échantillons est contrôlée par le laboratoire (critère $T < 5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$).

Les échantillons Partisol doivent être conservés au laboratoire à une température de $-18^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$. Le délai entre la réception de l'échantillon au laboratoire et l'extraction ne doit pas dépasser 15 jours.

Les extraits doivent être conservés à $-18^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$. Le délai entre la date d'extraction et la date d'analyse ne doit pas excéder 1 mois.

Dans le cas du glyphosate, AMPA et glufosinate, les échantillons seront conservés au laboratoire à une température inférieure à $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$. L'extraction doit être effectuée dans les 3 semaines suivant la date de fin du prélèvement. Les extraits peuvent être conservés au réfrigérateur ($<5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$) si l'analyse est réalisée dans les 28 jours après extraction.

Les extraits d'échantillons analysés (Partisol et Digitel) devront être conservés à une température de $-18^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ durant au moins 3 mois et jusqu'à 6 mois après la date d'analyse.

f) Réanalyse d'échantillon

Les échantillons dont tout ou partie des résultats d'analyse aura été identifiée comme atypique (codés W) lors de la phase de validation environnementale feront l'objet d'une information et demande motivée par mail aux coordonnateurs LCSQA (fabrice.marliere@ineris.fr, caroline.marchand@ineris.fr) pour examen commun et prise de décision d'une réanalyse.

8/ SUBSTANCES A MESURER

2,4 D	Diflufenican	Mirex
2,4DB	Dimethenamid-p	Myclobutanil
Acétochlore	Diméthoate	Oryzalin
Aldrine	Diuron	Oxadiazon
Bifenthrine	Endrine	Oxyfluorfen
Boscalid	Epoxiconazole	Pendimethaline
Bromadiolone	Ethion	Pentachlorophénol
Bromoxynil	Etofenprox	Permethrine
Butraline	Ethoprophos	Phosmet
Carbétamide	Fenarimol	Picloram
Chlordane	Fenpropidine	Pipéronyl butoxide
Chlorotalonil	Fipronil	Prochloraz
Chlorpropham	Fluazinam	Propyzamide
Chlorpyrifos éthyl	Flumetraline	Prosulfocarbe
Chlorpyrifos methyl	Fluopyram	Pyrimethanil
Clomazone	Folpet	Pyrimicarbe
Cymoxanil	Glufosinate	Quinmerac
Cypermethrine	Glyphosate/ AMPA	S-Métolachlore
et zeta cypermethrine	Heptachlore	Spiroxamine
Cyproconazole	Iprodione	Tebuconazole
Cyprodinil	Lambda-cyhalothrine	Tebuthiuron
Deltaméthrine	Lenacil	Tembotrione
Dicamba	Lindane	Terbuthryne
Diclorane	Linuron	Tolyfluanid
Dicofol	Métamitrone	Triadiménol
Dieldrine	Metazachlore	Triallate
Difénoconazole	Metribuzine	Trifloxystrobine

Le Chlordécone sera intégré à la liste des substances en cours de campagne et recherché uniquement sur les échantillons des DROM.

9/ FICHE DE PRELEVEMENT

Les saisies de données de prélèvement, d'analyse, de validation et le calcul automatique des concentrations se feront sur des feuilles Excel inspirées de celles d'Atmo Nouvelle Aquitaine, compatibles avec PhytAtmo.

Etant donné les durées de prélèvement différentes, les substances semi-volatiles et le package glyphosate/AMPA/glufosinate seront gérés sur 2 onglets différents (Partisol et Digitel) reprenant le même format.

Une nouvelle feuille sera générée par l'AASQA à chaque expédition d'un lot d'échantillons vers le laboratoire. Cette feuille servira de lien d'information du nombre et de la nature des échantillons expédiés vers le laboratoire, et de base pour le transfert vers Phytatmo.

[illegible][illegible]

10.1/ Partie prélèvement

- le code ou nom (complet ou diminutif) du site de prélèvement
- le code du laboratoire
- le nom du laboratoire
- la référence échantillon (reportée sur l'étiquette échantillon lors de l'expédition)
- la référence unique sera générée automatiquement à partir des informations de la feuille (site, préleveur, date, laboratoire)
- le code du préleveur : Digital (1), Partisol 2000 (3) ou Partisol 2025 (2). Renseigner le chiffre correspondant au préleveur utilisé.

