

Sol-Phy-Ly

**Evaluation du devenir des produits phytopharmaceutiques en
plein champ en fonction des pratiques culturales pour le
développement d'une agriculture éco responsable**

Rapport d'activités 2019 - 2020

Table des matières

1. INTRODUCTION.....	7
1.1. CONTEXTE « PHYTO-EAU » EN WALLONIE	7
1.2. DESCRIPTION DES LYSIMÈTRES	14
1.3. OBJET DE LA CONVENTION DE RECHERCHE	15
2. ECHANTILLONNAGE	17
2.1. INTRODUCTION.....	17
2.2. ECHANTILLONNAGE ET PREPARATION DES ECHANTILLONS DE SOL	17
2.3. ECHANTILLONNAGE DE L'EAU DE PERCOLATION	18
3. DÉVELOPPEMENT DES MÉTHODES ANALYTIQUES	19
3.1. CHOIX DES MOLECULES SUIVIES	19
3.2. DANS LES LABORATOIRES DU CRA-W	19
3.3. VALIDATION DE LA METHODE D'ANALYSE DE LA BENTAZONE DANS LE SOL.....	19
3.3.1. Réactifs et solvants utilisés	19
3.3.2. Préparation des échantillons avant analyse	20
3.3.3. Droite de calibration en matrice.....	20
3.3.4. Méthode d'analyse par LC-MS/MS.....	21
3.3.5. Résultats de la validation de la méthode d'analyse de la bentazone dans le sol.....	23
4. SUIVI DES PPP DANS LE SOL ET DANS L'EAU.....	24
4.1. LYSIMÈTRES SOLRÉSIDUS	24
4.1.1. Introduction.....	24
4.1.2. Traitements réalisés.....	25
4.1.3. Résultats du suivi 'glyphosate'	26
4.1.4. Résultats du suivi 'bentazone'	28
4.1.5. Résultats du suivi 'multirésidus'	30
4.2. LYSIMÈTRES EN PARCELLES D'AGRICULTEURS	34
4.2.1. Introduction.....	34
4.2.2. Lysimètre 'Bovenistier'	34
4.2.3. Lysimètre 'Chemin de fer'	36
4.2.4. Lysimètre 'Sole 4'	38
4.2.5. Lysimètre Haute Bova.....	40
4.3. CONCLUSIONS	42
5. DÉSHERBAGE DES CÉRÉALES.....	43
5.1. DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL	43
5.2. OBSERVATIONS	45
5.3. RESULTATS DE L'ANNEE CULTURALE 2018-2019	45
5.3.1. Evolution des populations d'adventices.....	46
La gestion des graminées	46
La gestion des dicotylées	48
Synthèse des comptes : la gestion des adventices par la technique mécanique et/ou chimique.	49
5.3.2. Impact du désherbage sur le rendement du froment.....	51
Rendements au sein des modalités en lien avec la gestion des graminées.....	51
Rendements au sein des modalités en lien avec la gestion des dicotylées	54
Synthèse des observations de rendement : impact du désherbage mécanique et chimique sur le rendement de la culture de froment d'hiver	56
5.4. DISCUSSIONS	57
6. CONCLUSIONS	58

7. PROGRAMME D'ACTIVITÉS 2020-2021.....	59
7.1. WORKPACKAGE 2 : « PARCELLES EN HESBAYE ».....	59
7.2. WORKPACKAGE 3 : « SOL-RESIDUS ».....	59
7.3. WORKPACKAGE 4 : DEVELOPPEMENT DE METHODES D'ANALYSE ET ANALYSE DES ECHANTILLONS.....	59
8. BIBLIOGRAPHIE.....	60
9. RÉSULTATS ANALYTIQUES COMPLETS	61
9.1. TENEURS EN GLYPHOSATE DANS LES SOLS DES PARCELLES DE L'ESSAI SOLRESIDUS	62
9.2. CONCENTRATIONS EN PPP DANS LES SOLS DES PARCELLES DE L'ESSAI SOLRESIDUS	64
9.3. TENEURS EN PPP DANS LES SOLS DES PARCELLES DE HESBAYE	68

Liste des figures

Figure 1. Teneurs en pesticides dans les eaux souterraines (réseau DCE et additionnel) (source : http://environnement.wallonie.be/frameset.cfm?page=http://environnement.wallonie.be/de/eso/atlas/ SPW (2019). Etat des nappes d'eau souterraine de Wallonie. Edition : Service public de Wallonie, Belgique. Dépôt légal D/2019/11802/08)	7
Figure 2. Distribution des maxima observés par prise d'eau lors de trois périodes consécutives (source : SPW (2019). Etat des nappes d'eau souterraine de Wallonie. Edition : Service public de Wallonie, Belgique. Dépôt légal D/2019/11802/08)	8
Figure 3. Impact des pesticides sur la qualité des eaux souterraines (Source : SPW-EEW).	8
Figure 4. Evolution des quantités totales de substances actives vendues en Belgique pour les utilisateurs professionnels par grand groupe de substances actives, de 1995 à 2015 (source : CORDER asbl, le Comité Régional Phyto et Applied microbiology – Phytopathology (ELIM-ELI-UCL)).	10
Figure 5. Evolution de la quantité de substances actives (en kg) appliquées sur les différentes cultures pour la période 2004-2015 (réseau de comptabilité de la DAEA).....	11
Figure 6. Répartition des quantités par type de substance active appliquées dans les cultures de pomme de terre (réseau de comptabilité de la DAEA 2015).	11
Figure 7. Répartition des quantités par type de substance active appliquée dans les cultures de froment (réseau de comptabilité DAEA 2015).....	12
Figure 8. Schéma d'un lysimètre.	14
Figure 9. Schéma d'extraction de la bentazone dans un sol.	20
Figure 10: Description et schéma du dispositif expérimental de l'essai SOLRESIDUS – Grand Bordia – Gembloux – GxABT.....	25
Figure 11: Concentration en bentazone dans le sol au cours du temps dans l'horizon 0-10 cm (a) et 10-20 cm (b).....	29
Figure 12. Essai désherbage Sol-Phy-Ly 2019. Protocole expérimental.	43
Figure 13. Essai désherbage 2019-2020. Protocole expérimental.	44
Figure 14. Evolution des populations de graminées en lien avec l'utilisation du désherbage mécanique et/ou chimique anti-graminées, essai désherbage 2018-2019. (T0, T1, T2, T3 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille, après les 1, 2, 3 passages et au terme de l'expérimentation).....	46
Figure 15. Efficacité de l'utilisation de l'herbicide anti-graminées en fonction de l'utilisation de la herse étrille. Essai désherbage 2018-2019.	47
Figure 16. Evolution des populations de graminées en lien avec l'utilisation du désherbage mécanique et/ou chimique anti-dicotylées, essai désherbage 2018-2019. (T0 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille et au terme de l'expérimentation).....	47
Figure 17. Evolution des populations de dicotylées en lien avec l'utilisation du désherbage mécanique et/ou chimique anti-dicotylées, essai désherbage 2018-2019. (T0, T1, T2, T3 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille, après les 1, 2, 3 passages et au terme de l'expérimentation).....	48
Figure 18. Evolution des populations de dicotylées en lien avec l'utilisation du désherbage mécanique et/ou chimique anti-graminées, essai désherbage 2018-2019. (T0 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille et au terme de l'expérimentation).....	49
Figure 19. Dynamique des populations d'adventices au sein des modalités sans désherbage chimique. Nombre d'adventices recensées par quadrats de ¼ m². T0 à T3 correspondent aux dates de comptages. Essai désherbage 2018-2019.....	50
Figure 20. Dynamique des populations de graminées. Nombre d'adventices par m², essai désherbage 2018-2019. (T0, T1, T2 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille, après les 1, 2 passages et au terme de l'expérimentation).....	50

Figure 21. Dynamique des populations de dicotylées. Nombre d'adventices par m ² , essai désherbage 2018-2019. (T0, T1, T2 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille, après les 1, 2 passages et au terme de l'expérimentation).....	51
Figure 22. Résultats rendement au sein des modalités concernées par l'application de l'anti-graminées (en kg de grains par hectare), essai désherbage 2018-2019.....	52
Figure 23. Efficacité de l'herbicide anti-graminées en fonction de l'utilisation de la herse étrille sur le rendement en grains. Essai désherbage 2018-2019.	52
Figure 24. Résultats rendement au sein des modalités concernées l'utilisation de la herse étrille croisée à l'anti-graminées (en kg de grains par hectare), essai désherbage 2018-2019.....	53
Figure 25. Efficacité de l'utilisation de la herse étrille en fonction de l'utilisation de l'anti-graminées sur le rendement en grain. Essai désherbage 2018-2019.....	53
Figure 26. Résultats rendement au sein des modalités concernées par l'application de l'anti-dicotylées (en kg de grains par hectare), essai désherbage 2018-2019.....	54
Figure 27. Efficacité de l'herbicide anti-graminées en fonction de l'utilisation de la herse étrille sur le rendement en grains. Essai désherbage 2018-2019.	54
Figure 28 : Résultats rendement au sein des modalités concernées par l'utilisation de la herse étrille croisée à l'anti-dicotylées (en kg de grains par hectare), essai désherbage 2018-2019.....	55
Figure 29 : Efficacité de l'utilisation de la herse étrille en fonction de l'utilisation de l'anti-dicotylées sur le rendement en grains. Essai désherbage 2018-2019.	55

Liste des tableaux

Tableau 1. Concentration moyenne (ng/l) de métabolites et de substances actives dans les eaux souterraines (2017).	9
Tableau 2. Extrapolation de la quantité de substances actives appliquées (kg/ha) par type de culture à l'échelle de la Wallonie (2015).....	12
Tableau 3. Vente nationale de quelques substances actives (tonnes/an).....	13
Tableau 4. Nombre d'analyses réalisées par le CRA-W.....	17
Tableau 5. Résumé des méthodes utilisées pour les molécules ciblées dans le projet.....	19
Tableau 6. Standard analytique utilisé.	21
Tableau 7. Dilutions réalisées à partir de la solution STOCK.	21
Tableau 8. Gradient d'éluion utilisé pour l'analyse de la bentazone en LC-MS/MS.	22
Tableau 9. Résultats de la validation.	23
Tableau 10. Teneur en bentazone sur les parcelles de l'essai Sol-Résidus.....	28
Tableau 11. Concentration en PPP dans l'eau de percolation du lysimètre de la parcelle Labour & Résidus Out de l'essai sol-résidus.	31
Tableau 12. Concentration en PPP dans l'eau de percolation du lysimètre de la parcelle Non Labour & Résidus In de l'essai sol-résidus.	32
Tableau 13. Concentration en PPP dans l'eau de percolation du lysimètre de la parcelle Labour & Résidus In de l'essai sol-résidus.	32
Tableau 14. Successions culturales sur les parcelles équipées d'un lysimètre.	34
Tableau 15. Concentration en PPP dans l'eau de percolation du lysimètre de la parcelle Chemin de fer en Hesbaye.....	38
Tableau 16. Concentration en PPP dans l'eau de percolation du lysimètre de la parcelle Sole 4 en Hesbaye.	40
Tableau 17. Concentration en PPP dans l'eau de percolation du lysimètre de la parcelle Haute Bova en Hesbaye.	41
Tableau 18. Récapitulatif des activités d'observation et de traitement pour l'essai désherbage 2019-2020. Les P correspondent aux passages de l'outil herse étrille sur les parcelles.	44
Tableau 19. Récapitulatif des activités d'observation et de traitement pour l'essai désherbage Sol-Phy-Ly 2019.....	45
Tableau 20. Impact des techniques de désherbage mécanique et/ou chimique sur le rendement moyen par rapport au témoin. Le rendement moyen des témoins (case blanche) est exprimé en kg de grains.ha ⁻¹ , tout comme les gains repris dans chacune des cases, propres à chaque modalité. Essai désherbage 2018-2019.....	56

1. Introduction

1.1. Contexte « phyto-eau » en Wallonie

Depuis 1998, l'eau destinée à la distribution publique fait l'objet d'un suivi régulier afin de vérifier sa potabilité (Directive 98/83/CE). Des concentrations maximales sont fixées par substance (100 ng/l) et pour le total des substances (500 $\mu\text{g/l}$) ; seuils de non-potabilité qui sont 10 à 100 fois supérieurs aux limites fixées par l'OMS¹.

En 2006, la Directive 2006/118/CE a étendu ces seuils à toutes les eaux souterraines.

Afin de pouvoir suivre la qualité des eaux souterraines conformément aux prescriptions de la Directive-cadre sur l'eau (Directive 2000/60/CE), le SPW dispose d'un réseau de surveillance constitué de :

- 200 points d'observation dans des captages (suivis par les producteurs d'eau) et
- 200 points d'observation dits 'patrimoniaux' (piézomètres, puits privés, sources) situés dans des régions peu aquifères ; ces derniers étant suivis par l'ISSEP².

La figure 1 illustre par substance, la fréquence et l'ampleur des éventuels dépassements de limite de potabilité observés depuis 2006 dans ce réseau de surveillance. L'atrazine (et ses deux métabolites), le diuron, l'isoproturon, le 2,6-dichlorobenzamide (BAM) et la bentazone représentent l'essentiel des problèmes qualitatifs.

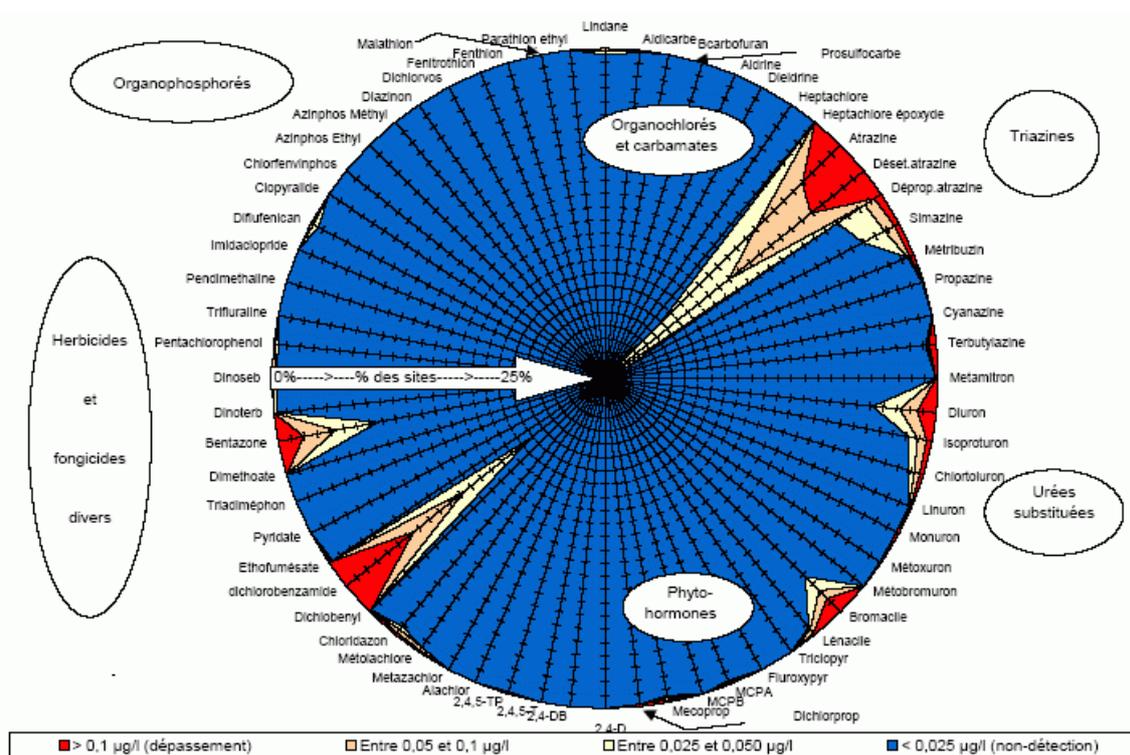


Figure 1. Teneurs en pesticides dans les eaux souterraines (réseau DCE et additionnel) (source : <http://environnement.wallonie.be/frameset.cfm?page=http://environnement.wallonie.be/de/eso/atlas/> SPW (2019). Etat des nappes d'eau souterraine de Wallonie. Edition : Service public de Wallonie, Belgique. Dépôt légal D/2019/11802/08)

¹ Organisation Mondiale de la Santé

² Institut Scientifique de Service Public

A l'exception de la bentazone, la concentration de ces matières actives a tendance à régresser depuis 1995 (figure 2).

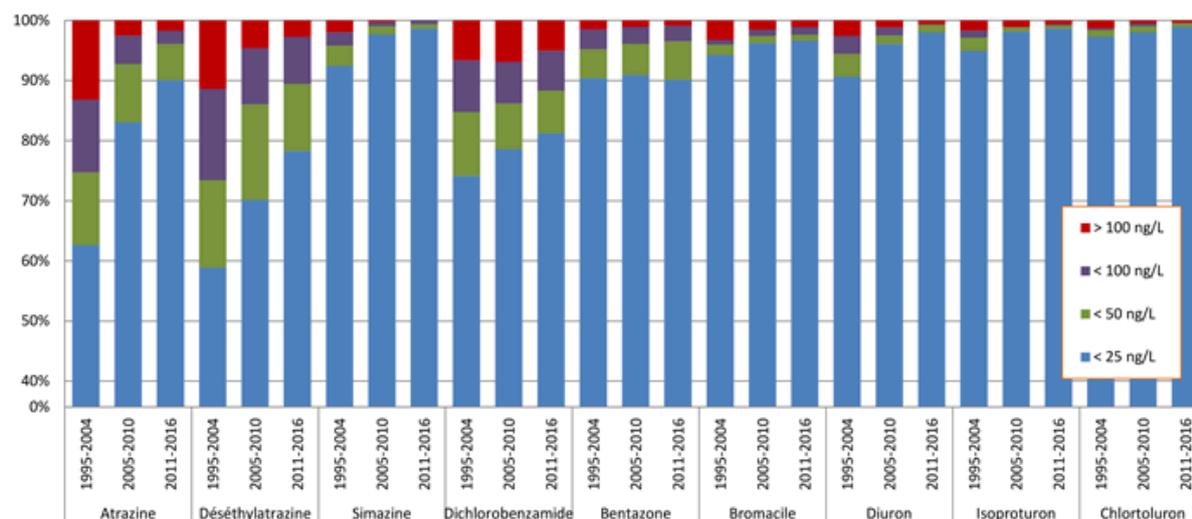


Figure 2. Distribution des maxima observés par prise d'eau lors de trois périodes consécutives (source : SPW (2019). Etat des nappes d'eau souterraine de Wallonie. Edition : Service public de Wallonie, Belgique. Dépôt légal D/2019/11802/08)

Les aquifères les plus touchés sont les Sables bruxelliens des bassins Haine et Sambre, les Sables du Bruxellien et le Crétacé de Hesbaye (figure 3).

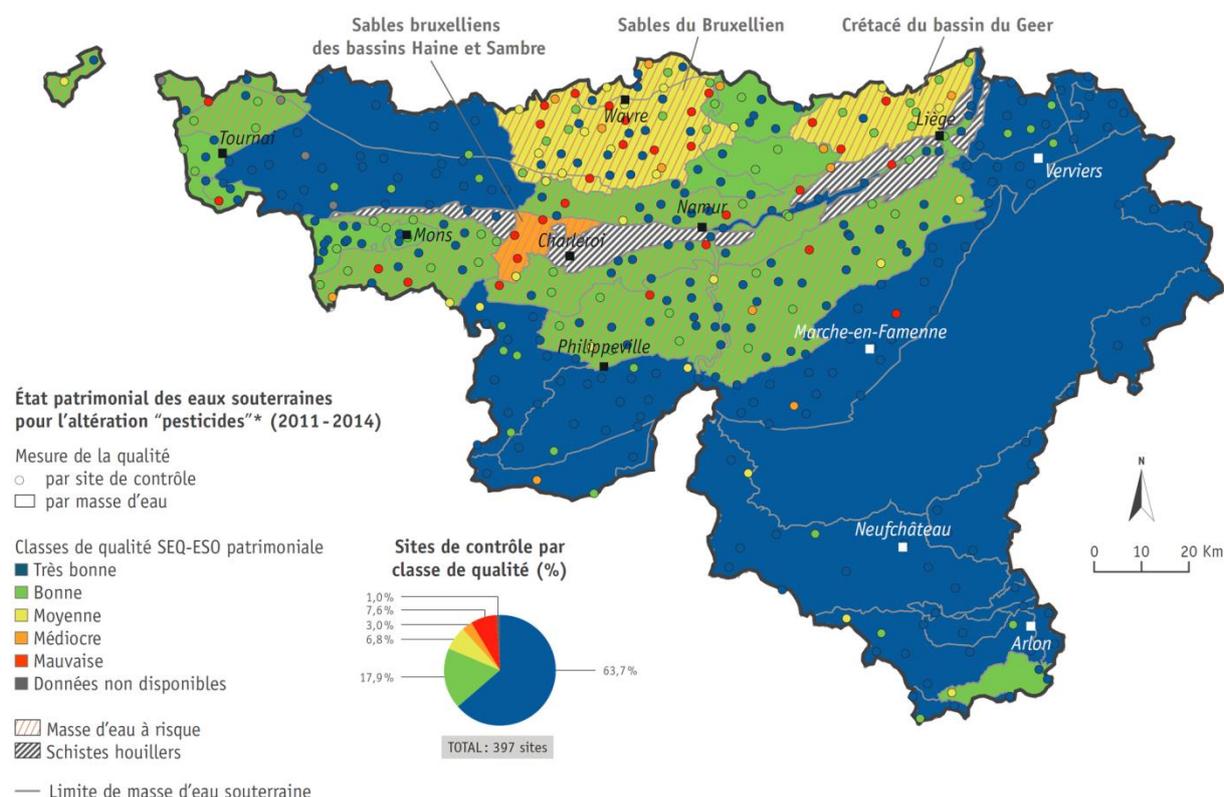


Figure 3. Impact des pesticides sur la qualité des eaux souterraines (Source : SPW-EEW).