- le respect des critères de prélèvement de la norme NFX 43058. Dans le cas présent, renseigner 0 car le protocole anticipe sur la nouvelle version de cette norme.
- le code de l'AASQA
- la coupure granulométrique : PM10, PM2.5, PM1, TSP. Dans le cas présent renseigner PM10.
- le type de support de piégeage : filtre (3), mousse (2), filtre+mousse (1), filtre+mousse/résine (4).
- Les dates et heures de début et fin de prélèvement
- la conformité du contrôle du débit (voir critères de l'annexe 1)
- l'indication qu'un échantillon est un blanc de stockage ou un blanc terrain. Dans notre cas, il s'agit de blancs de stockage. De manière automatique, les valeurs de blancs dans le tableau des concentrations seront fixées à 0 et codées avec une lettre spécifique avant leur intégration dans Phytatmo.
- le volume prélevé (= volume réel (à T et P ambiante)). Dans le cas d'un blanc, renseigner 0 ou -.
- la date d'envoi des échantillons.
- la validation technique du prélèvement avec l'identifiant de l'opérateur, le code qualité (A, I, N, W) du prélèvement, et tout commentaire utile expliquant le codage qui sera repris lors de la bancarisation.

Pour mémoire, le tableau ci-dessous rappelle la signification des codes qualité.

Code qualité	Indication
A	Donnée exploitable
I	Donnée invalidée (voir critères en annexe 1)
N	Donnée absente (prélèvement non réalisé, préleveur HS, échantillon perdu,...)
W	Donnée exploitable atypique (voir critères de l'annexe 1)

Le codage suit les critères décrits dans l'annexe du plan de campagne « validation du prélèvement ».

10.2/ Partie analyse

Le laboratoire IANESCO renseignera les cellules qui lui sont réservées :

- Date de réception des échantillons au laboratoire
- Température du colis à réception en °C
- Date extraction
- Date analyse
- Référence interne de l'échantillon
- Commentaire analyse, indiquant tout dysfonctionnement dans le processus analytique et éventuelle mise en garde sur les résultats de SA particulières.

ainsi que le tableau des résultats bruts regroupant les paramètres fixes (techniques d'analyse et d'extraction, Rdt d'extraction, CVR, Incertitude, LD et LQ) et les quantifications exprimées en ng/échantillon.

Le tableau des concentrations est renseigné automatiquement. La concentration est exprimée en ng/m³ avec une précision de 2 décimales. Les résultats <LD auront une concentration nulle, tandis que les résultats <LQ auront une concentration égale à LQ/2 ramenée au volume prélevé. Les blancs auront une concentration nulle.

10.3/ Partie post-analyse

A réception des résultats, les AASQAs procède à leur validation analytique en intégrant les paramètres renseignés par le laboratoire.

Le temps entre l'envoi et la réception des échantillons est calculé automatiquement et permet de vérifier le bon déroulement de l'expédition.

Le codage suit les critères décrits dans l'annexe du plan de campagne « validation des analyses ».

10.4/ Partie validation environnementale

La validation est à faire avant intégration des résultats dans Phytatmo, au maximum 1 mois après réception des résultats d'une série d'analyse.

La validation environnementale a pour objectif d'étudier la cohérence et la représentativité des données au regard du profil agricole et de la typologie du site de mesure.

Le codage global des données d'un échantillon pourra être A, I, W ou N. Ce codage sera reporté automatiquement dans le tableau des concentrations pour chaque substance. Il représente le jugement de l'appréciation globale des résultats d'un échantillon :

- Code A pour les échantillons cohérents environnementalement et conformes (codés A lors des validations techniques), ou avec non-conformité sans impact détecté (codés W lors des validations techniques)
- Code I si le prélèvement et/ou l'analyse sont codés I lors des validations techniques, ou présente une ou plusieurs non-conformités impactant les résultats (codés W lors des validations techniques).
- Code W pour les échantillons dont l'ensemble des substances est codé W lors des validations techniques.
- Code N en l'absence d'échantillon ou d'analyse

Selon les commentaires du laboratoire, et/ou les paramètres environnementaux, il peut arriver qu'une ou plusieurs substances nécessitent un codage différent du code global (par ex SA dont les marqueurs d'extraction présentent des rendements anormalement bas ou élevé, ou dont la détection sur site ne répond à aucune logique). Dans ce cas, l'opérateur codera manuellement I ou W les substances concernées dans le tableau des concentrations.