Ces dernières années, l'attention s'est également portée sur les métabolites³ de plusieurs substances actives (chloridazon, chlorotalonil, S métolachlore, métazachlore et glyphosate). Il a ainsi été constaté que certains métabolites pouvaient être présents en plus grande quantité dans les eaux souterraines que leur substance active 'mère', à l'exemple du chloridazon (tableau 1).

Tableau 1. Concentration moyenne (ng.L⁻¹) de métabolites et de substances actives dans les eaux souterraines (2017).

Molécule	Moyenne points patrimoniaux (33)	Moyenne captages d'eau (77)
Chloridazon	3	0
<i>Desphenylchloridazon</i>	2393	1934
Methyl-desphenylchloridazon	285	162
<i>Chlorothalonil SA (VIS01)</i>	112	85
<i>Metolachlore ESA</i>	55	66
Metolachlore OA	2	0
<i>Metazachlore ESA</i>	22	13
Metazachlore OA	18	4
Glyphosate	3	0
AMPA	10	3

Source : SPW (communication F. Delloye)

En italique, les métabolites dont la surveillance est imposée par le Code de l'Eau

Pour pouvoir mieux interpréter ces chiffres (pourquoi telle ou telle substance est rencontrée dans les eaux souterraines, pourquoi en diminution ou en augmentation, pourquoi d'autres sont absentes), il y a lieu de s'intéresser à deux facteurs qui conditionnent les flux en profondeur :

1. les caractéristiques physico-chimiques : plus une substance est stable (c-à-d résistante à la photolyse, l'hydrolyse et aux dégradations par les micro-organismes du sol) et mobile (peu retenue par le sol), plus elle peut migrer vers les eaux souterraines ;
2. l'usage : plus une substance est utilisée, plus elle peut engendrer une concentration importante dans l'eau (simple principe de dilution dans une lame d'eau qui percole dans le sol).

Les caractéristiques physico-chimiques sont illustrées par la durée de demi-vie (DT50) et la solubilité (Koc, Kw). A partir de ces caractéristiques, Gustafson (1989) a construit un indice empirique de lixiviation « GUS » (Groundwater Ubiquity Score) comme suit :

$$GUS = \log DT50 [4 - \log (Koc)]$$

³ Desphenylchloridazon et methyl-desphenylchloridazon sont des métabolites du chloridazon

Chlorotalonil SA est un métabolite du chlorotalonil

Metolachlore ESA et OA sont des métabolites du metolachlore et S-metolachlore

Metazachlore ESA et OA sont de métabolites du metazachlore

AMPA est un métabolite du glyphosate

En fonction de la valeur obtenue, les pesticides présentent un risque de contamination des eaux souterraines élevé (GUS > 2.8) ou faible (GUS < 1.8).

En ce qui concerne les usages, la discussion qui suit s'appuie sur les résultats d'une étude⁴ menée en 2017 par CORDER asbl, le Comité Régional Phyto et Applied microbiology – Phytopathology (ELIM-ELI-UCL).

En Belgique, un peu plus de 6.000 tonnes de substances actives sont annuellement utilisées par des professionnels (figure 4). Leurs usages ont fortement diminué entre 1995 et 2010. En 2011, ils ont brusquement augmenté pour se stabiliser depuis lors. Le pic observé en 2014 s'explique essentiellement par les conditions humides du printemps qui ont causé un recours plus important aux fongicides.

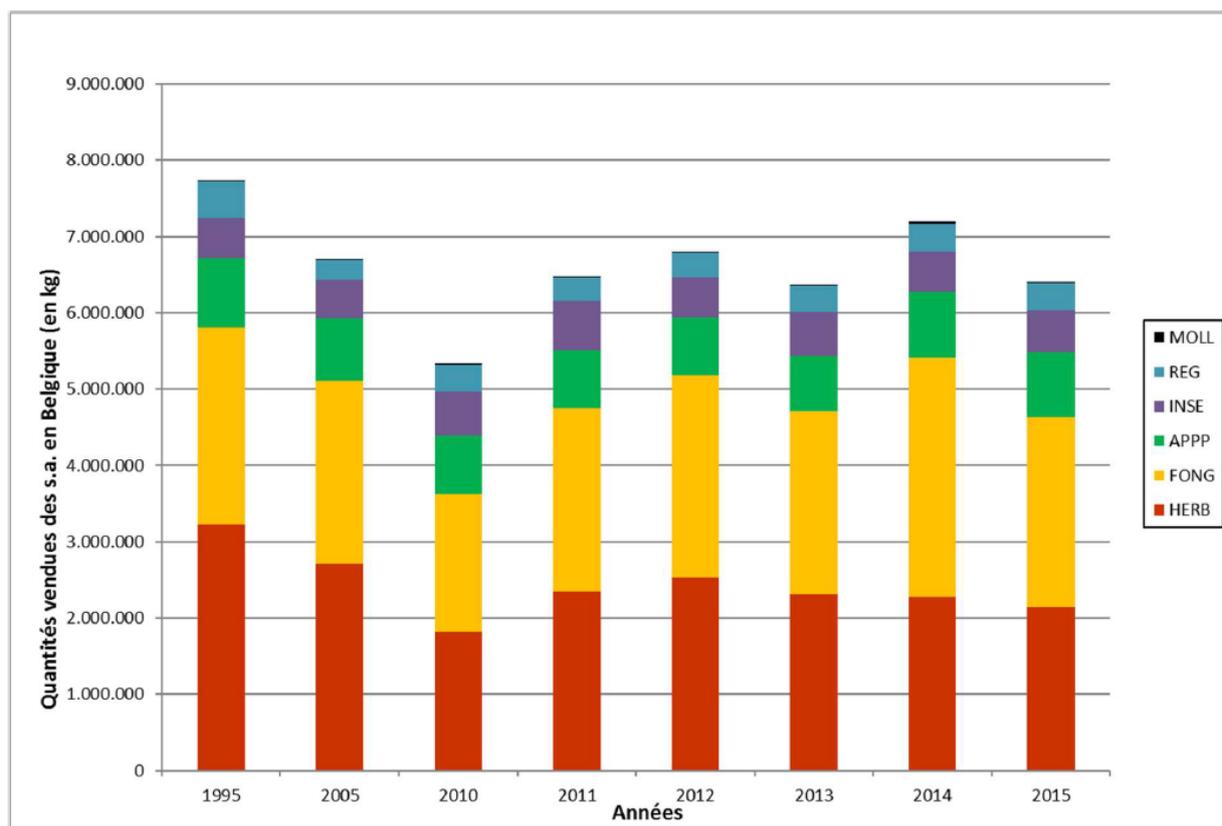


Figure 4. Evolution des quantités totales de substances actives vendues en Belgique pour les utilisateurs professionnels par grand groupe de substances actives, de 1995 à 2015 (source : CORDER asbl, le Comité Régional Phyto et Applied microbiology – Phytopathology (ELIM-ELI-UCL)).

MOLL = molluscicide, REG = régulateur, INSE = insecticide, APPP = autres produits phytopharmaceutiques, FONG = fongicide, HERB = herbicide

A l'échelle de la région wallonne, les auteurs se sont appuyés sur les données de la DAEA⁵ collectées annuellement dans un peu plus de 400 exploitations agricoles ou horticoles. L'examen des factures d'achat révèle que les quantités les plus importantes sont destinées au froment, à la pomme de terre, à la betterave et aux vergers de basses tiges (figure 5).

⁴ Estimation quantitative des utilisations de produits phytopharmaceutiques par les différents secteurs d'activité. Projet financé par le SPW – DGO3.

⁵ Direction de l'Analyse Economique Agricole - SPW

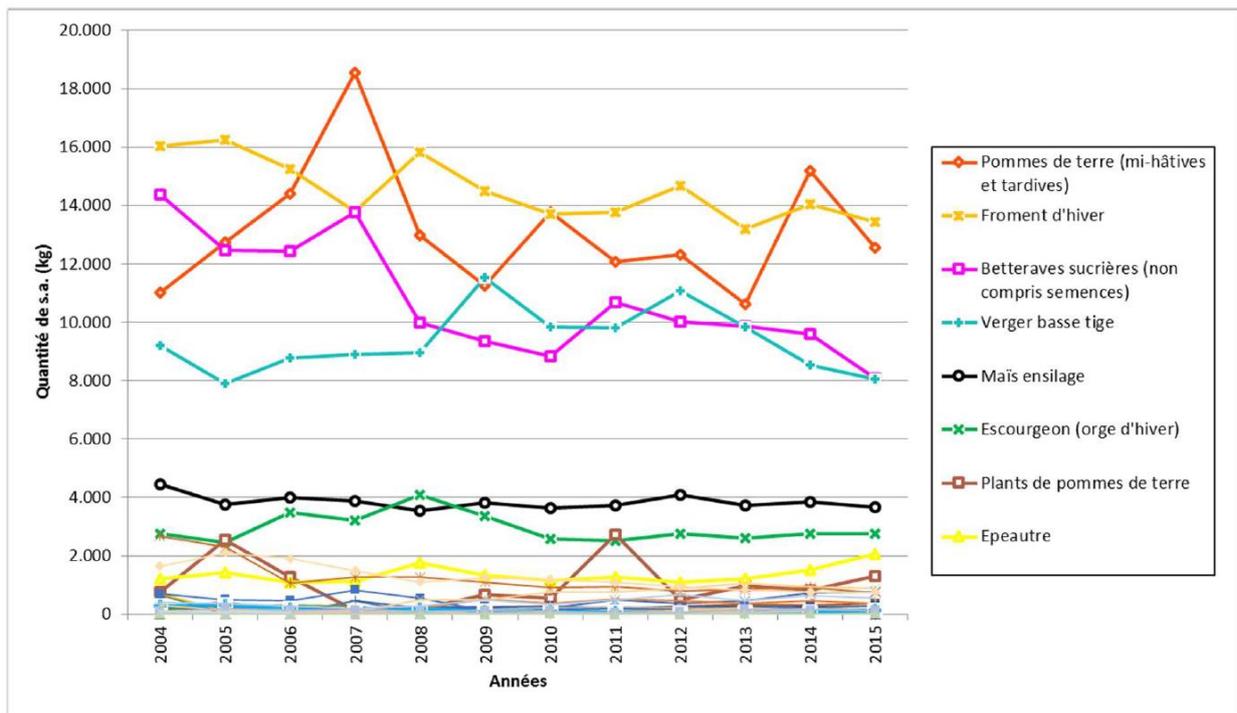


Figure 5. Evolution de la quantité de substances actives (en kg) appliquées sur les différentes cultures pour la période 2004-2015 (réseau de comptabilité de la DAEA).

Pour la pomme de terre, le mancozèbe (fongicide) représente environ la moitié des quantités achetées (figure 6).

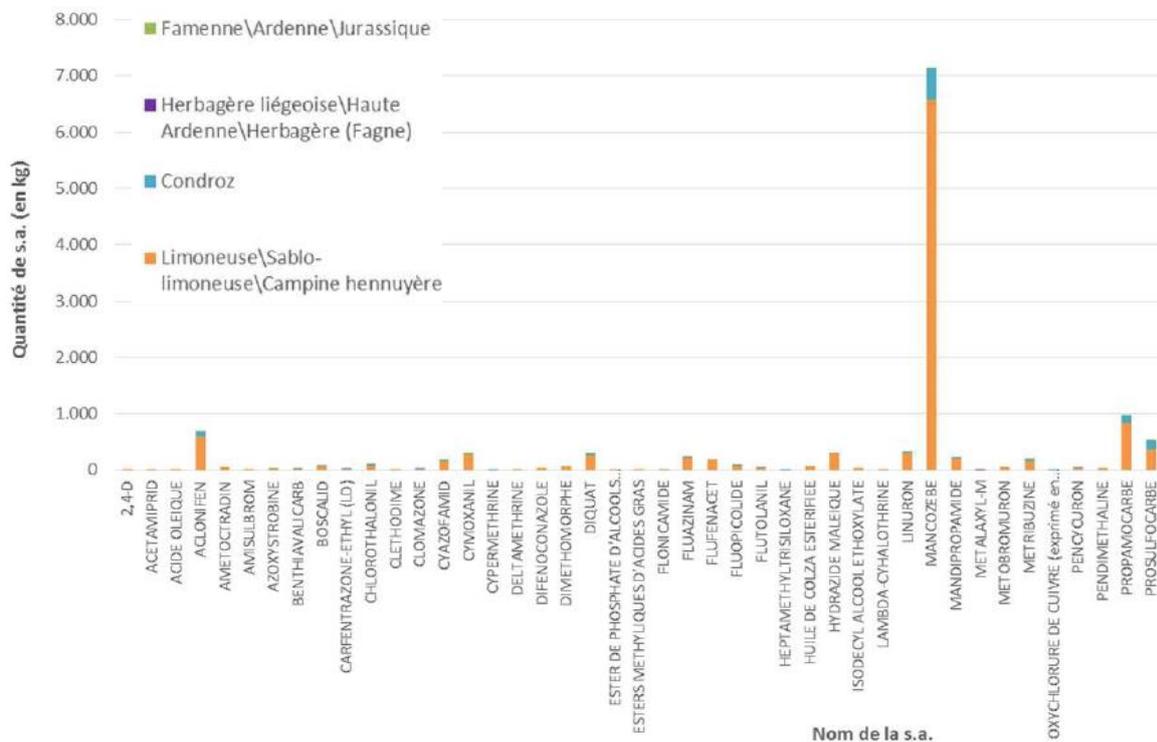


Figure 6. Répartition des quantités par type de substance active appliquées dans les cultures de pomme de terre (réseau de comptabilité de la DAEA 2015).

Pour le froment, les quantités achetées (figure 7) mettent en lumière des usages importants de chlorure de chlormequat (régulateur de croissance), de chlorotalonil et de prothioconazole (fongicides) et d'isoproturon (herbicide).

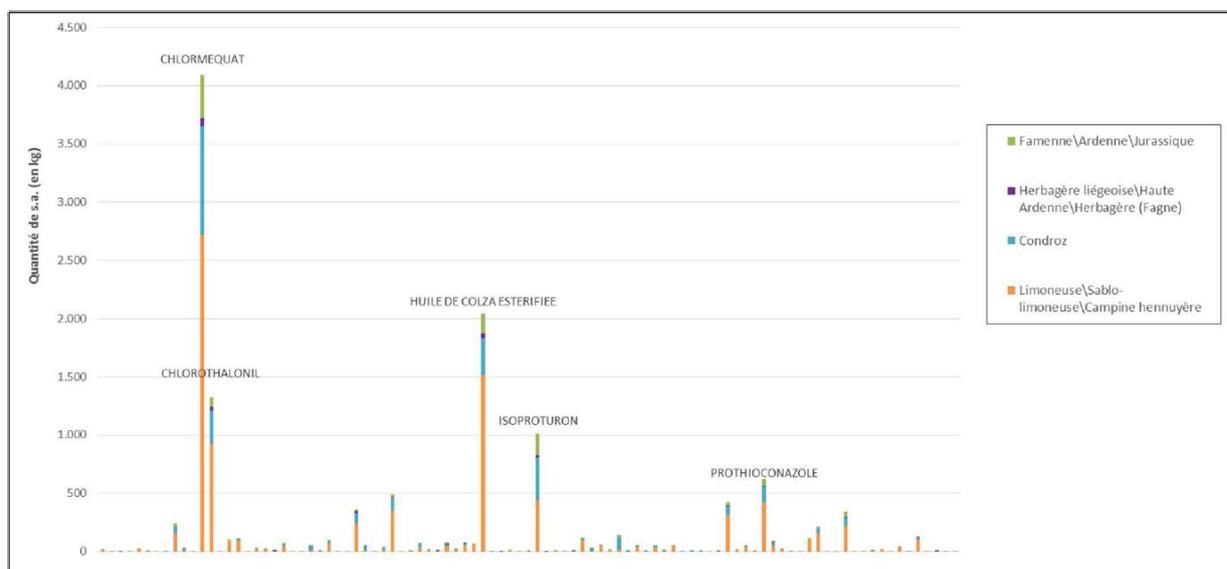


Figure 7. Répartition des quantités par type de substance active appliquée dans les cultures de froment (réseau de comptabilité DAEA 2015).

En exprimant ces quantités par unité de surface (hectare), à l'échelle de la région wallonne, il apparaît que la pomme de terre est la culture la plus consommatrice de pesticides (essentiellement fongicides). Par la fréquence des désherbages, la betterave occupe la deuxième place de ce classement (tableau 2). Bien que ne représentant qu'un peu plus d'un dixième de la superficie agricole, ces deux cultures reçoivent plus de la moitié des quelques 1.400 tonnes de pesticides épanchés en Wallonie en 2015.

Tableau 2. Extrapolation de la quantité de substances actives appliquées ($\text{kg}\cdot\text{ha}^{-1}$) par type de culture à l'échelle de la Wallonie (2015).

Nom de la culture	Quantité totale extrapolée de s.a (kg) en Wallonie	Surface (ha) en Wallonie ¹³³	Quantité de s.a. par hectare (kg/ha) en Wallonie
Betteraves fourragères	5.182,66	945,15	5,48
Betteraves sucrières (non compris semences)	220.802,86	34.669,92	6,37
Epeautre	42.381,96	18.501,36	2,29
Escourgeon (orge d'hiver)	69.879,93	30.292,70	2,31
Froment d'hiver	367.338,64	130.426,97	2,82
Mais ensilage	68.572,16	53.274,17	1,29
Orge de printemps	2.165,05	2.728,49	0,79
Prairies permanentes	15.910,31	306.628,39	0,05 ¹³⁴
Prairies temporaires (y compris ray-grass)	2.577,60	30.639,56	0,08 ¹³⁵
Pommes de terre (mi-hâtives et tardives)	598.639,56	33.972,98	17,62

Les concentrations en pesticides observées aujourd’hui dans les eaux souterraines sont, vu le temps de transfert dans la zone vadose, la conséquence de traitements réalisés quelques années à quelques dizaines d’années auparavant.

Il est dès lors pertinent de faire le point sur les usages des substances actives problématiques (figure 1) fin des années ’90 jusqu’en 2015 (tableau 3).

Tableau 3. Vente nationale de quelques substances actives (tonnes.an⁻¹).

Substance active	Indice GUS ⁶	1995	2005	2010	2015
Atrazine	2.57	184	0	0	0
Bentazone	1.95	86	62	19	22
Bromacile	3.44	4	0	0	0
Chloridazon	2.62	225	105	53	60
Dichlobénil	1.19	13	40	0	0
Diuron (non agricole)	2.65	202	25	0	0
Flufenacet	2.49	0	21	62	58
Glyphosate	-0.29	322	826	382	471
Isoproturon	2.61	280	113	86	66
Mancozèbe	-1.45	660	1.205	672	788

En gras, les substances actives les plus rencontrées dans les eaux souterraines

La lecture de ce tableau indique que :

- fin des années ’90, le mancozèbe, substance active la plus utilisée en pomme de terre (figure 6) et le glyphosate (dans l’actualité ces dernières années) sont deux fois plus utilisés que les substances actives problématiques pour les eaux souterraines sans être observés dans les eaux souterraines. L’explication réside dans les caractéristiques physico-chimiques de ces molécules : ces deux substances actives présentent un indice GUS négatif alors que les substances actives problématiques présentent un indice GUS supérieur à 2,2.
- même utilisées en ‘petite’ quantité (quelques tonnes par an) jusqu’à leur interdiction d’usage à la fin des années ’90 - début des années 2000, le bromacile et le dichlobénil sont aujourd’hui encore bien présents (substance active ou métabolites) dans les eaux souterraines.
- à l’exemple du flufenacet, de nouvelles substances actives sont mises sur le marché et sont, en 2015, utilisées dans des quantités équivalentes à des molécules problématiques telles que le chloridazon.

Ce dernier commentaire met en évidence l’intérêt du lysimètre pour pouvoir anticiper une éventuelle contamination similaire à l’atrazine.

⁶ PPDB Database consulté le 25/05/2019 <https://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/en/>

1.2. Description des lysimètres

Deux sites lysimétriques sont exploités par Gembloux Agro-Bio Tech :

1. en Hesbaye, quatre parcelles exploitées par des agriculteurs sont équipées depuis 2003, d'un lysimètre. Ce site est un observatoire de pratiques agricoles ;
2. à Gembloux, une parcelle de la ferme expérimentale a été équipée depuis 2011 de quatre lysimètres afin de suivre l'impact du travail de sol (labour ou travail simplifié) et de la gestion des résidus de culture (enfouissement ou exportation) sur le rendement des récoltes, le sol et la lixiviation des intrants (azote et produits phytopharmaceutiques).