A noter que le codage L se fera automatiquement si les résultats bruts font apparaître des résultats <LD ou <LQ. Les blancs seront codés automatiquement Z.

Le codage suit les critères décrits dans l'annexe du plan de campagne « validation environnementale ».

11/ METADONNEES

Les métadonnées suivantes seront intégrées dans Phytatmo via une feuille Excel dédiée :

a) Métadonnées du site

Photo aérienne ou photos vers les points cardinaux

Position géographique (longitude, latitude)

Informations générales du site reprise de PhytAtmo (profil agricole, distances à la source, code CLC, % cultures dominantes et secondaires sur rayon 5km, population sur rayon 5km, population commune...)

Coordonnées x,y en Lambert 93
Code site Géod'air
Commentaire libre utile à la description du site
Nom complet du site
Identifiant court du site
Code station, typologie (urbain, péri-urbain,...)
Code insee commune, département, région
Nom de commune

b) Métadonnées des prélèvements

Données météo : informations moyennées, Min/Max (température, pluvio, rayonnement, vitesse du vent). Ces données seront à renseigner dans un onglet spécifique de la feuille de saisie.
Type de préleveur, débit, durée de prélèvement, support de piégeage, coupure granulométrique,
Référence unique des échantillons
Codage A,I,L,N,W
Nom du laboratoire d'analyse
Date d'envoi, de réception, d'extraction et d'analyse de l'échantillon
Méthode d'extraction
Rendement d'extraction et coefficient de variation
Méthode d'analyse
Limites de quantification
Limites de détection
Incertitude de mesure

12/ TRANSFERT PHYTATMO

Les rapports de résultats d'analyses seront transmis par voie électronique à l'INERIS et à l'organisme préleveur au fur et à mesure du traitement des échantillons.

Après avoir procédé aux différentes étapes de validations techniques et environnementale, chaque AASQA procèdera au renseignement sur PhytATMO, selon une périodicité définie (au plus tard un mois après réception des bulletins d'analyse), des données en concentrations de chaque prélèvement ainsi que les métadonnées associées aux sites de prélèvement selon le protocole national harmonisé.

Les métadonnées concernant les sites de prélèvement et les résultats obtenus seront mis à disposition du LCSQA via un accès ou un export spécifique pour cette étude sur la base PhytATMO.

Une procédure spécifique décrivant les opérations de renseignement de PhytAtmo sera fournie aux AASQAs.

Le LCSQA se chargera ensuite de mettre en forme et transférer ces données dans Geod'air.

ANNEXE du PLAN de CAMPAGNE : CRITERES DE VALIDATION TECHNIQUE ET ENVIRONNEMENTALE

Validation du prélèvement

Désignation	Critère	Action si non conforme	Codage
Durée	Digitel 48 h Partisol 168 h	Invalider si la durée du prélèvement est < à 75 % de la durée préconisée	I
Débit	Conforme (<±5%)	Ecart entre le débit nominal et le débit mesuré > 5 % et <10 % Si écart >10 % Invalidation	W I
Préleveur et têtes	entretien, nettoyage conformes	Mettre en doute ou invalide en fonction de l'écart constaté	I ou W
Etat du filtre (Digitel) Ou de la cartouche (Partisol)	Etat normal	Doute si filtre taché Invalider si filtre déchiré Invalider si cartouche non étanche, raccord défectueux, ...	code I ou et consigner « problème sur prélèvement »
Durée et condition de stockage	avant prélèvement : 1 mois recommandé après prélèvement : - récupération immédiate du prélèvement, transport <5±3°C vers le lieu de stockage AASQA. - conservation 2 semaines maximum au congélateur <-18±5°C (Partisol) ou au réfrigérateur <5±3°C (Digitel) avant expédition au laboratoire.	Invalider si non conforme	I
Observation site	Les éventuelles modifications de l'environnement ou les problèmes ponctuels (travaux, épandages...) doivent être signalés		I ou W