Ces deux sites sont valorisés dans le cadre de la présente convention de recherche.

Les lysimètres installés en Hesbaye et sur une parcelle de la ferme expérimentale de Gembloux Agro-bio Tech sont des tonneaux d'un mètre carré de section et de 1,5 m de hauteur, remplis de terre et drainés à leur base. Chaque tonneau est placé à deux mètres de profondeur, en pleine parcelle et relié à une chambre de récolte dans laquelle se trouve un réservoir qui collecte l'eau de drainage (figure 8).

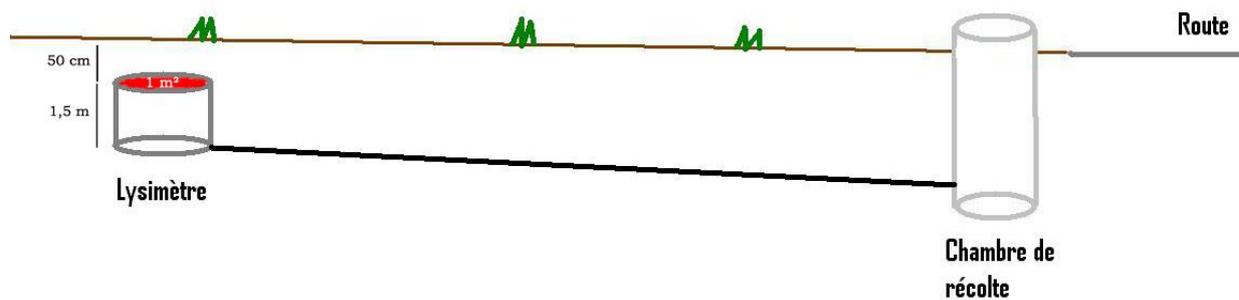


Figure 8. Schéma d'un lysimètre.

Par rapport aux observations dans les eaux souterraines, les lysimètres offrent deux avantages :

- la collecte des eaux de percolation à deux mètres de profondeur permet d'anticiper l'impact de l'usage d'une substance active sur la qualité des eaux et ainsi de prendre les éventuelles mesures correctives ;
- le fait d'observer à l'échelle parcellaire permet de réaliser un bilan de masse (quantité apportée – quantité lixiviée) et de mettre en évidence les facteurs qui conditionnent les flux (période de l'apport, pratiques agricoles, ...).

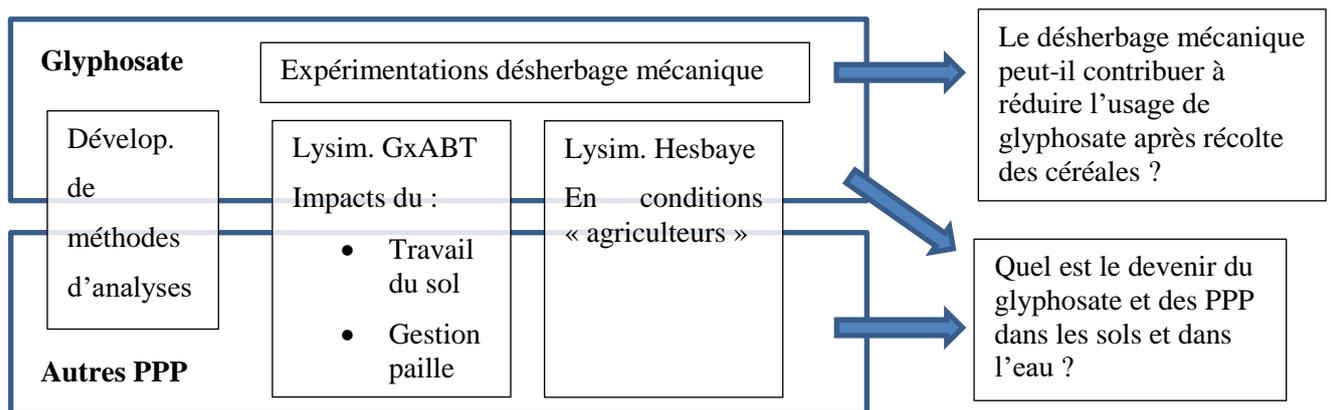
1.3. Objet de la convention de recherche

Extraits de texte de la convention

Ce projet de recherche ambitionne de contribuer à :

- l'évaluation des flux de produits phytopharmaceutiques (PPP) par lixiviation en plein champ dans les sites équipés de lysimètres;
- la mise au point de méthodes en laboratoire pour le dosage de matières actives (y compris métabolites);
- l'évaluation de l'impact des pratiques culturales (gestion des résidus de récolte) sur la dégradation des substances actives par le sol et leur flux vers les eaux souterraines;
- la proposition de recommandations en ce compris l'évaluation environnementale du glyphosate et
- la proposition d'alternatives.

Le schéma suivant illustre les moyens mis en œuvre pour répondre à ces questions.



Dans le cadre de ce programme de recherches, trois partenaires sont impliqués :

- GxABT - pédologie (partenaire 1) qui dispose d'une expertise en cartographie, analyse des sols et gestion de lysimètres;
- CRA-W U10 Produits de protection, de contrôle et résidus - analyse des PPP (partenaire 2) qui dispose d'une expertise en développement de méthodes et analyses de PPP;
- GxABT - phytotechnie (partenaire 3) qui dispose d'une expertise dans l'usage des PPP et la gestion de sites expérimentaux.

La complémentarité et le nombre limité des partenaires impliqués dans ce programme constituent un atout pour une réelle transversalité et co-construction des travaux de recherche et des recommandations.



Gembloux Agro-Bio Tech et le Centre wallon de Recherches Agronomiques sont membres de la Structure PROTECT'eau en charge de communiquer et d'encadrer les agriculteurs vers une agriculture plus durable (thématiques nitrate et PPP).

La diffusion des résultats de cette recherche via cette Structure se fera :

- par le biais de lettres d'information publiées régulièrement dans la presse agricole spécialisée;
- via des visites en ferme (la vingtaine de conseillers dispose d'un carnet d'adresses d'environ 4000 agriculteurs).

Par ailleurs, ces mêmes partenaires organisent régulièrement des réunions d'information à l'attention d'agriculteurs (par exemple, le Livre Blanc). Les résultats de cette recherche seront donc également valorisés via ce canal.

2. Echantillonnage

2.1. Introduction

Des échantillonnages de sol et d'eau ont été réalisés sur le site de Gembloux Agro-Bio Tech (SolRésidus) et dans des parcelles d'agriculteurs situées en Hesbaye.

Sur la plateforme expérimentale SolRésidus, des échantillons de sol ont été prélevés à 26 reprises (entre le 16 août 2018 et le 1^{er} août 2019) dans le cadre d'un essai sur le devenir du glyphosate et de l'AMPA suite à des pulvérisations le 21 août 2018 et le 28 mars 2019.

Suite à une application de bentazone le 24 juin 2019 des prélèvements de sol ont été réalisés à treize reprises (entre le 17 juin 2019 et le 9 mars 2020) dans les couches 0-10 cm, 10-20 cm, 20-30 cm, 30-60 cm et 60-90 cm.

Par ailleurs, une grande partie de ces échantillons ont fait l'objet d'une analyse multi-résidus.

Treize échantillons d'eau ont été collectés aux exutoires des lysimètres en mars 2019 et au cours de l'hiver 2019/2020 (du 18 décembre au 8 avril).

En Hesbaye, un suivi régulier (quatre à cinq reprises par parcelle, entre le 16 octobre 2018 et le 2 décembre 2019) des teneurs en PPP a été effectué sur les quatre parcelles ainsi que sur l'eau collectée à l'exutoire des lysimètres placés sous ces parcelles (au total, 28 échantillons entre le 18 janvier 2019 et le 20 avril 2020).

Le tableau 4 illustre le nombre d'analyses effectuées par le CRA-W depuis le début de cette étude.

Tableau 4. Nombre d'analyses réalisées par le CRA-W.

	Glyphosate	Multi-résidus	Bentazone
Analyses d'eau	20	64	52
Analyses de sol	274	162	267

2.2. Echantillonnage et préparation des échantillons de sol

L'échantillonnage est réalisé à l'aide d'une gouge semi-circulaire. Douze carottes de sol sont prélevées par couche de sol pour composer un échantillon composite.

Chaque échantillon de sol est ensuite tamisé à 2 mm. Une aliquote est prélevée et stockée dans un tube en plastique 'Falcon' de 50 ml. Les échantillons sont conservés au congélateur, à -18°C dans le noir avant analyse.

2.3. Echantillonnage de l'eau de percolation

L'eau de percolation s'écoule et est stockée dans des bidons en PEHD (Polyéthylène Haute Densité) totalisant une capacité minimum de 40 litres.

Une fois par mois ou, si nécessaire (lors de périodes pluvieuses) lorsque ce bidon est quasiment rempli, un échantillon est prélevé et le volume d'eau est mesuré avant de vider le bidon.

Les échantillons d'eau sont stockés dans des bouteilles en verre ambré pour l'analyse multi résidus et dans des tubes en plastique pour l'analyse du glyphosate. Ils sont conservés au frigo à 4°C avant analyse.

3. Développement des méthodes analytiques

3.1. Choix des molécules suivies

Les molécules suivies ont été choisies suivant plusieurs critères. Pour les molécules analysées sur les échantillons de sol, nous avons tout d'abord fait la liste des molécules appliquées sur l'essai SolRésidus de Gembloux Agro-BioTech depuis 2013 puis il a été ajouté à cette liste quelques molécules problématiques dans l'eau souterraine telle que la bentazone.

Pour les molécules analysées dans l'eau, nous avons repris la liste utilisée sur le sol à laquelle il a été ajouté plusieurs molécules qui avaient été suivies dans différents projets antérieurs, notamment dans le projet Pesteaux.

3.2. Dans les laboratoires du CRA-W

Développer une méthode analytique, principalement lorsque elle est multi résidus prend beaucoup de temps. En effet, l'optimisation d'une méthode multi résidus doit être le meilleur compromis analytique permettant l'analyse quantitative de toutes les molécules que l'on souhaite rechercher.

Dans le cadre de ce projet, six méthodes ont été développées combinant chacune une méthode d'extraction et une méthode de détection, trois dans les sols et trois dans l'eau. Le tableau 5 présente l'association entre la méthode d'extraction et l'appareil analytique utilisé pour chaque méthode ainsi que le temps d'analyse par injection.

De plus chaque méthode nécessite l'utilisation d'un appareil adapté. Ces méthodes ont été développées sur une des trois UHPLC avec détecteur de masse du CRA-W.

Tableau 5. Résumé des méthodes utilisées pour les molécules ciblées dans le projet (temps de run par injection).

Appareil		Glyphosate/AMPA		Multi résidus		Bentazone	
LC	MS	Eau	Sol	Eau	Sol	Eau	Sol
Waters Aquity	Waters TQD				11 min/éch		
Shimadzu Nexera	ABSciex 5500QTRAP	25 min/éch	25 min/éch				
Shimadzu	ABSciex QToF			22 min/éch		22 min/éch	22 min/éch

3.3. Validation de la méthode d'analyse de la bentazone dans le sol

3.3.1. Réactifs et solvants utilisés

L'acétonitrile et le méthanol qualité ULC-MS ont été achetés chez Biosolve (Dieuze, France). L'eau ultrapure (résistivité 18.2 M Ω .cm) a été obtenue par un système MilliQ (EMD Millipore, USA). Les

standards des substances actives étudiées ont été achetés chez HPC Standards GmbH (Cunnersdorf, Hollande). Les sachets de sels QuEChERS (Sachet individuel contenant 4 g $MgSO_4$, 1 g $NaCl$, 0,5 g sodium citrate dibasic sesquihydrate, 1 g sodium citrate tribasic dihydrate) ont été achetés chez Biosolve (France).

La solution stock a été préparée dans l'acétone et stockée à $-18^{\circ}C$ à l'abri de la lumière. Les solutions intermédiaires sont préparées par dilution dans de l'acétonitrile et stockées à $4^{\circ}C$.

3.3.2. Préparation des échantillons avant analyse

Le sol tamisé à 2 mm est stocké au congélateur à $-18^{\circ}C$ à l'abri de la lumière avant analyse.

La procédure d'extraction est la suivante (figure 9) : 5 g de sol sont introduits dans un tube Falcon auxquels sont ajoutés 5 mL d'eau. Ce mélange est agité manuellement et laissé à macérer 30 min, puis 10 mL d'acétonitrile acidifié avec 2 % d'acide formique sont ajoutés. L'échantillon est à nouveau agité et laissé à macérer 30 min. Un sachet de sel QuEChERS est ensuite ajouté afin de séparer la phase aqueuse et organique puis le tube est agité manuellement pendant une minute et centrifugé à 4800 rcf pendant 5 min à $4^{\circ}C$. Le surnageant (phase organique) est filtré à $0,2 \mu m$ sur un filtre PTFE (polytétrafluoroéthylène). Cette solution est ensuite placée en vial avant d'être analysée par LC-MS/MS.

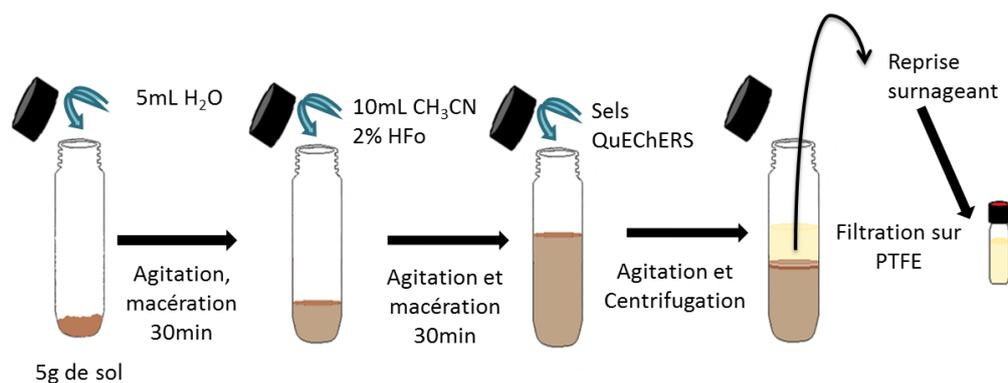


Figure 9. Schéma d'extraction de la bentazone dans un sol.

3.3.3. Droite de calibration en matrice

La solution STOCK est préparée en solubilisant ± 20 mg de standard analytique en bentazone dans 20 ml d'acétone (tableau 5).

La droite de calibration en matrice est réalisée en ajoutant $100 \mu L$ de solution standard (solution B à H dans le tableau 6) à $900 \mu l$ d'extrait matrice correspondant au surnageant récupéré après extraction de 5 g de sol de référence. Le sol de référence est du sol travaillé dont on s'est assuré qu'il ne contenait pas la molécule à analyser.

Tableau 6. Standard analytique utilisé.

Pesticide	Application	Formula	Pureté (%)	Pesée (mg)
Bentazone	Herbicide	C10H12N2O3S	99.9	19.7

Tableau 7. Dilutions réalisées à partir de la solution STOCK.

Solution finale	Volume de prélèvement (mL)	Solution prélevée	Volume final (mL)	Concentration finale ($\mu\text{g.mL}^{-1}$)
STOCK	-	-	20	984.015
A	0.1	STOCK	100	0.984
B	25	A	50	0.492
C	10	A	50	0.197
D	5	A	50	0.098
E	5	B	50	0.049
F	5	C	50	0.020
G	5	D	50	0.010
H	5	E	50	0.005
I	5	F	50	0.002
J	5	G	50	0.001

Pour l'évaluation des taux de récupération (contrôles de performance), 500 μL de solution standard à 0,02 ; 0.1 et 5 $\mu\text{g.mL}^{-1}$ ont été ajoutés à 5 g de sol de référence avant extraction. Cela correspond à une concentration finale de 0,002 ; 0.01 et 0.05 mg.kg^{-1} de sol. Cinq réplicas ont été faits par concentration.

3.3.4. Méthode d'analyse par LC-MS/MS

- Paramètres chromatographiques
 - LC: Shimadzu Nexera
 - Binary Solvant Manager : LC30AD
 - Sample Manager : SIL30AC
 - Column Manager : CTO30A
 - Colonne: Waters ACQUITY UPLC™ HSS T3, 1.7 μm , 100 x 2.1 mm i.d. + Waters guard column Acquity UPLC™ HSST3
 - Phase mobile A: Eau/Méthanol (90/10, v/v) avec 0,5% d'acide formique et 5mM NH_4Fo
 - Phase mobile B Méthanol 0.1% d'acide formique
 - Débit : 0,3 mL.min^{-1} .

- Gradient :

Tableau 8. Gradient d'élution utilisé pour l'analyse de la bentazone en LC-MS/MS.

Temps	Phase mobile	
	% A	% B
0 min	95	5
0,50 min	95	5
4 min	0	100
7 min	0	100
8,50 min	95	5
14 min	95	5

- Température de la colonne : 40 °C.
- Volume d'injection : 5 µL.
- Paramètres spectrométriques
 - Spectromètre de masse : ABSciex X500R QTOF
 - Mode d'ionisation : électrospray négatif (ESI-).
 - Source gas 1 : 50 psi
 - Source gas 2 : 50 psi
 - Curtain : 20 psi
 - Source température : 550°C
 - Spray voltage : -4500 V
 - Mode de détection : TOF MS + TOF MS /MS
 - TOF MS
 - TOFMS start mass : 100 Da
 - TOFMS stop mass : 500 Da
 - Accumulation time :0.3 s
 - Declustering potential :-80 V
 - Colision energy :-5V
 - Extracted mass : 239.050 Da ± 0.010 Da
 - TOF MS/MS (pour confirmation)
 - Parent mass : 230,05 Da
 - Daughter mass : 197 Da
 - Accumulation Time : 0.05 s
 - Declustering potential :-55 V
 - Colision energy :-28 V
- Intergration Software : Sciex OS

3.3.5. Résultats de la validation de la méthode d'analyse de la bentazone dans le sol

- Spécificité

L'analyse de témoins (sol de référence) a montré l'absence de composés pouvant interférer avec l'identification de la substance active.

- Linéarité de la réponse du détecteur, justesse, précision, LOD et LOQ

La linéarité a été évaluée en mesurant la réponse du détecteur (aire du pic) en fonction de la concentration en substance active pour une série de références de concentrations connues, de 0,05 à 0.0005 mg.mL⁻¹ de substances actives (n=4).

Le coefficient de détermination (R²) de la droite de régression linéaire en matrice est de 0.999

Le tableau 9 résume les résultats de la validation, à savoir le nom de la substance active, les taux de récupération obtenus (n=5), leurs moyennes, leurs écarts-type relatif, le coefficient de détermination R² de la régression qui a servi au dosage de ceux-ci, le range de cette droite et la LOD et LOQ.

Tableau 9. Résultats de la validation.

	Fortification (µg.kg ⁻¹)						LOD (µg.kg ⁻¹)	LOQ (µg.kg ⁻¹)	Droite de calibration (µg.L ⁻¹)		
	2		10		50				R ²	Ref bas	Ref haut
	Recup (%)	RSD (%)	Recup (%)	RSD (%)	Recup (%)	RSD (%)					
Bentazone	96	2.0	93	3.1	99	2.3	1	2	0.999	0.5	50

4. Suivi des PPP dans le sol et dans l'eau

4.1. Lysimètres SolRésidus

4.1.1. Introduction

Les parcelles de l'essai SolRésidus ont été intégrées dans ce projet afin de caractériser l'impact de la gestion des résidus de culture et du travail du sol sur la rétention par le sol des produits phytopharmaceutiques.

Cette expérimentation est en place depuis 2008 au sein de la ferme expérimentale de Gembloux Agro Bio-Tech, sur la parcelle nommée Grand Bordia. Le sol est de type limoneux à horizon B textural (BT – accumulation d'argile) et à drainage normal (sigle Aba sur la carte des sols). Les facteurs de variation concernent l'épaisseur de l'ensemble d'horizons (A+E) au-dessus du BT (> 40cm Aba_0 ou inférieur à 40cm Aba_1) et la présence de taches d'oxydo-réduction dans l'horizon BT (Aba(b)) ou non (Aba).

Les modalités culturales mises en œuvre sur cet essai depuis 2008 concernent deux facteurs croisés : le travail du sol et la gestion des résidus de culture (figure 10) :

- le travail du sol comporte deux pratiques : un labour de 25 cm ou un travail superficiel de maximum 10 cm de profondeur.
- la gestion des résidus de culture (paille) comporte également deux pratiques : l'exportation des résidus lors de la récolte ou la restitution de ceux-ci au sol.

Chacune de ces modalités comporte au sein d'une des quatre répétitions, un dispositif de lysimètres, permettant la récolte des eaux de drainage à une profondeur de 2 mètres (parcelles 4 / 8 / 12 / 16).

Dans le cadre du projet Sol-Phy-Ly, les résultats issus de cet essai concerneront la caractérisation de la lixiviation de résidus de produits phytopharmaceutiques vers la nappe phréatique. Cette caractérisation sera réalisée par le suivi de ces molécules dans le sol (jusqu'à 90 cm) et dans les eaux de percolation (à 2 mètres).