Validation des analyses

Désignation	Critère	Action si non conforme	Codage
Références normatives	Respect des documents de référence	Invalidation	I
Température de transport	Respect de la température du colis <5±3°C	Doute ou invalidation si >10 °C	W ou I
Délai entre réception échantillon et extraction (Partisol)	maximum 15 jours	invalider si ce n'est pas le cas	I
Délai entre fin du prélèvement et extraction (Digitel)	maximum 3 semaines	invalider si ce n'est pas le cas	I
Délai entre extraction et analyse (Partisol)	Extraits conservés à température <-18±5°C Analyse sous 1 mois après extraction	invalider si ce n'est pas le cas	I
Délai entre extraction et analyse (Digitel)	Extraits conservés à température <5±3°C Analyse sous 1 mois après extraction	invalider si ce n'est pas le cas	I
Blancs de stockage	Un blanc de stockage par site de prélèvement en tout début de campagne. Pour chaque SA, le blanc doit être <LQ	Si >LQ, identifier et éliminer la source de contamination	W, ou I si >33% de la moyenne des échantillons réalisés
Contrôles des rapports d'analyse par série de résultat	Vérification du format des données (unité, décimales, erreurs de saisie,...)	Consultation du laboratoire sur données douteuses puis codage W des valeurs atypiques si confirmation des données	W

Validation environnementale

A faire avant intégration des résultats dans Phytatmo, au maximum 1 mois après réception des résultats d'une série d'analyse.

Désignation	Description	Action
Etudier la cohérence spatiale des données	Comparaison des résultats des sites de même typologie et profil agricole	codage W si valeurs atypiques ou demande de réanalyse
	Examiner la cohérence des résultats avec le profil agricole du site et les cultures secondaires	
Etudier la cohérence temporelle des données	Prise en compte des profils saisonniers des SA suivies, selon les périodes d'épandage	codage W si valeurs atypiques ou demande de réanalyse
	Comparer les données avec l'historique saisonnier du site ou d'un site de même typologie et profil agricole (si disponible)	
Examiner les données météorologiques	Vitesse et direction du vent, température, pluviométrie, ensoleillement.	codage W si valeurs atypiques ou demande de réanalyse
Prendre en compte des événements identifiés susceptibles d'interférer sur le profil des concentrations mesurées		Codage I ou W selon impact, réanalyse éventuelle

ANNEXE 3

Données PhytAtmo utiles à la définition de la stratégie d'échantillonnage temporel