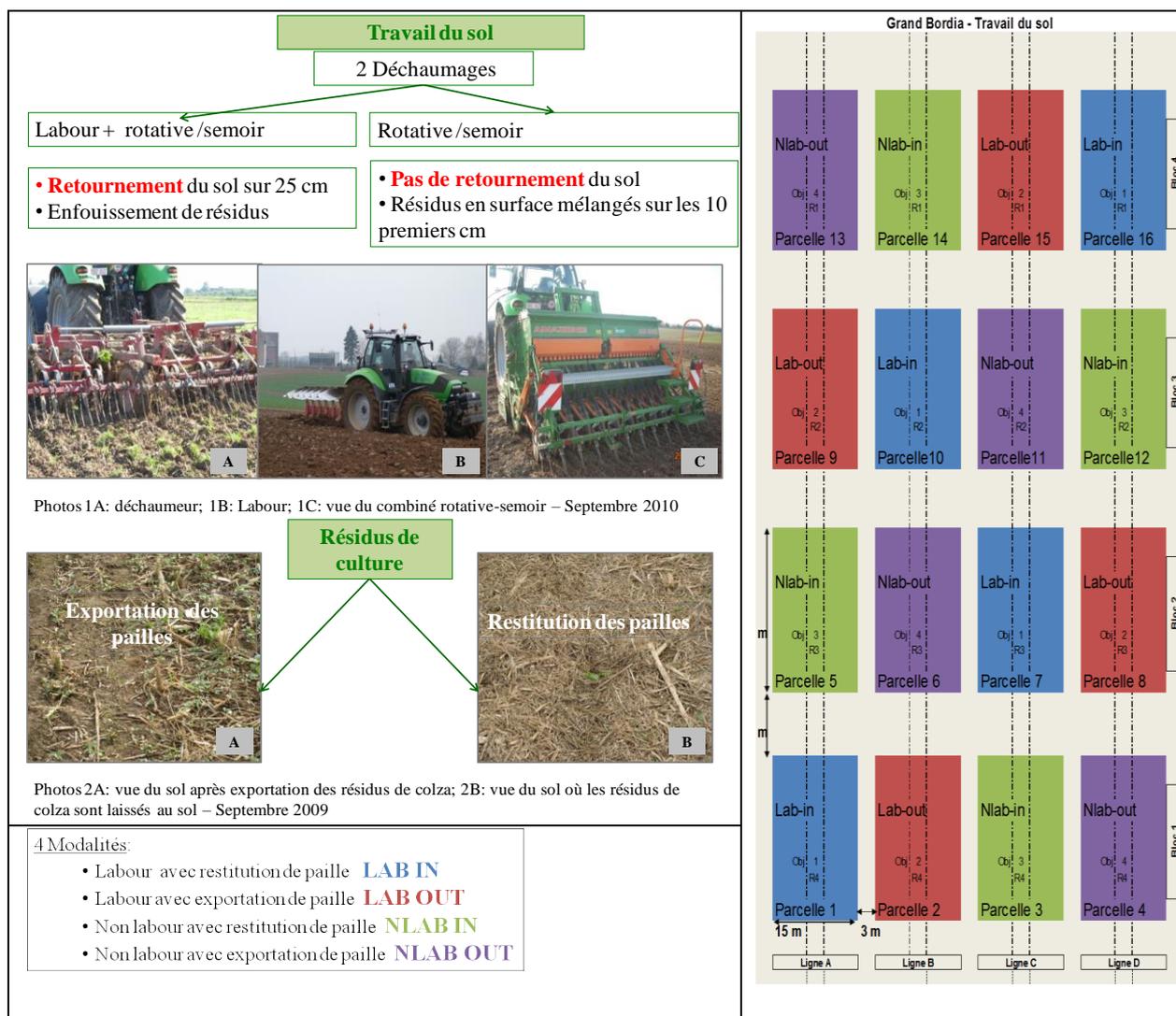


Figure 10: Description et schéma du dispositif expérimental de l'essai SOLRESIDUS – Grand Bordia – Gembloux – GxABT

4.1.2. Traitements réalisés.

Les produits phytopharmaceutiques suivis dans le cadre de ce projet concernent d'une part les résidus des applications réalisées avant le début du projet selon les bonnes pratiques agricoles en lien avec les cultures en place et d'autre part les applications réalisées depuis 2018 et influencées par les intérêts du projet.

Depuis le début de la convention, les applications réalisées et suivies de façon intensive concernent :

- une première application de glyphosate le 21/08/2018 ($4,86 \text{ L}\cdot\text{ha}^{-1}$ à $360 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$) post-récolte de froment (soit $0,175 \text{ g}\cdot\text{m}^{-2}$) ;
- une seconde application de glyphosate en sortie d'hiver, le 28/03/2019 ($5 \text{ L}\cdot\text{ha}^{-1}$ à $360 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$) avant semis de maïs, sur les deux objets non labour, en présence de CIPAN (soit $0,180 \text{ g}\cdot\text{m}^{-2}$) ;
- en mai 2019, sur culture de maïs, une application de :
 - Callisto $0,7 \text{ L}\cdot\text{ha}^{-1}$ ($100 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ mesotrione) ; soit $0,007 \text{ g}\cdot\text{m}^{-2}$
 - Samson Extra $0,5 \text{ L}\cdot\text{ha}^{-1}$ ($60 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ nicosulfuron) ; soit $0,003 \text{ g}\cdot\text{m}^{-2}$

- Aspect T 1,6 L.ha⁻¹ (200 g.L⁻¹ flufenacet; 333 g.L⁻¹ terbuthylazine) ; soit 0,032 g.m² de flufenacet et 0,053 g.m² de terbuthylazine
- une application de bentazone le 24/06/2019 (800 g.ha⁻¹ de Basagran à 87% de bentazone, soit 0,070 g.m⁻²).
- Sur un froment semé le 8 décembre 2019 après la récolte du maïs :
 - une application de 300 g.ha⁻¹ Sigma Star (0,9 % d'iodosulfuron-méthyl-sodium, 4,5% de mésosulfuron-méthyl, 2,25% de thiencarbazone-méthyl et 13,5% de méfenpyr-diéthyl) le 8 mars 2020 et
 - une application d'Axial 1,2 L.ha⁻¹(50 g.L⁻¹ de pinoxaden et 12,5 g.L⁻¹ de cloquintocet-mexyl) le 15 mai 2020.

4.1.3. Résultats du suivi 'glyphosate'

La dose de glyphosate appliquée en aout 2018 sur ces parcelles est de 4,86 L.ha⁻¹ à 360 g.L⁻¹. A cette dose, pour une épaisseur de sol de 10 cm avec une densité de 1,5 t.m³, la concentration maximale possible dans le sol est de 1,2 mg.kg⁻¹.

La parcelle SR8 est celle qui a la plus forte teneur en glyphosate deux jours après épandage avec une concentration de 0.54 mg.kg⁻¹ (voir tableaux § 9.1). Cependant, cette concentration représente moins de la moitié de la dose qui a été appliquée au champ. Cette différence peut s'expliquer par la présence de végétation ayant intercepté le produit. En effet le glyphosate est dosé dans le sol uniquement, débarrassé des éventuels débris végétaux après tamisage.

La pluie du 17 aout (8,7 mm⁷) a vraisemblablement contribué à la lixiviation du produit dans la couche 10-20 cm observée le 23 aout.

A partir du 14/09/2018 les prélèvements ont été réalisés par couche de 30 cm car les parcelles en labour ont été labourées.

La comparaison des tendances dans les quatre objets indique que l'enfouissement systématique des résidus (parcelles SR12 et SR16) améliore la dégradation de la substance active et de son métabolite.

Le 28 mars 2019, un second traitement de glyphosate a été réalisé sur les deux objets sans labour, parcelles sur lesquelles subsistaient les CIPAN semées l'automne précédent. Des échantillons de sol ont été prélevés préalablement et après cet apport en vue d'analyses (voir Annexes / § 9.1).

Les résultats des analyses réalisées sur les échantillons de sol prélevés avant l'application de glyphosate indiquent la présence de traces de la substance active et de son métabolite dans la couche supérieure de sol (0-10 cm). Il s'agit vraisemblablement de résidus de l'application réalisée l'été précédent.

Des échantillons de sol ont ensuite été prélevés à une fréquence quasiment hebdomadaire jusqu'au 1^{er} aout 2019. Les résultats des analyses indiquent un niveau de concentration comparable à celui observé lors du traitement réalisé en aout 2018.

⁷ Station météorologique d'Ernage / CRA-W

Au cours des semaines qui ont suivi, on a constaté une diminution de la concentration sans lixiviation dans les couches sous-jacentes, signe d'une dégradation de la substance active dans la couche de surface avec une cinétique cependant plus lente que celle observée en automne.

Cette différence de rémanence est probablement due aux conditions météorologiques. En effet pour l'apport du printemps 2019, il a fait plus froid qu'à l'automne. La température moyenne à la surface du sol du 21 août au 31 septembre 2018 est de 8.6°C alors que la température moyenne du 28 mars au 8 mai 2019 (même nombre de jours) est de 3°C selon les données de la station météo d'Ernage-Gembloux (CRA-W).

Cet écart pourrait expliquer la différence de vitesse de dégradation entre ces deux périodes. En effet d'après Bento *et al.*, (2016) le glyphosate est trente fois plus persistant quand il fait froid et sec que lorsqu'il fait chaud et humide. La DT 50 (durée de demi-vie) pour le glyphosate peut varier de 1,5 à 53,5 jours.

Par ailleurs, l'impact positif de l'enfouissement systématique des résidus observé lors du premier traitement n'a plus été observé lors de ce second traitement.

Le glyphosate pulvérisé le 21 août 2018 et le 28 mars 2019 n'est pas observé dans les échantillons d'eau collectés en 2019 et en 2020 (dernier échantillon prélevé le 8 avril 2020). L'AMPA, son métabolite, n'est également pas observé dans les échantillons d'eau.

4.1.4. Résultats du suivi 'bentazone'

Au niveau du sol, PPDB⁸ renseigne pour la bentazone une DT 50 au champ (12 sols) comprise entre 3 et 31 jours et une DT 90 (8 sols) comprise entre 13 et 88 jours.

En considérant une densité de 1.35 t.m⁻³ pour la couche 0-20 cm et 1.5 t.m⁻³ pour la couche 20-90 cm, le stock de bentazone mesuré dans le sol peu après la pulvérisation est de l'ordre de 0.03 g.m⁻² (moyenne des quatre lysimètres et trois premières dates d'analyses après pulvérisation) ; ce qui est très cohérent en comparaison à la dose apportée. Deux-trois mois après la pulvérisation, le stock mesuré de l'ordre de 0.003 g.m⁻² (moyenne des analyses réalisées entre le 16/08 et le 26/09) ; ce qui est assez cohérent avec l'ordre de grandeur de la DT90.

En ce qui concerne la distribution dans le sol, on constate rapidement (une semaine après la pulvérisation) de la bentazone dans les couches profondes (30-60 et 60-90 cm) en l'absence de précipitations (tableau 10). Ceci laisse entrevoir un transport par diffusion dans l'eau du sol.

Tableau 10. Teneur en bentazone sur les parcelles de l'essai Sol-Résidus.

		17/06/19	24/06/2019 Application											
			25/06/19	2/07/19	9/07/19	16/07/19	24/07/19	1/08/19	8/08/19	16/08/19	30/08/19	13/09/19	26/09/19	9/03/20
NLR out	0-10 < LOQ		123.6	81.4	63.6	45.7	33.5	28.1	41.3	15.7	14.4	6.7	10.9	<LOQ
	10-20 < LOQ		7.7	8.5	5.6	5.1	2.0	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.0	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	20-30 < LOQ		2.5	<LOQ	3.0	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	30-60 < LOQ		-	3.8	39.7	12.7	39.0	7.0	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	60-90 < LOQ		-	11.5	13.3	6.0	9.2	3.1	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
LR out	0-10 < LOQ		224.3	158.2	66.2	65.4	51.0	28.1	34.8	28.2	15.1	12.8	18.0	<LOQ
	10-20 < LOQ		17.5	46.2	25.0	55.0	18.0	18.3	11.5	8.9	10.2	5.5	9.1	<LOQ
	20-30 < LOQ		2.2	3.4	8.3	3.3	<LOQ	4.7	22.8	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	30-60 < LOQ		-	11.8	14.9	18.2	22.1	3.6	4.8	<LOQ	<LOQ	3.4	<LOQ	<LOQ
	60-90 < LOQ		-	19.3	17.7	12.1	7.2	2.8	<LOQ	2.8	4.6	4.2	<LOQ	<LOQ
NLR in	0-10 < LOQ		138.2	46.7	55.2	33.4	36.0	52.5	21.8	12.1	4.2	<LOQ	3.1	<LOQ
	10-20 < LOQ		<LOQ	4.7	6.8	3.3	<LOQ	<LOQ	3.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	20-30 < LOQ		3.4	2.2	11.2	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	30-60 < LOQ		-	12.5	20.3	13.9	15.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	60-90 < LOQ		-	13.2	47.1	12.8	4.5	4.9	<LOQ	2.7	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
LR in	0-10 < LOQ		221.0	104.5	75.5	47.2	65.6	52.3	26.6	22.9	7.2	8.6	7.8	<LOQ
	10-20 < LOQ		26.8	40.0	33.1	61.7	17.2	28.4	17.2	7.8	7.7	<LOQ	5.1	<LOQ
	20-30 < LOQ		3.4	3.3	4.3	5.7	<LOQ	2.4	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	30-60 < LOQ		-	19.3	20.7	18.6	12.4	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	60-90 < LOQ		-	11.8	23.3	13.8	10.9	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ

Ce constat ne doit pas être interprété comme un déplacement du pic de surface vers la profondeur car comme évoqué ci-dessus, la concentration moyenne dans la couche 0-10 cm diminue très vite, signe de la dégradation de la bentazone dans la couche humifère.

Le travail de sol (labour *versus* non labour) impacte la transformation de la bentazone : la concentration est plus élevée dans les parcelles labourées. Ceci est surtout visible dans les couches 0-10 et 10-20 cm (Figure 11: Concentration en bentazone dans le sol au cours du temps dans l'horizon 0-10 cm (a) et 10-20 cm (b) Figure 11).

⁸ <https://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/en/Reports/71.htm> consulté le 14 mai 2020

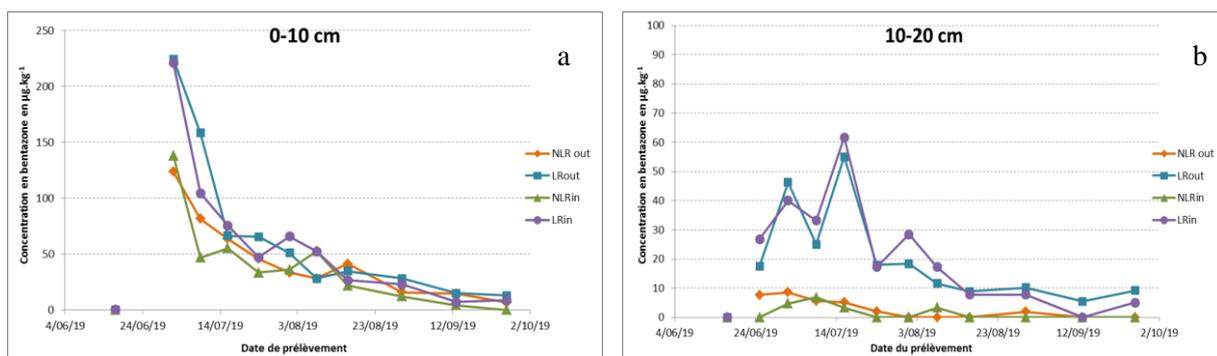


Figure 11: Concentration en bentazone dans le sol au cours du temps dans l'horizon 0-10 cm (a) et 10-20 cm (b)

Le facteur 'gestion des résidus' n'est, à ce stade, pas discriminant.

Dans l'eau, les concentrations moyennes observées au cours de la période de drainage qui a suivi (hiver 2019/2020) sont :

- SR12 (non labour & résidus in) : 1.08 μg dans 292 L (du 18/12 au 25/03) ; soit 4 $\text{ng}\cdot\text{L}^{-1}$
- SR16 (labour & résidus in): 1.19 μg dans 286 L (du 3/02 au 25/03) ; soit 4 $\text{ng}\cdot\text{L}^{-1}$
- SR8 (labour & résidus out) : 0.41 μg dans 290 L (du 17/01 au 25/03) ; soit 2 $\text{ng}\cdot\text{L}^{-1}$

A l'échelle surfacique, le flux « moyen » de bentazone à l'exutoire des lysimètres (1 m^2 de section) est de 1 μg (3 lysimètres : 1.08 μg ; 1.18 μg et 0.41 μg). Le flux correspond donc à 1/70.000ème de la dose apportée, soit un peu plus d'un millième de pourcent.

En conclusion, dans les conditions (contrôlées) sol-climat de l'expérimentation, la bentazone n'a posé aucun problème environnemental.

4.1.5. Résultats du suivi 'multirésidus'

Suite au traitement herbicide réalisé en 2019 (mesotrione, nicosulfuron, flufenacet et terbuthylazine – voir § 4.1.2), les quantités mesurées le lendemain de l'apport dans le sol sont cohérentes avec les apports de ces quatre matières actives (résultats complets en annexe).

Les deux produits (mesotrione et nicosulfuron) apportés à des doses du même ordre de grandeur ont des comportements logiquement différents : la mesotrione n'est détectée que jusqu'au lendemain de la pulvérisation alors que le nicosulfuron est détecté jusqu'à trois mois après la pulvérisation. Les propriétés physico-chimiques de ces matières expliquent ce fait : la DT90 du nicosulfuron est double de celle de la mesotrione.

Le flufenacet et la terbuthylazine, apportés en quantité dix fois supérieure à la mesotrione et au nicosulfuron sont logiquement quantifiés plus longtemps (3 mois pour le flufenacet et 5 mois pour la terbuthylazine). On ne note cependant pas de lixiviation importante des couches profondes (30-60 et 60-90 cm).

Comme pour la bentazone, le travail du sol (labour versus non labour) a un effet immédiat (le lendemain de la pulvérisation sur la dégradation des molécules : leur concentration est réduite de moitié (couche 0-10 cm) dans les objets en non labour. Un mois après l'apport, c'est la combinaison « non labour & résidus IN » qui présente la plus faible concentration de flufenacet et terbuthylazine dans le sol.

Les résultats (voir annexes) des analyses multi-résidus des échantillons de sol apportent également les enseignements suivants:

- la présence de metamitron, d'ethofumesate et de desmediphame s'explique par les apports réalisés lors du désherbage de la betterave au printemps 2017. Ces substances ne sont observées que dans les couches de surface. Les trois premières ne sont plus visibles qu'en faible quantité dans la couche 0-10 cm en décembre 2019 alors que la dernière n'est plus détectée dès juillet 2019 ;
- le chloridazon est 'logiquement' bien présent, même dans les couches 'profondes'
- la présence de clothianidine (néonicotinoïde utilisé pour l'enrobage des graines de betterave mais également métabolite d'un autre néonicotinoïde, le thiametoxame) s'explique par la culture de betterave en 2017 ;
- la présence importante d'epoxiconazole fait suite à des apports réalisés en 2006, 2008, 2012, 2014 et 2016 pour la protection (fongicide) du froment ;
- la présence du propiconazole et difenoconazole s'explique par un apport réalisé en 2017 pour la protection (fongicide) de la betterave.

Globalement, les objets « non labour » présentent des concentrations légèrement plus faibles que les objets « labour » (moyennes par objet de tous les résultats analytiques (date et molécules)).

Dans l'eau récoltée à l'exutoire des lysimètres suite aux traitements herbicides réalisés au printemps 2019, on observe (tableau 11 à tableau 13) que la substance apportée en plus faible dose (nicosulfuron) est la plus présente. Par ailleurs, elle n'est présente dans les deux objets Résidus IN ... C'est donc juste le contraire (faible dose = faible risque et résidus IN = meilleure rétention/dégradation) de ce à quoi on pouvait s'attendre !

Cependant, en intégrant dans la réflexion les caractéristiques physico-chimiques des matières actives, on constate la logique de la présence du nicosulfuron : la K_{OC} du nicosulfuron qualifie cette molécule de mobile alors que la K_{OC} de la mesotrione la qualifie de modérément mobile.

D'autre part, il y a vraisemblablement un effet 'aléatoire' lié au suivi de l'échantillonnage : la plus forte concentration (7 x la LOQ) a été observée lors de la première collecte d'eau pour un flux d'eau très faible (1,3 litres) ; la deuxième collecte d'eau (12 litres) ne révélait plus de nicosulfuron pour ce lysimètre. Pour les autres lysimètres, la première collecte d'eau a été plus importante (13 et 21 litres) ; ce qui a eu un effet de dilution.

Tableau 11. Concentration en PPP dans l'eau de percolation du lysimètre de la parcelle Labour & Résidus Out de l'essai sol-résidus.