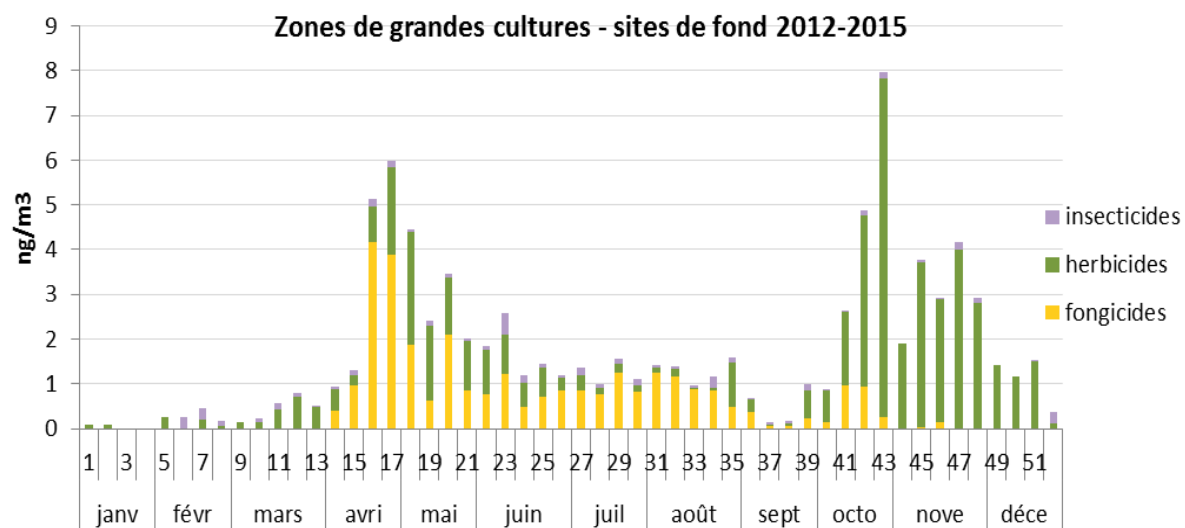
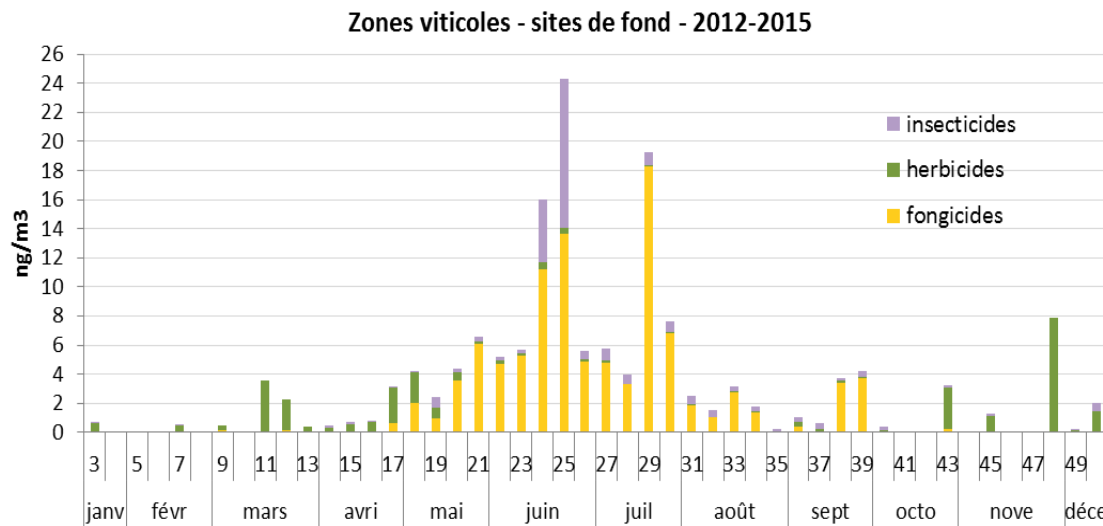


Figure 1 : Cumul hebdomadaire moyen des concentrations (ng/m³) toutes substances confondues, en zones de grandes cultures



Figures 2 : Cumul hebdomadaire moyen des concentrations (ng/m³) toutes substances confondues, en zones de viticultures