		Conc. $\mu\text{g.L}^{-1}$				Volume d'eau à la sortie du lysimètre (L)
		metazachlor ESA	metolachlor ESA	bentazone	Desphenyl- chloridazon	
LOQ ($\mu\text{g.L}^{-1}$)		0.051	0.05	0.008	0.021	
LR out	17/01/20	2.310	<LOQ	0.054	2.844	21.94
	3/02/20	1.838	<LOQ	<LOQ	4.047	45
	17/02/20	1.293	0.058	<LOQ	4.076	45
	19/02/20	1.021	0.058	<LOQ	5.099	23.98
	24/02/20	1.279	0.058	<LOQ	5.491	18.68
	2/03/20	1.251	0.051	<LOQ	5.152	24.22
	9/03/20	1.221	0.062	<LOQ	6.828	34.96
	16/03/20	1.030	<LOQ	<LOQ	6.552	115
	25/03/20	1.351	0.055	<LOQ	6.913	29.25
	8/04/20	1.652	0.053	<LOQ	6.423	6.72

Tableau 12. Concentration en PPP dans l'eau de percolation du lysimètre de la parcelle Non Labour & Résidus In de l'essai sol-résidus.

		Conc. µg.L ⁻¹							Volume d'eau à la sortie du lysimètre (L)
		metazachlor ESA	metolachlor ESA	bentazone	Desphenyl-chloridazon	Mesotrione	Nicosulfuron	Terbuthylazin	
LOQ (µg.L⁻¹)		0.051	0.05	0.008	0.021	0.05	0.015	0.05	
NL R in	18/12/19	0.081	<LOQ	0.829	1.332	0.067	0.111	0.126	1.3
	31/12/19	0.052	<LOQ	<LOQ	1.434	<LOQ	<LOQ	<LOQ	12.48
	17/01/20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.839	<LOQ	<LOQ	<LOQ	28.92
	3/02/20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	3.404	<LOQ	<LOQ	<LOQ	33.62
	17/02/20	0.026	0.054	<LOQ	3.486	<LOQ	<LOQ	<LOQ	55
	19/02/20	0.037	0.053	<LOQ	3.596	<LOQ	<LOQ	<LOQ	11.54
	24/02/20	0.029	0.066	<LOQ	3.904	<LOQ	<LOQ	<LOQ	18.34
	9/03/20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	4.996	<LOQ	<LOQ	<LOQ	35.16
	16/03/20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	5.819	<LOQ	<LOQ	<LOQ	75
	25/03/20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	6.558	<LOQ	<LOQ	<LOQ	21.24
	8/04/20	0.073	0.052	<LOQ	5.576	<LOQ	<LOQ	<LOQ	6.66

Tableau 13. Concentration en PPP dans l'eau de percolation du lysimètre de la parcelle Labour & Résidus In de l'essai sol-résidus.

		Conc. µg.L ⁻¹		Volume d'eau à la sortie du lysimètre (L)
		Desphenyl-chloridazon	Nicosulfuron	
LOQ (µg.L⁻¹)		0.021	0.015	
LR in	3/02/20	3.621	0.026	13.48
	17/02/20	2.898	<LOQ	45
	19/02/20	2.965	<LOQ	24.92
	24/02/20	3.008	<LOQ	8.9
	2/03/20	3.062	<LOQ	13.76
	9/03/20	5.584	<LOQ	35.28
	16/03/20	7.249	<LOQ	45
	25/03/20	4.281	<LOQ	31.42

Le desphenyl chloridazon est présent en quantité importante pour trois des quatre lysimètres bien qu'aucune application de ce produit n'ait été recensée dans les archives disponibles à partir de 2005.

Du metazachlore ESA (métabolite) est observé sur la parcelle SR8 (tableau 11) bien qu'aucun traitement à base de metazachlore n'ait été réalisé sur la parcelle depuis 2005.

Du metolachlore ESA (métabolite) est observé sur les objets SR8 (tableau 11), SR12 (tableau 12) et SR16 (tableau 13). La dernière application de ce produit (S-metolachlore) date de 2005.

Vu la faible quantité d'eau récoltée à l'exutoire du lysimètre de l'objet SR4, les matières actives décelées ne sont pas interprétées.

L'interprétation ne doit pas se cantonner aux substances actives présentes dans les échantillons d'eau ; il convient également d'aborder les 'absentes' ; c'est-à-dire les substances pulvérisées sur le site expérimental depuis 2005 et qui ne sont pas observées dans les échantillons d'eau : la clomazone (appliquée en 2013 et 2017), le clopyralide (2017), le cloquintocet-mexyl (2014 et 2016), le desmedipham (2007 et 2017), le difeconazole (2017), le diflufenican (2011, 2012 et 2018), le dimethenamide-P (2007 et 2017), l'ethofumesate (2007 et 2017), le florasulam (2007, 2008, 2010 et 2016), le fluazifop-P-butyl (2017), le flufenacet (2019), l'iodosulfuron-méthyl-sodium (2008, 2010, 2011, 2012, 2014, 2016 et 2018), l'isoproturon (2006), le mesotrione (2015), le metamitron (2007, 2017), le metconazole (2009 et 2014), le metsulfuron-méthyl (2006 et 2014), la pendimethaline (2013), le prothioconazole (2008, 2010, 2011, 2012, 2014, 2014 et 2018), le pyroxsulam (2016), le thiaclopride (2009) et le triflurosulfuron-méthyl (2005, 2007 et 2017).

4.2. Lysimètres en parcelles d'agriculteurs

4.2.1. *Introduction*

Les quatre parcelles suivies en Hesbaye font partie d'un réseau de 150 parcelles, distribuées dans une vingtaine d'exploitations agricoles situées en province du Hainaut, de Liège et de Namur et suivies par GRENeRA (GxABT) depuis 2001.

L'itinéraire cultural de ces quatre parcelles permet de distinguer deux groupes : un premier qualifié de 'conventionnel' et un second plus 'intensif' (régulièrement deux récoltes par an) (tableau 14).

Tableau 14. Successions culturales sur les parcelles équipées d'un lysimètre.

Catégorie	Successions culturales traditionnelles		Successions culturales intensives	
	<i>Haute Bova</i>	<i>Sole 4</i>	<i>Chemin de fer</i>	<i>Bovenistier</i>
2010	betterave	froment	pois – haricot	poireau
2011	froment	pépinière	pomme de terre	pois - haricot
2012	pois	pépinière	froment	betterave
2013	froment	pépinière	lin	carotte
2014	betterave	maïs	carotte	pomme de terre
2015	froment	pomme de terre	fève – épinard	froment
2016	pomme de terre	froment	froment	fève – épinard
2017	froment	betterave	pois – haricot	lin
2018	betterave	froment	betterave	pois – haricot
2019	froment	fève	pomme de terre	betterave

Sur les 81 molécules appliquées sur l'ensemble de ces 4 parcelles entre 2014 et 2018, 39 sont recherchées par la méthode multi-résidus eau.

4.2.2. *Lysimètre 'Bovenistier'*

Au cours des trois dernières années, cette parcelle a reçu 24 matières actives différentes.

Les analyses des échantillons de **sol** prélevés les 19 juillet, 21 octobre et 2 décembre 2019 complètent des résultats enregistrés en octobre 2018 (Sol-Phy-Ly / 1^{ère} année) et les résultats antérieurs (octobre 2017 et avril 2018). Tous ces résultats figurent en annexe.

La concentration en 2-6 dichlorobenzamide continue à baisser. Lors de la première mesure (octobre 2017), ce métabolite du fluopicolide (Ellegaard-Jensen *et al.*, 2017) a été observé à une concentration de 7.2 et 3.1 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ respectivement dans les couches 0-30 et 30-60 cm ($< 2 \mu\text{g.kg}^{-1}$ dans la couche 60-90 cm). En octobre 2018, la concentration dans ces trois couches était de 2.1, 1.6 et 1.0 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ et en octobre 2019, le métabolite n'a plus été quantifié que dans la couche de surface (1.83 $\mu\text{g.kg}^{-1}$). Dans les échantillons d'eau, la concentration de ce métabolite était de 690 ng.l^{-1} au cours de l'hiver 2017/2018 et 850 ng.l^{-1} au cours de l'hiver 2018/2019. Le lysimètre n'a pas drainé d'eau au cours de l'hiver 2019/2020.

En 2014, trois applications de fluopicolide ont totalisé un apport de 250 g.ha⁻¹, soit 25 mg.m². En octobre 2017, il restait 4.3 mg.m² de 2-6 dichlorobenzamide. En octobre 2019, il en restait cinq fois moins.

De la clomazone a été quantifiée dès octobre 2018. Cette parcelle fait l'objet de traitements réguliers (tous les deux-trois ans) avec cette matière active ; le dernier datant de 2018. L'année du traitement (12 mg.m²), la clomazone est présente en octobre dans les trois couches de sol (9.1 mg.m²). Ultérieurement (février 2019), elle n'est plus visible quasiment que dans la couche de surface. Cet herbicide n'a pas été détecté dans l'eau récoltée à la base du lysimètre.

La clothianidin (néonicotinoïde – betterave) reste détectée dans la couche de surface.

Le difenoconazole observé le 19 juillet 2019 (2,5 µg.kg⁻¹) ferait suite à un traitement réalisé en 2013. Il est absent dans les échantillons du 16 octobre 2018 et un traitement sur betterave (2019) avant le 19 juillet est improbable et non déclaré par l'agriculteur. Cette observation est d'autant plus improbable que la DT 50 de cette molécule est comprise entre 85 et 130 jours. L'échantillon du 19 juillet 2019 sera réanalysé pour s'assurer de la teneur mesurée.

La présence de dimethenamid-p en été et automne 2019 fait suite à deux apports réalisés en début d'été 2019. Cette parcelle n'avait précédemment jamais été traitée avec cette matière active. Les deux traitements ont totalisé un apport de 53 mg.m². La quantité retrouvée dans le sol (0-60 cm) en juillet 2019 est de 4.5 mg.m². En octobre, cette matière active n'était plus visible que dans la couche 0-30 cm et en décembre 2019, elle n'était plus quantifiable dans aucune des trois couches.

La présence d'epoxiconazole fait suite à un apport réalisé en mai 2015 (9 mg.m²). Cette molécule, dont la DT50 est de 354 jours, avait déjà été détectée en 2017 (22.8 et 17.6 µg.kg⁻¹ dans les couches 0-30 cm et 30-60 cm). En décembre 2019, elle n'était plus visible qu'à une concentration de 8.8 µg.kg⁻¹, soit 3.6 mg.m². Cette matière active se dégrade donc peu et n'est pas non plus très mobile puisqu'elle n'a jamais été détectée dans les échantillons d'eau (voir ci-après).

L'ethofumesate est un herbicide régulièrement (2011, 2012, 2016, 2018 et 2019) utilisé sur cette parcelle. Quatre traitements ont été réalisés au printemps en 2019. Les analyses de sol effectuées en juillet, octobre et décembre 2019 ne révèlent pas de lixiviation de cette matière active.

Trois traitements de metamitron ont été réalisés au printemps 2019 pour un apport total de 144 mg.m². Les traitements précédents dataient de 2012. En octobre 2018, cette matière active n'a pas été détectée dans les échantillons de sol. En juillet 2019, la couche 0-60 cm contenait 4.9 mg.m² de cette molécule. En octobre, il ne restait plus que 3.4 mg.m² et en décembre, elle n'était plus visible. Tous ces résultats sont assez cohérents avec les propriétés physico-chimiques de cette molécule et plus spécifiquement sa DT90 (~ 40 jours⁹).

La présence de S-metolachlore s'explique par des apports réalisés en 2011, 2016, 2018 et 2019. Le traitement réalisé en juillet 2018 n'était plus visible dans les analyses de sol effectuées en octobre 2018. Le traitement réalisé en juin 2019 (37 mg.m²) était bien visible en juillet 2019 (21.2 mg.m² dans la couche 0-90 cm) et, contrairement au traitement de 2018, il était toujours visible en octobre 2019 (6.1 mg.m² dans la couche 0-60 cm) et en décembre 2019 (3.2 mg.m²). Les résultats de 2019 sont également assez cohérents avec les propriétés physico-chimiques de cette molécule et plus spécifiquement sa DT90 (~ 110 jours¹⁰).

Le lysimètre de cette parcelle n'a 'produit' aucun échantillon d'eau au cours de l'hiver 2019/2020.

⁹ PPDB <https://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/en/Reports/448.htm> consulté le 24 avril 2020

¹⁰ PPDB <https://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/en/Reports/1027.htm> consulté le 24 avril 2020

4.2.3. Lysimètre 'Chemin de fer'

Au cours des trois dernières années, cette parcelle a reçu 37 matières actives différentes.

Les analyses des échantillons de sol prélevés les 19 juillet, 21 octobre et 2 décembre 2019 complètent des résultats enregistrés en octobre 2018 (Sol-Phy-Ly / 1^{ère} année) et les résultats antérieurs (octobre 2017 et avril 2018).

Du fluopicolide a été appliqué sur la parcelle les 31 juillet et 12 août 2019 pour un total de 14 mg.m⁻². L'analyse du sol prélevé le 19 juillet 2019 ne révèle pas de trace du 2,6 dichlorobenzamide à l'inverse des analyses réalisées sur les échantillons prélevés les 21 octobre et 2 décembre (2 µg.kg⁻¹, soit 0.8 mg.m⁻²).

De la clomazone est apportée presque chaque année sur cette parcelle (2014, 2015, 2017, 2018 et 2019). L'apport réalisé le 14 mai 2019 est bien mis en évidence dans les résultats de l'analyse réalisée sur l'échantillon de sol prélevé en juillet. Les échantillons de sol prélevés en octobre et décembre 2019 affiche des concentrations 'bruit de fond' similaires à celle observée en octobre 2018.

La clothianidin (néonicotinoïde – betterave) reste détectée dans la couche de surface.

Le desmedipham observé en octobre 2018 dans les trois couches de sol (1.9 mg.m⁻²) n'est plus quantifié, en juillet 2019 que dans la couche 0-30 cm (0.5 mg.m⁻²) et n'est plus visible ni en octobre, ni en décembre. Cette matière active a été apportée à quatre reprises au printemps 2018 pour le désherbage de la betterave (25 mg.m⁻²). Ces observations sont assez cohérentes avec une DT90 comprise entre 26 jours (champ) et 129 jours (laboratoire)¹¹.

Les observations d'octobre 2018 avaient mis en évidence la présence de difenoconazole distribué également dans les trois couches de sol. Il s'agit d'un résidu du traitement réalisé en juillet 2014.

La présence d'epoxiconazole fait suite à deux apports (35 mg.m⁻²) réalisés en mai et juin 2012. Nous n'avons pas d'information concernant les éventuels apports précédents. Les stocks observés dans le sol d'octobre 2018 à décembre 2019 montrent une décroissance continue (de 14.5 à 5.3 mg.m⁻²). Enfin, ces dernières valeurs sont également assez cohérentes avec celles d'octobre 2017 et avril 2018 (résultats d'une autre convention).

La présence d'ethofumesate en octobre 2018 (5.6 mg.m⁻²) fait suite à quatre apports réalisés en avril et mai 2018 (98 mg.m⁻²). L'apport précédant datait de 2015. Ces résultats sont assez cohérents avec les propriétés physicochimiques de cette molécule (DT90 comprise entre 100 jours (labo) et 264 jours (champ)¹²). En octobre 2019, il reste l'équivalent de 1.9 mg.m⁻² de cette substance dans le sol.

La présence de flufenacet en juillet 2019 s'explique par un apport (43 mg.m⁻²) de cette substance active réalisé en mai 2019. Le stock présent dans le sol en juillet (12 mg.m⁻²), en octobre (1.5 mg.m⁻²) et en décembre (1.7 mg.m⁻²) est cohérent avec la DT50 (20 à 39 jours) et la DT 90 (78 à 132 jours) de cette molécule¹³.

Du metamitron est observé octobre 2018 à une concentration de 1.8 mg.m⁻². Sa présence fait suite à un apport de 105 mg.m⁻² réalisé au printemps 2018. Aucun apport n'est renseigné antérieurement (jusque

¹¹ PPDB <https://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/en/Reports/207.htm> consulté le 28 avril 2020

¹² PPDB <https://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/en/Reports/278.htm> consulté le 4 mai 2020

¹³ PPDB <https://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/en/Reports/331.htm> consulté le 4 mai 2020

2010). Ces résultats sont cohérents avec les propriétés de cette molécule (DT90 comprise entre 37 jours (champ) et 50 jours (labo))¹⁴.

La présence de metolachlor (21.5 mg.m²) est expliquée par l'utilisation de cette matière active en mai 2018 à raison de 125 mg.m².

Par ailleurs, dans le cadre d'une autre convention, cette matière active avait été détectée (4 mg.m²) en octobre 2017, suite à un apport de 67 mg.m² réalisé en juillet 2017. Cette concentration mesurée en octobre 2017 est assez cohérente avec les propriétés de cette molécule (DT90 au champ de 112 jours)¹⁵. En avril 2018, elle était présente à raison de 2.4 mg.m².

La faible présence (0.9 mg.m²) de phenmedipham en octobre 2018 est difficilement explicable car :

- cette matière active a été apportée en mai 2018 à raison de 32 mg.m²;
- les analyses de sol effectuées en juillet, octobre et décembre 2019 révèlent sa présence à une concentration décroissante (de 2.4 mg.m² à 0.5 mg.m²).

Les analyses d'eau récoltée (63 litres) à l'exutoire du lysimètre entre le 16 janvier 2020 et le 25 mars 2020 révèlent (tableau 15) la présence de 7 molécules :

- Metolachlor ESA. Il s'agit d'un métabolite du S-metolachlore, herbicide utilisé en 2009 et 2017 pour du haricot, en 2015 pour de la fève des marais et en 2018 pour de la betterave. Rappelons que vu les conditions de sécheresse depuis 2017, ce lysimètre n'avait pas récolté d'eau au cours de l'hiver 2018-2019. La présence importante de ce métabolite s'explique donc, en partie, par le traitement appliqué en printemps 2018 (120 mg.m²). La quantité récoltée à l'exutoire du lysimètre est de 0,6 mg.m². Cependant, sa concentration dans l'eau (de l'ordre de 12.000 ng.l⁻¹) est supérieure à la limite de potabilité (1000 ng.l⁻¹).
- Bentazone. Cette matière active a été apportée en 2010 et 2017 pour le désherbage de pois et d'haricot (0,86 g.m²). La concentration observée dans l'eau (19 ng.l⁻¹) est conforme à la norme de potabilité. La quantité récoltée à l'exutoire du lysimètre est de 18 ng.m².
- 2,6 dichlorobenzamide. Il s'agit du métabolite du dichlobenil (herbicide total interdit en agriculture et retiré de la vente depuis de nombreuses années) mais également du métabolite du fluopicolide (fongicide utilisé pour la pomme de terre en 2019). La quantité du fluopicolide apportée est de 1200 µg.m² ; la quantité de ce métabolite récoltée au cours de l'hiver 2019-2020 est de 12 µg.m².
- Azoxystrobin. Ce fongicide a été appliqué sur la parcelle en 2014 pour des carottes (25 mg.m²) et en 2019 pour des pommes de terre (50 mg.m²). La quantité récoltée au cours de l'hiver 2019-2020 est de 48 ng.m² ; soit un millionième de la dose apportée.
- Desphenyl chloridazon. Ce métabolite du chloridazon est très persistant puisque la dernière application de cet herbicide date de 2002. La concentration de cet herbicide (interdit depuis cette année) est supérieure à la limite de potabilité (4500 ng.l⁻¹). Au cours de l'hiver 2019/2020, le lysimètre a drainé 694 µg.m².
- Clothianidine. Il s'agit d'un néonicotinoïde qui ne peut plus être utilisé depuis cette année pour l'enrobage de semences (betterave).

¹⁴ PPDB <https://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/en/Reports/448.htm> consulté le 4 mai 2020

¹⁵ PPDB <https://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/en/Reports/1027.htm> consulté le 4 mai 2020

- Flufenacet. Il s'agit d'un herbicide utilisé en 2011 et 2019 pour le désherbage de pommes de terre. La quantité apportée en 2019 sur la parcelle est de 43 mg.m². La quantité récoltée à l'exutoire du lysimètre au cours de l'hiver 2019-2020 est de 37 ng.m².

Tableau 15. Concentration en PPP dans l'eau de percolation du lysimètre de la parcelle Chemin de fer en Hesbaye.

		Chemin de fer							LOQ (µg.L ⁻¹)
		16/01/20	3/02/20	17/02/20	2/03/20	9/03/20	16/03/20	25/03/20	
Conc. µg.L ⁻¹	Metolachlor ESA	4.979	12.966	13.350	11.407	11.801	11.504	12.285	0.050
	Bentazone	0.019	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.008
	2,6 Dichlorobenzamide	0.345	0.193	0.192	0.131	0.190	0.176	0.177	0.050
	Azoxystrobin	0.052	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.010
	Chloridazon	0.007	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.006
	Desphenyl- chloridazon	6.722	14.669	9.488	8.715	10.593	14.148	16.067	0.021
	Clothianidin	0.043	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.040
	Flufenacet	0.040	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.010
Volume d'eau à la sortie du lysimètre (L)		0.92	10.22	10.28	7.92	31.8	1.68	0.64	

4.2.4. Lysimètre 'Sole 4'

Au cours des trois dernières années, cette parcelle a reçu 23 matières actives différentes.

Les analyses des échantillons de sol prélevés les 27 mars, 19 juillet, 21 octobre et 2 décembre 2019 complètent des résultats enregistrés en octobre 2018 (Sol-Phy-Ly / 1^{ère} année) et les résultats antérieurs (octobre 2017 et avril 2018).

La présence de 2.6 dichlorobenzamide observée à trois reprises (octobre 2018, juillet 2019 et décembre 2019) fait vraisemblablement suite à un apport réalisé en 2014 en culture de pomme de terre. La parcelle ayant été louée à un tiers à cette occasion, l'information disponible en matière de traitements phytopharmaceutique est lacunaire. Grosso modo, on constate un niveau de concentration similaire à celui observé dans la parcelle Bovenistier pour un apport réalisé également en 2014.

La clothianidin (néonicotinoïde – betterave) reste détectée dans la couche de surface.

La présence de difenoconazole en octobre 2018 (2.8 mg.m²) s'explique par l'apport réalisé en aout 2017 (9 mg.m²).

La présence d'epoxiconazole fait suite à un usage réalisé en aout 2017 (5 mg.m²) et quantifié (autre convention) en octobre 2017 à une concentration de 12.5 mg.m². Un apport de 9 mg.m² a été réalisé en mai 2018. En octobre de la même année, il restait 12.2 mg.m² dans le sol. En mars 2019, il restait 7.6 mg.m² et en octobre 2019, le stock était de 4.5 mg.m². Notons également que les quantités déclarées par l'agriculteur sont conformes aux usages.

Les concentrations d'ethofumesate observées en octobre 2018 (3.6 mg.m²) font suite à quatre traitements réalisés au printemps 2017 (43 mg.m²). Ce résultat analytique est presque cohérent avec les propriétés de cette molécule (DT90 au champ : 264 jours). Par contre, le traitement déclaré en aout

2019 (40 mg.m²) n'est pas observé en octobre 2019 (la concentration dans le sol est identique à celle observée en juillet 2019, soit 2.6 mg.m²).

La présence de metamitron (entre 0.5 et 1.1 mg.m² au cours de la période octobre 2018 – octobre 2019) s'explique par un apport de 175 mg.m² au printemps 2017. Ce constat est assez similaire à celui observé sur la parcelle Bovenistier (il reste environ 1% de l'apport après 18 mois).

La présence de metolachlore en juillet 2019 (4.2 mg.m²) fait suite à un apport de 77 mg.m² de s-metolachlore en avril 2019. Ces résultats sont cohérents avec les propriétés de cette molécule (DT90 de 110 jours). En décembre 2019, il ne restait plus que 0.7 mg.m² de cette substance dans le sol.

La présence régulière de propiconazole et décroissante (de 4.3 mg.m² en octobre 2018 à 0.9 mg/m² en décembre 2019) est expliquée par trois traitements (2016, 2017 et 2018). Cette molécule avait déjà été détectée dans les échantillons de sol prélevés en octobre 2017 et avril 2018.

En octobre 2018, les analyses de sol n'ont plus révélé de trace du phenmedipham apporté en avril et mai 2017 (84 mg.m²). Les analyses ont montré des traces de phenmedipham en juillet et octobre 2019 à des concentrations similaires (2.1 mg.m²), cependant le traitement a été déclaré pour août 2019. Cette incohérence reste à creuser, les échantillons incriminés seront réanalysés.

Les analyses d'eau récoltée (229,22 litres) à l'exutoire du lysimètre entre le 6 décembre 2019 et le 8 avril 2020 révèlent la présence de trois molécules :

- Metazachlor ESA. Il s'agit d'un métabolite du metazochlore, herbicide vraisemblablement utilisé pour le désherbage de la pépinière d'arbres fruitiers en place (par un tiers) entre 2011 et 2013. Cet herbicide est également agréé pour la culture de colza, de poireaux et de choux. Il est apparu à l'exutoire du lysimètre au cours de l'hiver 2014-2015 à une concentration de 4438 ng.l⁻¹. Les concentrations mesurées en début et fin d'hiver 2019/2020 sont respectivement de 674 et 170 ng.l⁻¹ ; la limite de potabilité étant fixée à 500 ng.l⁻¹. Dans le cas présent, il aura donc fallu cinq années pour percolation pour « récupérer » une eau potable.
- Metolachlor ESA. Il s'agit d'un métabolite du S-metolachlore, herbicide utilisé en 2014 et 2019. Il a été détecté à partir de l'hiver 2015-2016 à une concentration de 573 ng.l⁻¹. Cette concentration est restée du même ordre de grandeur au cours des hivers suivants. En termes de flux, 77 mg.m² de S-metolachlore ont été apportés en 2019 (62 mg.m² en 2014). Au cours de l'hiver 2019/2020, le lysimètre a récolté l'équivalent de 122 µg.m².
- Desphenyl-chloridazon. Il s'agit d'un métabolite du chloridazon, herbicide autorisé jusqu'en 2019 en betterave. La dernière utilisation possible date de 2002 mais l'agriculteur n'a pu nous confirmer (ou infirmer) si cet herbicide avait été utilisé à cette occasion. Un peu plus de 3600 µg.m² ont été lixiviés au cours de l'hiver 2019/2020. Ce flux est cinq fois plus important que celui observé sur la parcelle Chemin de fer. Ceci s'explique principalement par la quantité d'eau (quatre fois) plus importante collectée à la parcelle Sole 4.

Tableau 16. Concentration en PPP dans l'eau de percolation du lysimètre de la parcelle Sole 4 en Hesbaye.

		Sole 4									LOQ ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)
		6/12/19	18/12/19	31/12/19	16/01/20	17/02/20	2/03/20	9/03/20	25/03/20	8/04/20	
Conc. $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	Metazachlor ESA	0.674	0.900	0.550	0.363	0.263	0.157	0.141	0.0822	0.170	0.051
	Metolachlor ESA	0.651	0.643	0.687	0.671	0.727	0.663	0.657	0.5948	0.601	0.050
	Chloridazon	0.006	<LOQ	0.006	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.006	0.01	0.006
	Desphenyl- chloridazon	19.044	19.940	19.015	20.880	16.266	15.204	17.290	24.677	23.723	0.021
	Epoxiconazole	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.020
	Nicosulfuron	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.017	0.015
Volume d'eau à la sortie du lysimètre (L)		26.8	18.46	21.1	12.98	26.8	26.8	21.2	11.38	3.48	

4.2.5. Lysimètre Haute Bova

Au cours des trois dernières années, cette parcelle a reçu 31 matières actives différentes.

Les analyses des échantillons de sol prélevés les 17 avril, 19 juillet, 21 octobre et 2 décembre 2019 complètent des résultats enregistrés en octobre 2018 (Sol-Phy-Ly / 1^{ère} année) et les résultats antérieurs (octobre 2017 et avril 2018).

Comme pour les trois autres parcelles, la clothianidin (néonicotinoïde – betterave) reste détectée dans la couche de surface.

La présence de difenoconazole ($7.2 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-2}$) en octobre 2018 dans les deux couches de sol fait suite à un apport réalisé en juillet 2018 ($10 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-2}$). Un an après l'apport, c'est-à-dire en juillet 2019, il reste $8 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-2}$, observés uniquement dans la couche de surface.

La présence d'epoxiconazole est la conséquence d'apports réguliers (2011, 2013, 2014, 2015, 2017 et 2018) pour un total de $46 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-2}$. Le fait d'observer $10.1 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-2}$ en octobre 2018 alors que l'apport précédent (août 2018) n'est que de $6 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-2}$ témoigne de la rémanence de ce fongicide dans le sol.

L'ethofumesate observé en octobre 2018 ($1.1 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-2}$) est la conséquence d'un apport réalisé en mai 2018 ($40 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-2}$). Ces résultats sont assez cohérents avec les propriétés physicochimiques de cette molécule (DT90 comprise entre 100 jours (labo) et 264 jours (champ)¹⁶). En juillet 2019, il reste l'équivalent de $1 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-2}$ de cette substance dans le sol, uniquement dans la couche de surface.

Le metamitron observé en octobre 2018 (moins de $1 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-2}$) est la conséquence d'un apport réalisé au printemps 2018 ($58 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-2}$). Ces résultats sont cohérents avec les propriétés de cette molécule (DT90

¹⁶ PPDB <https://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/en/Reports/278.htm> consulté le 6 mai 2020

comprise entre 37 jours (champ) et 50 jours (labo))¹⁷. Sa présence dans l'échantillon de sol prélevé en octobre 2019 (l'équivalent de 2.5 mg.m²) n'est pas expliquée. Cet échantillon sera réanalysé pour vérification avant de faire d'autres hypothèses.

La présence, en faible quantité (moins de 1 mg.m²), du metolachlore en 2019 contraste avec son absence en octobre 2018, année de l'apport (38 mg.m²). Il en est de même pour le phenmdipham (2 mg.m² en juillet 2019) apporté en mai 2018 (54 mg.m²).

Les analyses d'eau récoltée (102 litres) à l'exutoire du lysimètre entre le 2 mars et le 8 avril 2020 révèlent la présence de trois molécules :

- Metolachlor ESA. Il s'agit d'un métabolite du S-metolachlore, herbicide utilisé en 2014 et 2018. Il a été détecté à partir de l'hiver 2014-2015 à une concentration de 806 ng.L⁻¹. Cette concentration est restée du même ordre de grandeur au cours des deux hivers suivants. En termes de flux, 38 mg/m² de S-metolachlore ont été apportés en 2018 (77 mg.m² en 2014). Au cours de l'hiver 2019/2020, le lysimètre a récolté l'équivalent de 94 µg.m².
- Chloridazon. Il s'agit d'un herbicide utilisé en betterave. Deux utilisations sont recensées au cours des 10 dernières années, en 2014 (26 mg.m²) et 2018 (104 mg.m²). L'eau récoltée au cours de cet hiver a entraîné l'équivalent de 0.7 µg.m². Contrairement aux lysimètres précédents (pas d'usage de chloridazon depuis plus de 15 ans), un apport récent de cette matière active se concrétise par une détection de celle-ci dans l'eau de percolation.
- Desphenyl chloridazon. Il s'agit d'un métabolite du chloridazon. Les 102 litres d'eau récoltée au cours de cet hiver ont entraîné l'équivalent de 2 mg.m² ; soit grosso modo, un cinquantième de l'apport de 2018. Ce ratio est très élevé en comparaison à d'autres matières actives retrouvées (un millième, voire un millionième) à l'exutoire de ces quatre lysimètres.

Tableau 17. Concentration en PPP dans l'eau de percolation du lysimètre de la parcelle Haute Bova en Hesbaye.

		Haute Bova					LOQ (µg.L ⁻¹)
		2/03/20	9/03/20	16/03/20	25/03/20	8/04/20	
Conc. µg.L ⁻¹	Metolachlor ESA	1.418	0.989	0.666	0.599	0.627	0.050
	Chloridazon	0.008	0.009	0.006	0.006	0.009	0.006
	Desphenyl- chloridazon	16.103	19.028	23.25	25.516	28.604	0.021
Volume d'eau à la sortie du lysimètre (L)		22.24	32.64	30.34	14.32	2.52	

¹⁷ PPDB <https://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/en/Reports/448.htm> consulté le 6 mai 2020

4.3. Conclusions

Les conditions climatiques de l'automne-hiver 2019/2020 (482 mm, d'octobre à mars) ont été plus propices à la collecte de volumes d'eau représentatifs dans plusieurs lysimètres que celles observées au cours de l'automne-hiver 2018/2019 (386 mm, d'octobre à mars).

Les analyses d'eau réalisées ont permis de mettre en évidence quelques métabolites présents en concentration importante tel que le 2,6 dichlorobenzamide, le desphenyl-chloridazon et le metolachlore ESA. Des traces de nicosulfuron, bentazone, azoxystrobin, clothianidin et flufenacet ont été trouvées mais de façon plus sporadiques (pas décelées dans chaque échantillon d'eau).

Par ailleurs, une trentaine de substances actives pulvérisées au cours des années précédentes sur deux parcelles (Bovenistier et Gembloux) n'ont pas été observées dans les échantillons collectés aux exutoires des lysimètres.

En ce qui concerne le glyphosate, les analyses de sol réalisées dans sur la plateforme expérimentale Sol-Résidus de Gembloux Agro-Bio Tech que sur une parcelle de Hesbaye ont montré que cette matière active, ainsi que son métabolite, l'AMPA, se dégradent très vite (quelques semaines) et ne migrent pas dans les couches 'profonde' du sol. Les analyses d'eau n'ont d'ailleurs mis en évidence aucune trace de ces deux molécules.

En ce qui concerne la bentazone, l'expérimentation mise en place sur la plateforme expérimentale Sol-Résidus a également mis en évidence une rapide dégradation de cette matière active dans la couche humifère du sol. Aucune trace de bentazone n'a été trouvée dans les échantillons d'eau collectés sur ce site.

Par contre, sur un des lysimètres situés en Hesbaye, de la bentazone a été détectée (19 ng.L^{-1}) au cours de l'hiver 2019-2020 suite à un apport réalisé au printemps 2017 (rappelons que ce lysimètre n'a pas drainé d'eau au cours de l'hiver 2018-2019 et que les échantillons d'eau de l'hiver 2017-2018 n'avaient pas révélé de bentazone).

Les analyses de sol ont révélé des résultats cohérents vis-à-vis des traitements réalisés (relation dosage – ancienneté du traitement ; caractéristiques physico-chimiques des matières actives) et des observations réalisées aux exutoires des lysimètres. Globalement, des herbicides utilisés en betterave, maïs, pomme de terre et colza ainsi que des fongicides (triazoles) utilisés en céréales et betterave sont régulièrement quantifiés (matières actives et/ou métabolites).

Les prochaines analyses et observations permettront d'affiner l'interprétation.

5. Désherbage des céréales

5.1. Dispositif expérimental

Dans un souci de caractériser l'efficacité des méthodes disponibles actuellement pour réduire l'utilisation du glyphosate, cet essai comporte des modalités croisant l'utilisation de la herse étrille selon différentes intensités (0, 1, 2 et 3 passages) et l'utilisation d'herbicides sélectifs suivant différentes doses d'application (0, 1/2 dose et pleine dose). Cet essai est mené en petites parcelles d'expérimentations (2 x 8 m) selon un dispositif expérimental en quatre répétitions, sur les parcelles de la ferme expérimentale de Gembloux Agro Bio-Tech. Cet essai comporte 24 modalités différentes (figure 12).

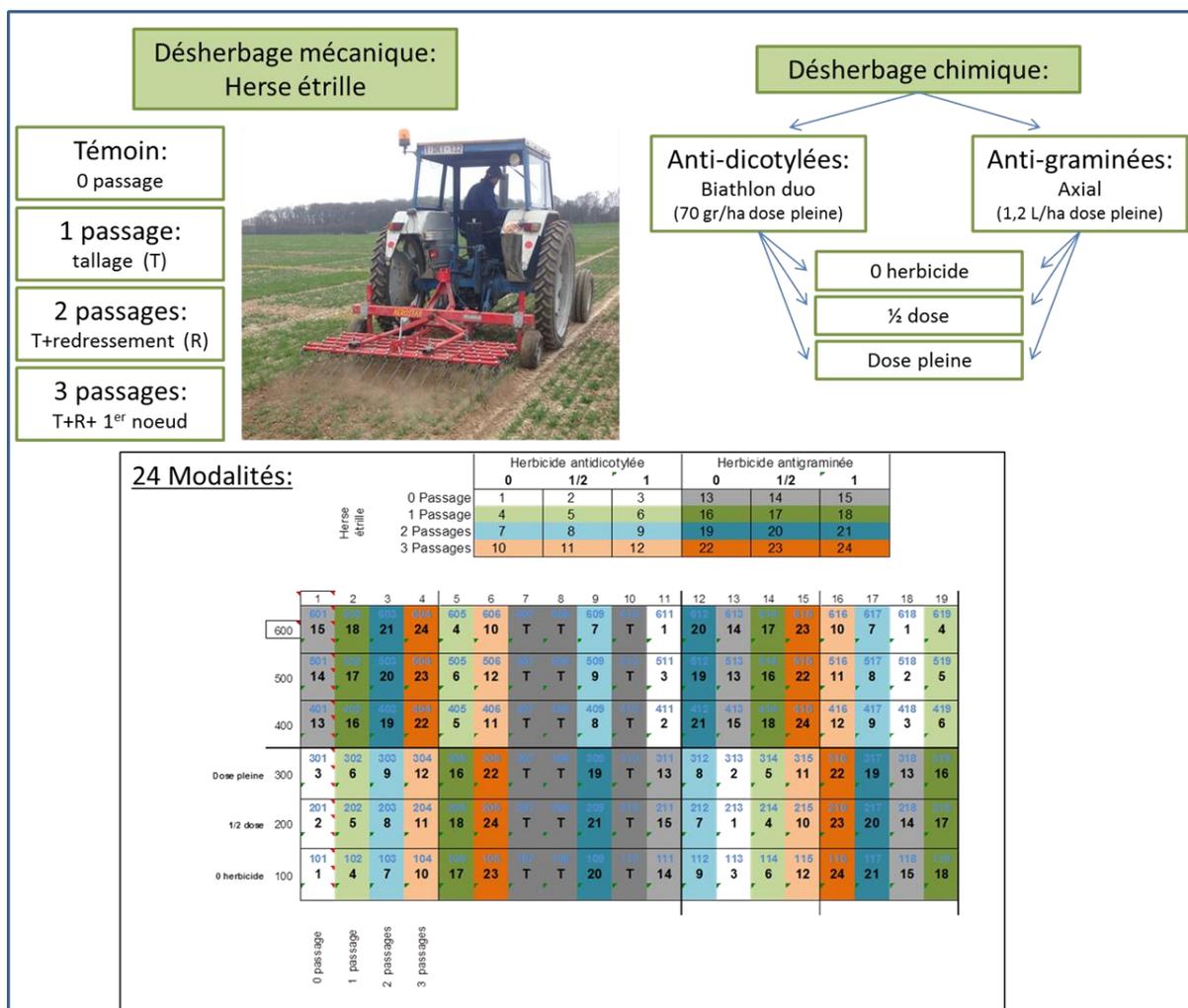


Figure 12. Essai désherbage Sol-Phy-Ly 2019. Protocole expérimental.

Afin de déterminer l'efficacité de chaque système sur les deux familles d'adventices (graminées et dicotylédones), l'utilisation d'herbicides sélectifs anti-graminées et d'herbicides sélectifs anti-dicotylées a été choisie pour constituer les deux grandes parties de l'essai. Pour les essais de l'année culturale 2018-2019, les choix se portent sur la formule commerciale Axial pour l'anti-graminées (50g/l pinoxaden et 12.5 g/l cloquintocet-mexyl) et Biathlon duo pour l'anti-dicotylées (71.4% tritosulfuron et 5.4% florasulam).

En ce qui concerne les essais en cours pour l'année culturale 2019-2020 pour la partie désherbage mécanique de ce projet, l'ensemble des modalités présentées pour l'année précédente ont été maintenu (figure 13 et tableau 18). Cette continuité est réalisée en vue de compléter et de confirmer ou non les résultats de l'année précédente.

Les modalités de passage de herse étrille ont été gardées de sorte à pouvoir couvrir au mieux les stades végétatifs de la céréale, adaptés à ce type d'opération. Les herbicides ont également été maintenus au vu de leur adéquation à nos exigences en termes de sélectivité pour les familles d'adventices. Les dosages à pleine dose et 1/2 dose restent également présents et répondent à nos objectifs de réduire la quantité de pesticide nécessaire à la protection des cultures, en accord avec les réflexions menées par la commission européenne en vue de réduire de 50 % l'utilisation de pesticide d'ici 2030¹⁸.

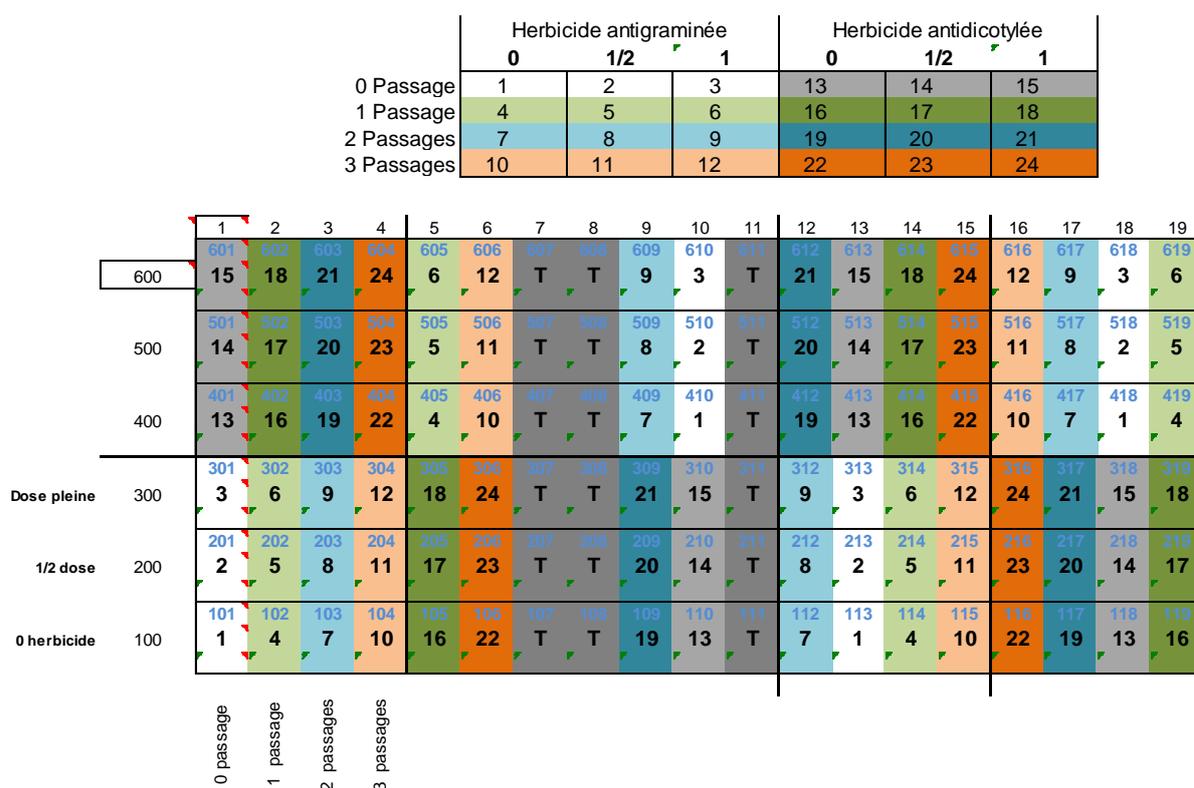


Figure 13. Essai désherbage 2019-2020. Protocole expérimental.