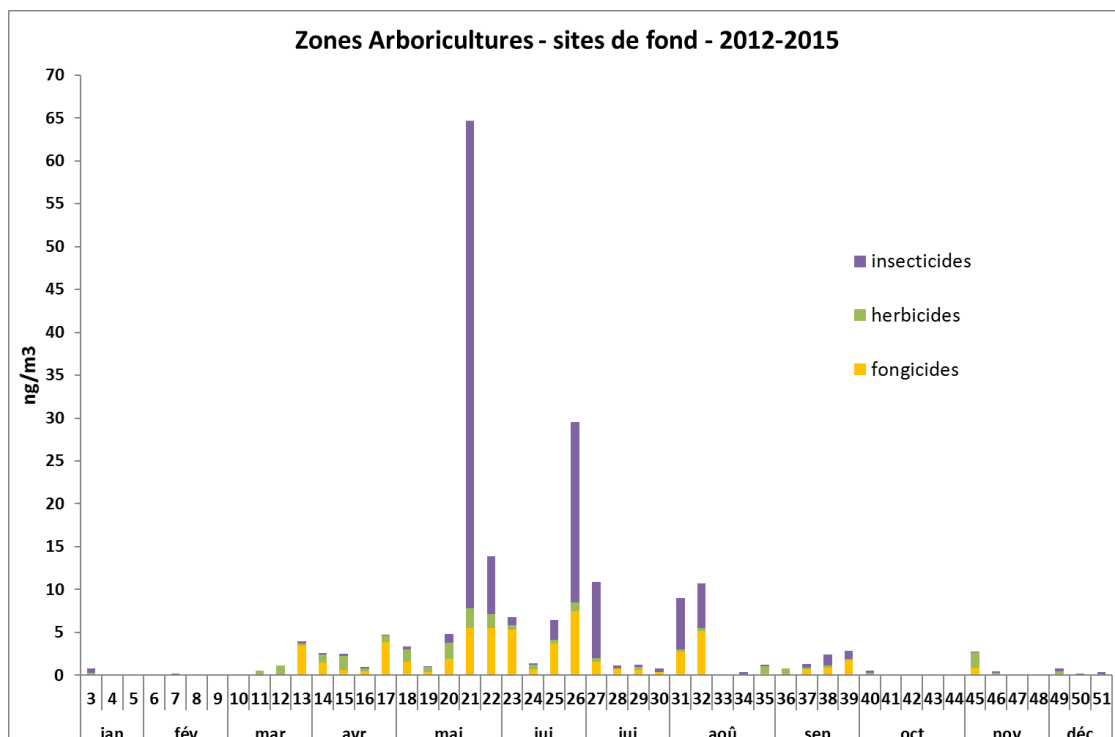
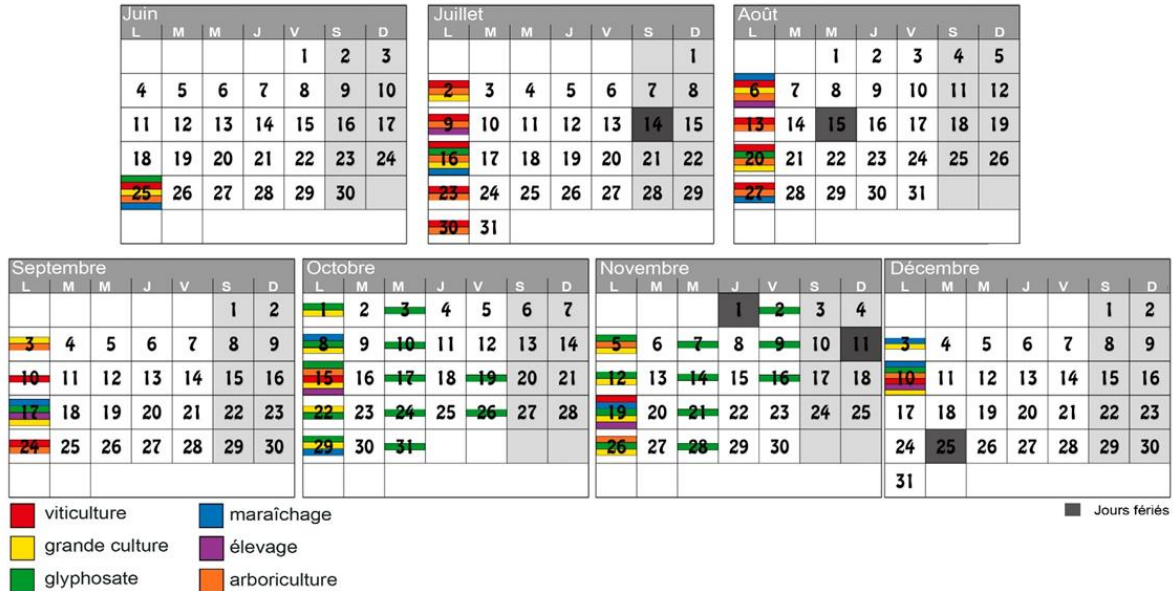


Figure 3 : Cumul hebdomadaire moyen des concentrations (ng/m³) toutes substances confondues, en zones d'arboricultures

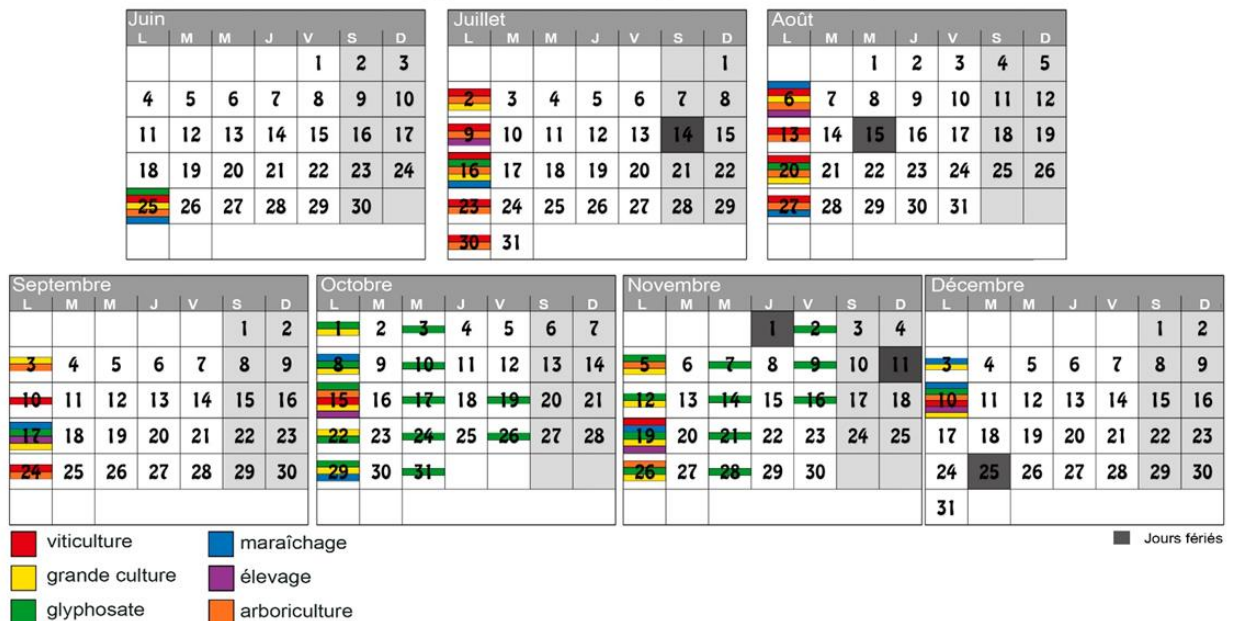
ANNEXE 4

Planning d'échantillonnage global pour la métropole et les DROM

Planning échantillonnage 2018 Métropole



Planning échantillonnage 2018 Métropole



Planning échantillonnage 2018 DROM

Juin							Juillet							Août						
L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D
				1	2	3							1			1	2	3	4	5
4	5	6	7	8	9	10	2	3	4	5	6	7	8	6	7	8	9	10	11	12
11	12	13	14	15	16	17	9	10	11	12	13	14	15	13	14	15	16	17	18	19
18	19	20	21	22	23	24	16	17	18	19	20	21	22	20	21	22	23	24	25	26
25	26	27	28	29	30		23	24	25	26	27	28	29	27	28	29	30	31		
							30	31												

Septembre							Octobre							Novembre							Décembre						
L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D
					1	2	1	2	3	4	5	6	7				1	2	3	4						1	2
3	4	5	6	7	8	9	8	9	10	11	12	13	14	5	6	7	8	9	10	11	3	4	5	6	7	8	9
10	11	12	13	14	15	16	15	16	17	18	19	20	21	12	13	14	15	16	17	18	10	11	12	13	14	15	16
17	18	19	20	21	22	23	22	23	24	25	26	27	28	19	20	21	22	23	24	25	17	18	19	20	21	22	23
24	25	26	27	28	29	30	29	30	31					26	27	28	29	30			24	25	26	27	28	29	30
																					31						

Martinique
 Autres DROM
 Jours fériés

Planning échantillonnage 2019 DROM

Janvier							Février							Mars						
L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D
	1	2	3	4							1							1		
7	8	9	10	11			4	5	6	7	8			4	5	6	7	8		
14	15	16	17	18			11	12	13	14	15			11	12	13	14	15		
21	22	23	24	25			18	19	20	21	22			18	19	20	21	22		
28	29	30	31				25	26	27	28				25	26	27	28	29		

Avril							Mai							Juin						
L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D
1	2	3	4	5					1	2	3									
8	9	10	11	12			6	7	8	9	10			3	4	5	6	7		
15	16	17	18	19			13	14	15	16	17			10	11	12	13	14		
22	23	24	25	26			20	21	22	23	24			17	18	19	20	21		
29	30						27	28	29	30				24	25	26	27	28		

Martinique
 Autres DROM
 Jours fériés