Tableau 18. Récapitulatif des activités d'observation et de traitement pour l'essai désherbage 2019-2020. Les P correspondent aux passages de l'outil herse étrille sur les parcelles.

Date	Activités		Stade
23-03-20	Passage herse étrille tallage	P1	Plein tallage
16-04-20	Passage herse étrille tallage redressement	P2	Redressement
27-04-20	Désherbage chimique		1er nœud
05-05-20	Passage herse étrille 1er nœud	P3	1er nœud

18

https://ec.europa.eu/info/strategy/priorities-2019-2024/european-green-deal/actions-being-taken-eu/farm-fork_en

5.2. Observations

L'ensemble des observations réalisées sur ces essais concernent la caractérisation du développement des cultures et des adventices au cours de la période végétative et la caractérisation des paramètres de rendements aux termes de la culture (tableau 19).

Les mesures réalisées concernent :

- le relevé des adventices pour chaque modalité au sein de quadrats. Il détaille les différentes espèces observées, leur dénombrement et leur caractérisation. Celui-ci est réalisé au rythme des interventions réalisées sur les parcelles ;
- l'identification des stades de développement du froment (échelle BBCH) et de son état sanitaire ;
- la mesure du rendement en grains.

Tableau 19. Récapitulatif des activités d'observation et de traitement pour l'essai désherbage Sol-Phy-Ly 2019.

Date	Activités		Stade
29/03/2019	Comptages adventices	T0	Plein tallage
1/04/2019	Passage herse étrille tallage	P1	Plein tallage
10/04/2019	Comptages adventices	T1	Redressement
12/04/2019	Passage herse étrille redressement	P2	Redressement
19/04/2019	Désherbage chimique		1er nœud
23/04/2019	Comptages adventices	T2	1er nœud
23/04/2019	Passage herse étrille 1er nœud	P3	1er nœud
13/05/2019	Comptages adventices	T3	Dernière feuille pointante

5.3. Résultats de l'année culturale 2018-2019

Comme souligné ci-dessus, seule la première année culturale étant terminée, les résultats présentés dans cette partie ne concerneront que cette première année. Les résultats illustreront l'impact des traitements sur :

- les populations d'adventices recensées et
- le rendement de la récolte.

Les conditions climatiques observées lors du printemps 2019 ont permis l'utilisation de la herse étrille aux stades prévus par le protocole (stades tallage, redressement et 1^{er} nœud). Elles ont offert des fenêtres de quelques jours (en rapport avec les stades visés), qui permettaient un ressuyage suffisant du sol de la parcelle et étaient accompagnés d'un temps sec dans les 48 heures après le passage d'outils. Grâce à ces conditions, l'efficacité de la herse étrille a pu être satisfaisante, limitant le repiquage des adventices arrachées par le passage d'outil.

Toutefois ces différentes périodes ont été séparées les unes des autres par des conditions humides avec une pluviométrie significative, permettant l'apparition de nouvelles adventices résultant du remaniement du sol en surface, créant des conditions propices à de nouvelles levées.

En ce qui concerne la réalisation du désherbage chimique, les limites de la conduite de petites parcelles expérimentales et les conditions climatiques (vents) ont permis l'application des différents herbicides au stade premier nœud du froment. Cette application, bien que respectant les stades d'applications agréés, aurait gagné en efficacité si elle avait pu être réalisée plus tôt et principalement pour l'anti-dicotylées.

5.3.1. Evolution des populations d'adventices

Les résultats sont issus des comptages réalisés après chaque passage de herse étrille ainsi qu'au terme de l'expérimentation. Les résultats font apparaître différentes efficacités des techniques mécaniques et chimiques en lien avec leur appartenance avec la famille des graminées ou des dicotylées. Pour cela, les résultats seront présentés par famille d'adventices.

De manière générale, nous observons une variabilité importante entre répétitions pour une même modalité. Cette variabilité est liée à des populations initiales pouvant être très différentes d'un quadrat de comptage à l'autre, ce qui limite la validation des tendances par l'analyse statistique.

La gestion des graminées

Les comptages réalisés au sein de chaque parcelle font apparaître des différences et tendances en lien avec les techniques de désherbage utilisées. Malgré une grande variabilité, les recensements de graminées montrent une efficacité significativement supérieure pour la technique de désherbage chimique (anti-graminées) par rapport à l'utilisation de la herse étrille (figure 14).

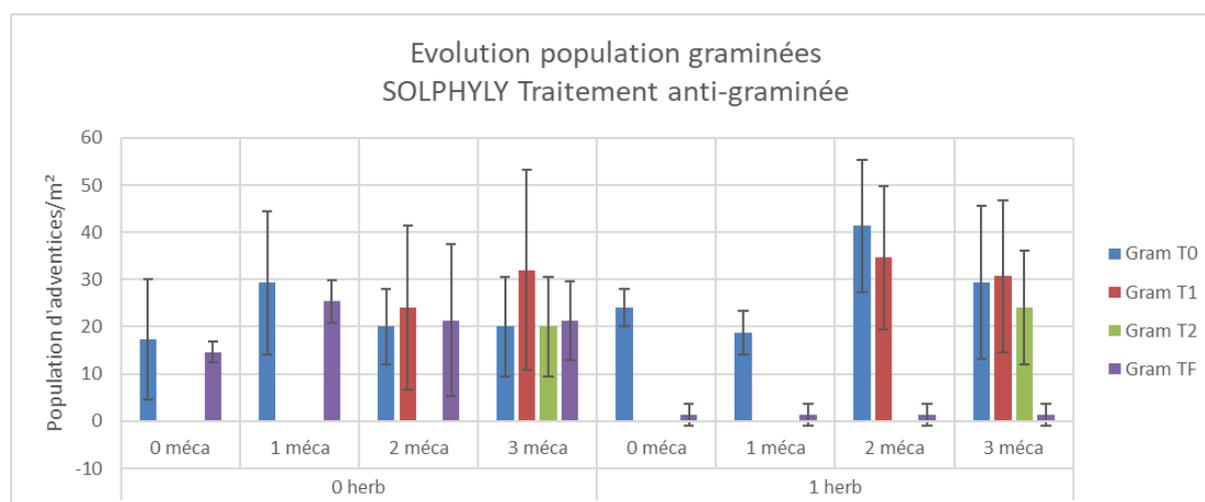


Figure 14. Evolution des populations de graminées en lien avec l'utilisation du désherbage mécanique et/ou chimique anti-graminées, essai désherbage 2018-2019. (T0, T1, T2, T3 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille, après les 1, 2, 3 passages et au terme de l'expérimentation).

L'utilisation de la herse étrille n'a pas permis une gestion de la pression en adventices de la famille des graminées, aucune différence significative n'a en effet été relevée entre les comptages réalisés en cours de l'expérimentation et le dernier réalisé au terme de l'essai.

En ce qui concerne l'utilisation du désherbage chimique de type anti-graminées, l'effet est bien marqué avec une efficacité quasi-totale retrouvée pour chacune des modalités concernées. Cette efficacité se marque tant pour l'utilisation à dose pleine du pesticide qu'à demi dose. Aucune différence n'est à relever entre la demi dose et la pleine dose en terme d'efficacité (figure 15).

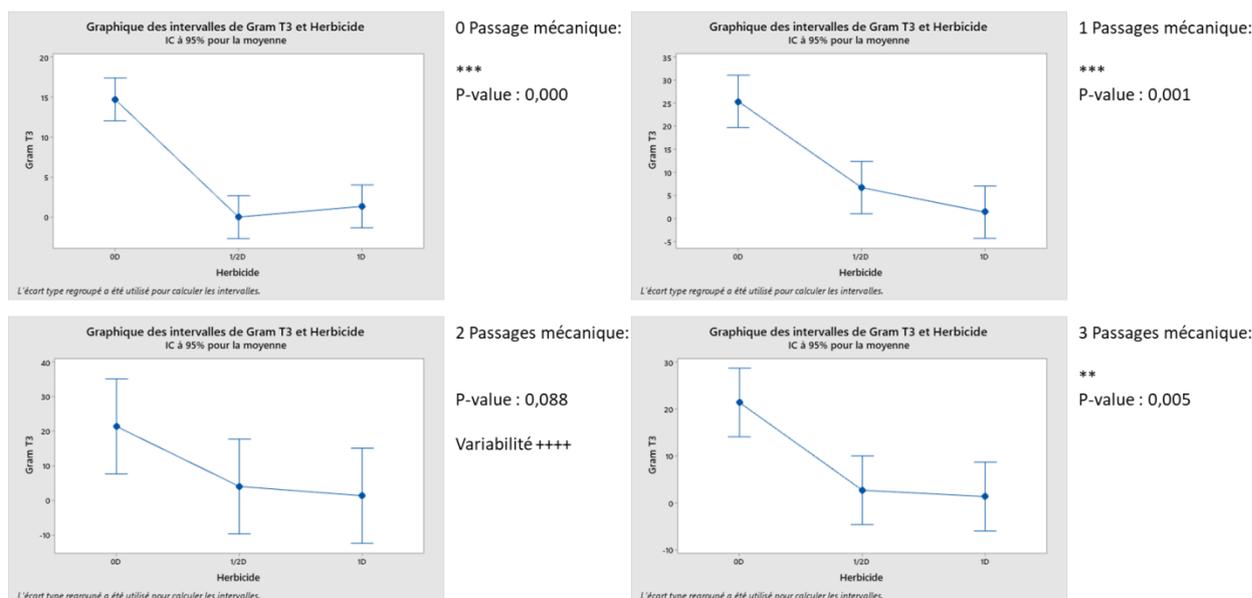


Figure 15. Efficacité de l'utilisation de l'herbicide anti-graminées en fonction de l'utilisation de la herse étrille. Essai désherbage 2018-2019.

En parallèle à ces résultats, l'utilisation de l'herbicide anti-dicotylées dans nos essais permet également d'apprécier l'effet que peut avoir ce dernier sur les populations de graminées et de sa sélectivité (figure 16). Les résultats des comptages de graminées montrent que l'utilisation ou non d'un anti-dicotylées ne fait apparaître aucune différence sur les populations présentes. La sélectivité recherchée par notre choix envers l'anti-dicotylées Biathlon Duo® est adaptée et retrouvée.

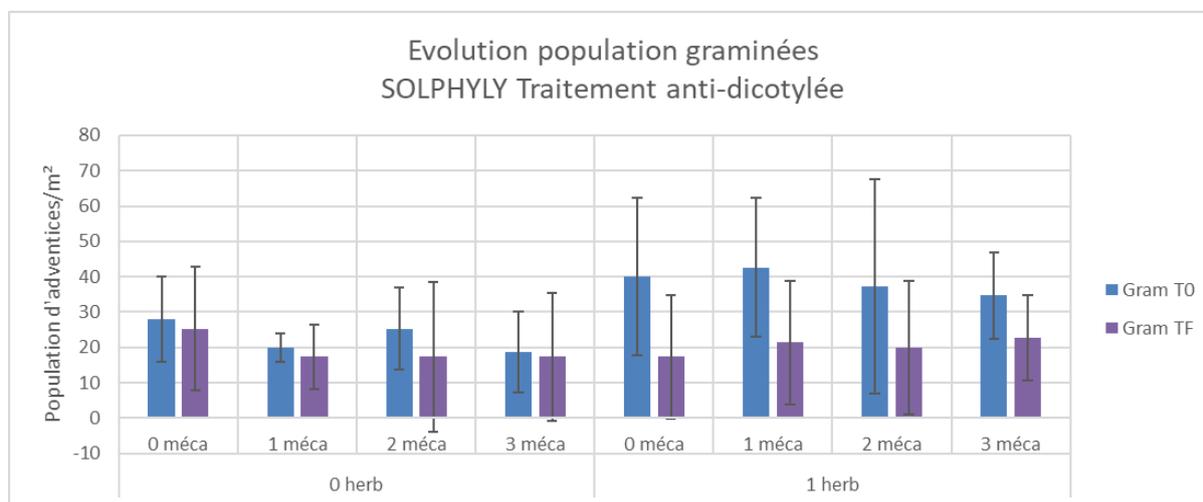


Figure 16. Evolution des populations de graminées en lien avec l'utilisation du désherbage mécanique et/ou chimique anti-dicotylées, essai désherbage 2018-2019. (T0 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille et au terme de l'expérimentation).

La gestion des dicotylées

En ce qui concerne les populations de dicotylées, les tendances sont différentes de celles mises en évidence au sein des populations de graminées (figure 17). Dans ce cas, l'utilisation de l'outil herse étrille est plus efficace que sur graminées. L'effet de cet outil se marque pour toutes les modalités que ce soit en un passage unique ou trois passages.

En ce qui concerne l'herbicide chimique pour cette famille, il est également efficace sur les populations en place de dicotylées mais cependant moins efficace que ne l'a été l'anti-graminées sur les populations de graminées. Cette observation est à l'image des conditions climatiques froides et accentuées par des vents du nord et d'est, limitant l'activité de la végétation. Ce traitement aurait pu être plus efficace s'il avait été réalisé plus tôt (suite aux limites de l'expérimentation mise en place).

L'efficacité de ces deux techniques présente une légère tendance supérieure pour le chimique. Toutefois, la grande variabilité entre les différents quadrats suivis ne permet pas de faire apparaître de quelconques différences significatives d'un point de vue statistique.

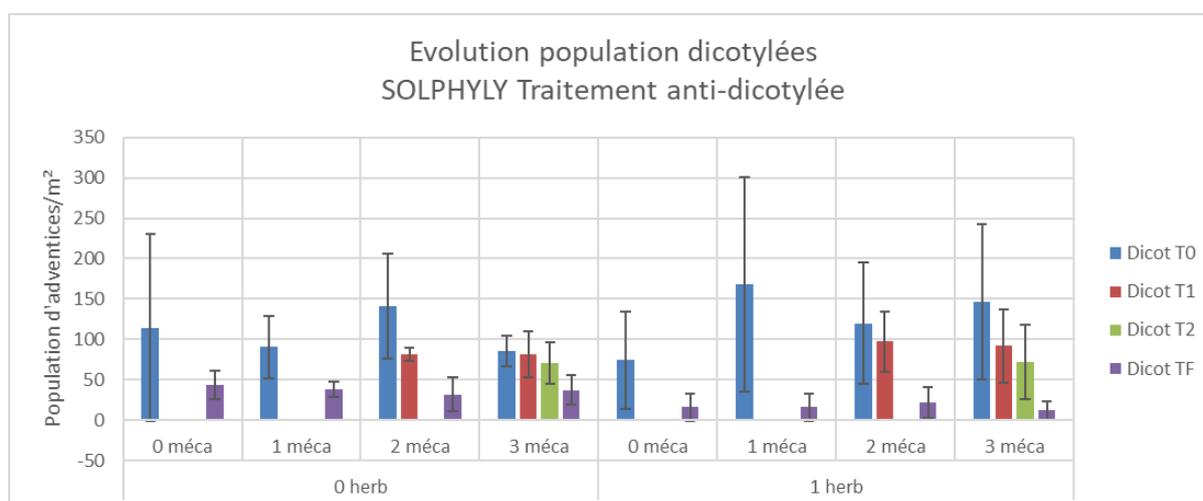


Figure 17. Evolution des populations de dicotylées en lien avec l'utilisation du désherbage mécanique et/ou chimique anti-dicotylées, essai désherbage 2018-2019. (T0, T1, T2, T3 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille, après les 1, 2, 3 passages et au terme de l'expérimentation).

En parallèle à ces résultats, l'utilisation de l'herbicide anti-graminée dans nos essais permet également d'apprécier l'effet que peut avoir ce dernier sur les populations de dicotylées et de sa sélectivité (figure 18). Les résultats générés par les comptages de dicotylées montrent que l'utilisation ou non d'un anti-graminées ne fait apparaître aucune différence sur les populations présentes. La sélectivité recherchée par notre choix de l'anti-graminées Axial® est donc adaptée et retrouvée.

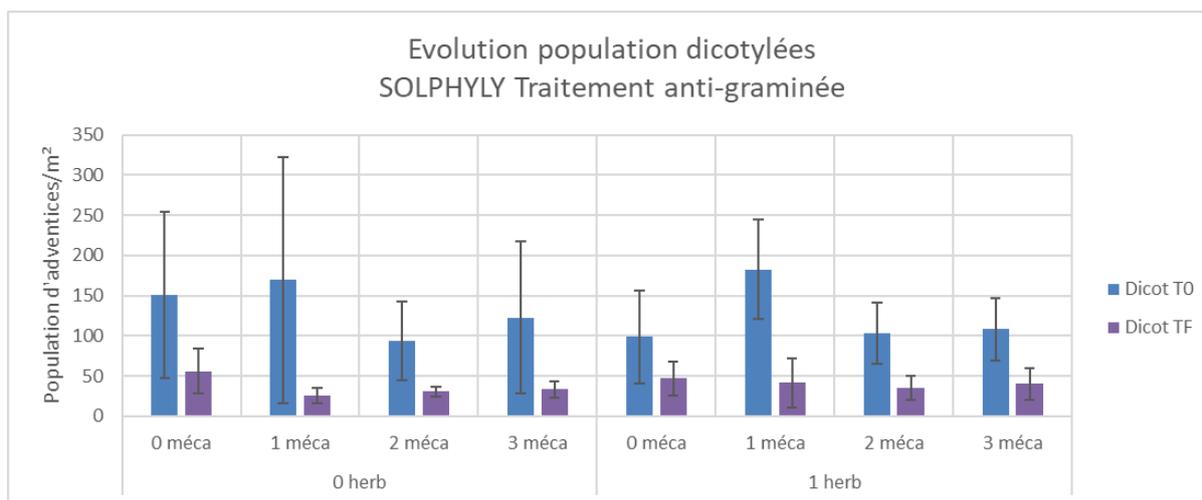


Figure 18. Evolution des populations de dicotylées en lien avec l'utilisation du désherbage mécanique et/ou chimique anti-graminées, essai désherbage 2018-2019. (T0 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille et au terme de l'expérimentation).

Synthèse des comptages : la gestion des adventices par la technique mécanique et/ou chimique.

Les comptages réalisés pour chaque famille d'adventices au rythme des opérations de désherbage font apparaître un intérêt pour chacune de ces techniques. En moyenne et au vu des conditions de l'année, la réalisation de passages de herse étrille permet une gestion du pool adventice, principalement pour la famille des dicotylées.

Cependant, les conditions observées dans nos essais en sortie d'hiver faisaient apparaître un sol légèrement « glacé » voire desséché par les vents d'Est, qui ne permettait pas un travail optimal des dents de la herse étrille, leur conférant même un travail selon un chemin préférentiel. Suite à cela, le travail réalisé ne fut pas à son optimal en termes d'homogénéité et d'action sur le sol ; il n'a donc pas permis un arrachement optimal (homogène) des adventices en place. De plus, les possibilités offertes par l'expérimentation (taille des quadrats) ne permettent pas de croiser les passages de herse étrille et d'éviter ainsi un passage préférentiel des dents.

En ce qui concerne les différences d'efficacité observées entre les familles, elles résultent certainement du lien entre les graminées et l'espèce cultivée qui fait également partie de cette famille. De ce fait la structure de végétation et le développement y est plus rapproché, limitant la sélectivité des réglages de l'outil.

En ce qui concerne le nombre de traitements mécaniques, les populations de dicotylées ne montrent pas de variation plus marquée lorsque deux passages de herse sont réalisés (au stade tallage et au stade redressement) (figure 19). Nous remarquons en effet une baisse moyenne des populations de dicotylées d'environ 33% au sein des parcelles concernées par un seul passage au tallage. La réalisation d'un second passage au stade redressement n'a pas permis de baisser significativement ces populations. Dans ce cas, un troisième passage semble confirmer la tendance engagée par le premier passage.

En ce qui concerne les populations de graminées, nous remarquons un intérêt plus marqué pour la réalisation du second passage de herse étrille au stade redressement. Dans le cas de ces adventices, nous remarquons une tendance inverse sur leur population lorsqu'un passage de herse étrille est réalisé au stade tallage. Cette tendance confirme les observations de terrain faisant apparaître de nouvelles levées de graminées après le premier passage. La réalisation d'un second passage au stade redressement permet quant à lui de diminuer ces populations de graminées de manière à retrouver des quantités

d'individus similaires ou légèrement plus faibles que lors du premier comptage au temps 0 (T0). La réalisation d'un troisième passage au stade 1^{er} nœud complète les résultats précédents. Pour cette modalité en 3 passages, nous observons une diminution générale des populations avec un bilan moyen de près de 50% pour les dicotylées et de 20 % pour les graminées.

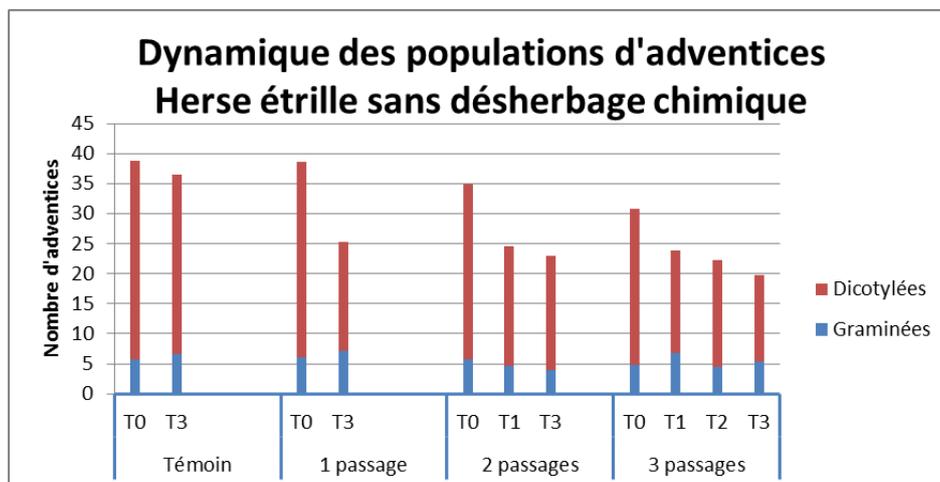


Figure 19. Dynamique des populations d'adventices au sein des modalités sans désherbage chimique. Nombre d'adventices recensées par quadrats de ¼ m². T0 à T3 correspondent aux dates de comptages. Essai désherbage 2018-2019.

Les modalités de désherbage chimique montrent également leur intérêt avec une efficacité bien présente et ce, malgré la date de réalisation avancée dans nos essais. Cette efficacité est en lien avec leur spectre d'action. Les comptages d'adventices permettent de montrer néanmoins l'intérêt de réaliser ces applications à des stades végétatifs peu développés des adventices et principalement pour la famille des dicotylées. Malheureusement, les contraintes de l'expérimentation en place ont conduit à un traitement plus tardif pour cette année 2018-2019. Les essais mettent en évidence une efficacité quasi totale pour l'application de l'anti-graminées et ce qu'il s'agisse de l'application à demi dose ou à pleine dose de l'Axial® (moyennes respectives 95% et 98% d'efficacité) (figure 20).

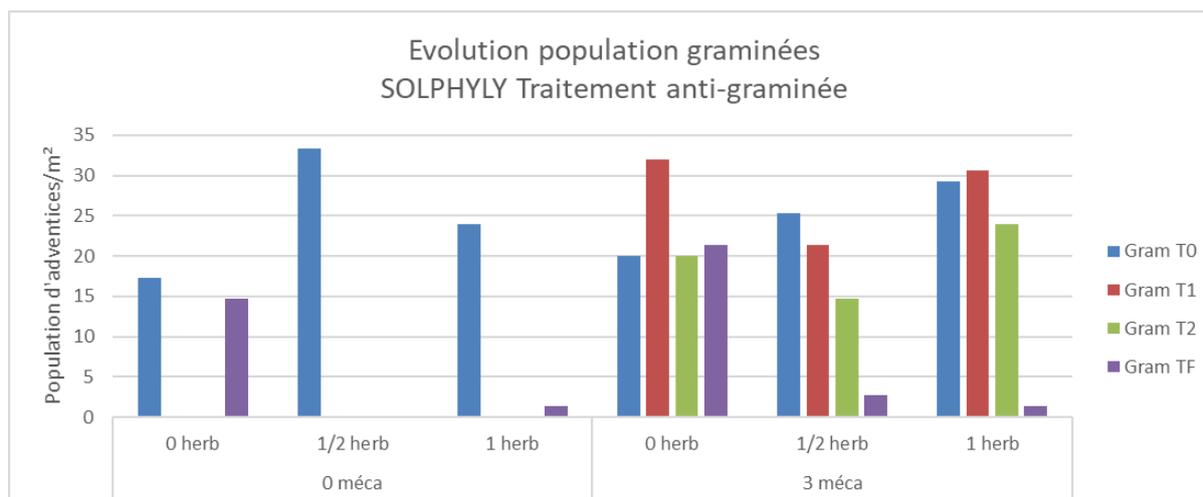


Figure 20. Dynamique des populations de graminées. Nombre d'adventices par m², essai désherbage 2018-2019. (T0, T1, T2 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille, après les 1, 2 passages et au terme de l'expérimentation).

Le traitement anti-dicotylées montre une efficacité moindre que le traitement anti-graminées : l'application de Biathlon Duo® à demi dose et à pleine dose n'engendre respectivement qu'une diminution moyenne de 68% et 85 % des populations de dicotylées (figure 21). Dans ce cas, nous remarquons une différence non négligeable de l'effet de la dose appliquée, qui au vu des résultats de l'anti-graminées, nous pose la question de savoir si cet effet pourrait être lié aux conditions non-optimales de cette application. Cette observation complète les connaissances actuelles sur l'intérêt des doses en fonction des conditions d'application, qui sont également à lier avec les risques de résistances des adventices, qui peuvent découler des faibles doses.

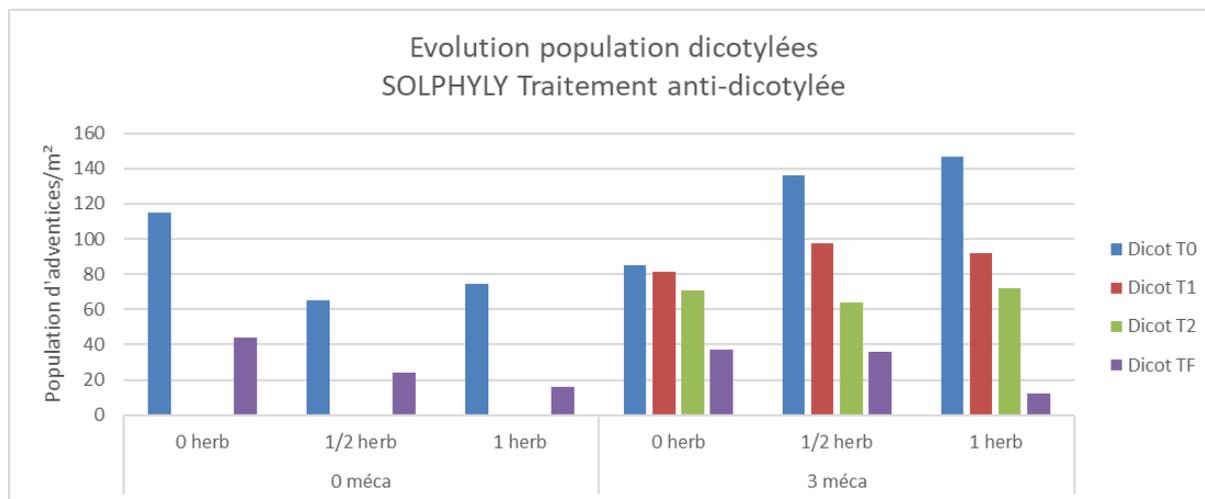


Figure 21. Dynamique des populations de dicotylées. Nombre d'adventices par m², essai désherbage 2018-2019. (T0, T1, T2 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille, après les 1, 2 passages et au terme de l'expérimentation).

5.3.2. Impact du désherbage sur le rendement du froment

Les mesures de rendement lors de la récolte du froment complètent les observations de comptages et l'efficacité observée pour chaque technique sur les populations d'adventices ; ces dernières étant en 'compétition' avec la culture en place.

En résumé, nous remarquons un impact sur le rendement marqué plus intensément pour l'analyse des modalités en lien avec la gestion des graminées alors que la partie en lien avec les dicotylées fait apparaître des tendances moins marquées.

Rendements au sein des modalités en lien avec la gestion des graminées

Les résultats enregistrés à la moisson pour les parcelles concernées par l'utilisation de l'anti-graminées font apparaître un effet positif sur le rendement pour les parcelles concernées par l'utilisation de l'herbicide et ce, que le désherbage mécanique ait été réalisé ou non (figure 22). Cet effet est d'autant plus marqué au sein du témoin, sans utilisation de la herse étrille, seul objet où l'analyse statistique fait apparaître une différence significative entre le témoin et l'utilisation à pleine dose de l'Axial® (figure 23). L'observation de ces tendances plus marquées au sein des parcelles n'ayant pas reçu de désherbage mécanique se justifie par l'effet supplémentaire que peut apporter ce dernier sur les adventices et la compétition qu'elles occasionnent. De ce fait, l'effet du désherbage chimique se dilue et se mêle à l'effet du désherbage mécanique.

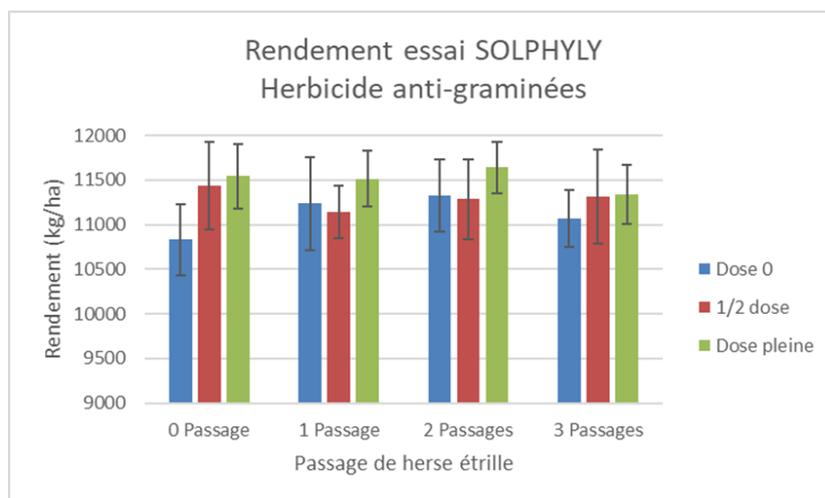


Figure 22. Résultats rendement au sein des modalités concernées par l'application de l'anti-graminées (en kg de grains par hectare), essai désherbage 2018-2019.

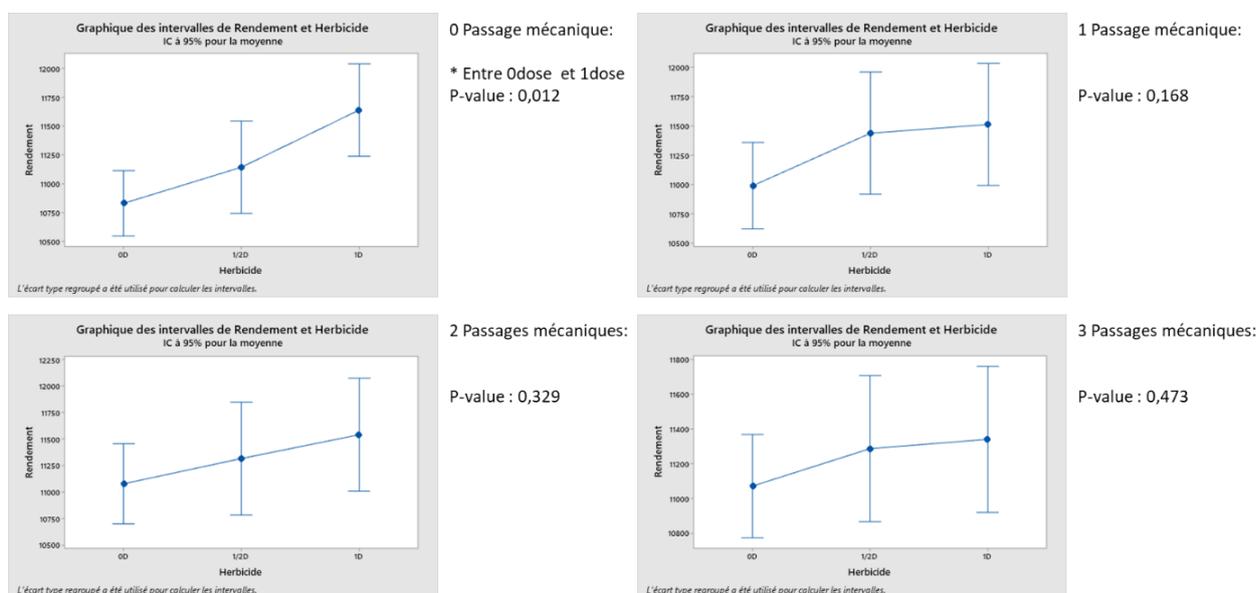


Figure 23. Efficacité de l'herbicide anti-graminées en fonction de l'utilisation de la herse étrille sur le rendement en grains. Essai désherbage 2018-2019.

En ce qui concerne l'impact du désherbage mécanique sur le rendement, les mêmes tendances sont observées (figure 24) : les résultats enregistrés au sein des parcelles témoins, sans application d'herbicide, illustrent l'intérêt que représente le désherbage mécanique pour le rendement. Ces effets sont liés d'une part à la suppression d'adventices (toutes confondues) et d'autre part, à l'effet de ces outils sur la structure du sol : lorsque le sol est « glacé » et refermé à la sortie d'hiver, la réalisation d'un désherbage mécanique peut permettre une aération du sol, favorable au développement des cultures en place ainsi qu'à l'activité de la microfaune sol.

Toutefois l'utilisation du désherbage mécanique reste une opération ayant des impacts sur la culture en place (arrachement de plantes) qu'il faut gérer au mieux grâce à un réglage adapté de l'outil utilisé. Nous remarquons ainsi, sans utilisation d'herbicides, que l'utilisation de la herse étrille a un impact positif sur le rendement lorsqu'il est réalisé mais que si l'intensité d'utilisation de l'outil est poussée, cet

effet s'atténue. Cette observation confirme d'autres expérimentations déjà menées à Gembloux, qui mettent en évidence l'impact négatif que peut avoir une utilisation trop agressive, trop fréquente ou encore réalisée à des stades trop avancés de la culture en place (après le 1^{er} nœud pour le cas d'une céréale) d'un désherbage mécanique.

Les modalités concernées par l'utilisation de la herse étrille montrent les mêmes tendances que pour l'analyse de l'effet de l'anti-graminées, à savoir une atténuation de l'effet de chaque méthode par la dilution de leur impact.

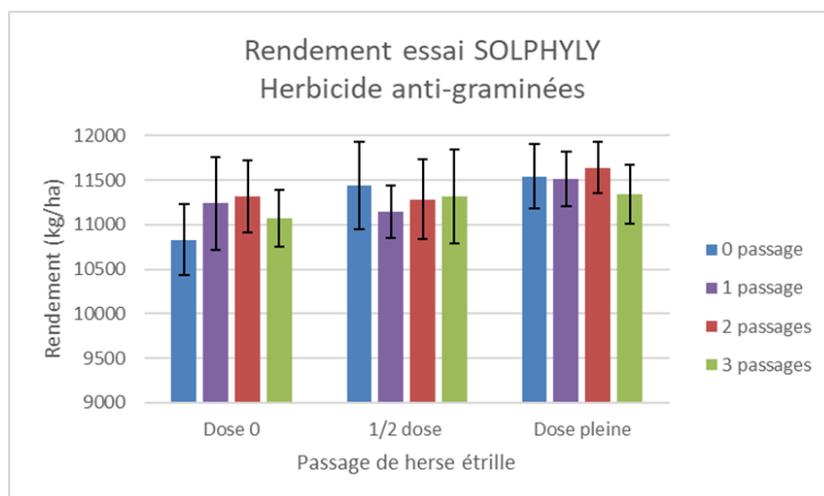


Figure 24. Résultats rendement au sein des modalités concernées l'utilisation de la herse étrille croisée à l'anti-graminées (en kg de grains par hectare), essai désherbage 2018-2019.

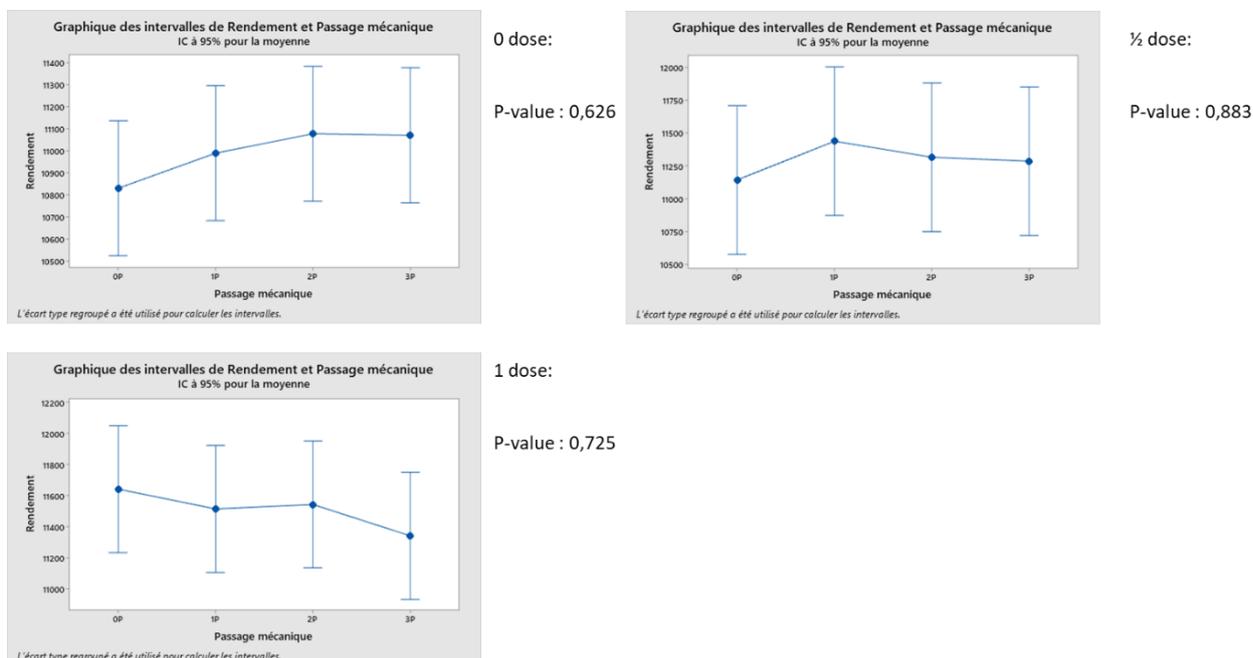


Figure 25. Efficacité de l'utilisation de la herse étrille en fonction de l'utilisation de l'anti-graminées sur le rendement en grain. Essai désherbage 2018-2019.

Rendements au sein des modalités en lien avec la gestion des dicotylées

Les tendances observées à la récolte au sein des modalités concernées par l'utilisation de l'anti-dicotylées sont moins marquées que pour la précédente thématique, à l'image des résultats enregistrés par le recensement des adventices (figure 26).

De manière générale, nous remarquons également le niveau de rendement moyen de ces parcelles, nettement plus faible que ceux recensés par la thématique sur les graminées. Cette observation est à l'image des parcelles témoins de la partie précédente et découle de la sélectivité des techniques de désherbage, tant mécanique que chimique. Les recensements d'adventices mettent bien en évidence l'infestation importante de graminées au sein des parcelles de cette thématique. L'intérêt de l'utilisation de Biathlon Duo® est très faible voire absente pour le rendement, à l'exception des parcelles n'ayant pas été concernées par le désherbage mécanique (figure 27).

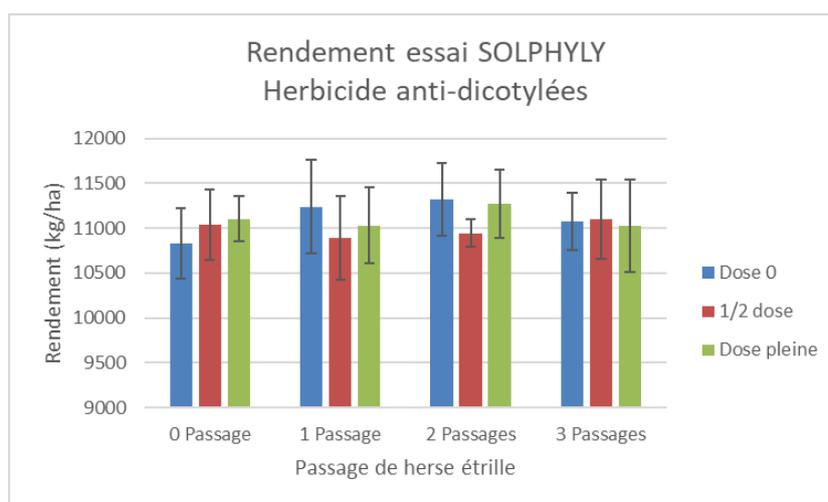


Figure 26. Résultats rendement au sein des modalités concernées par l'application de l'anti-dicotylées (en kg de grains par hectare), essai désherbage 2018-2019.

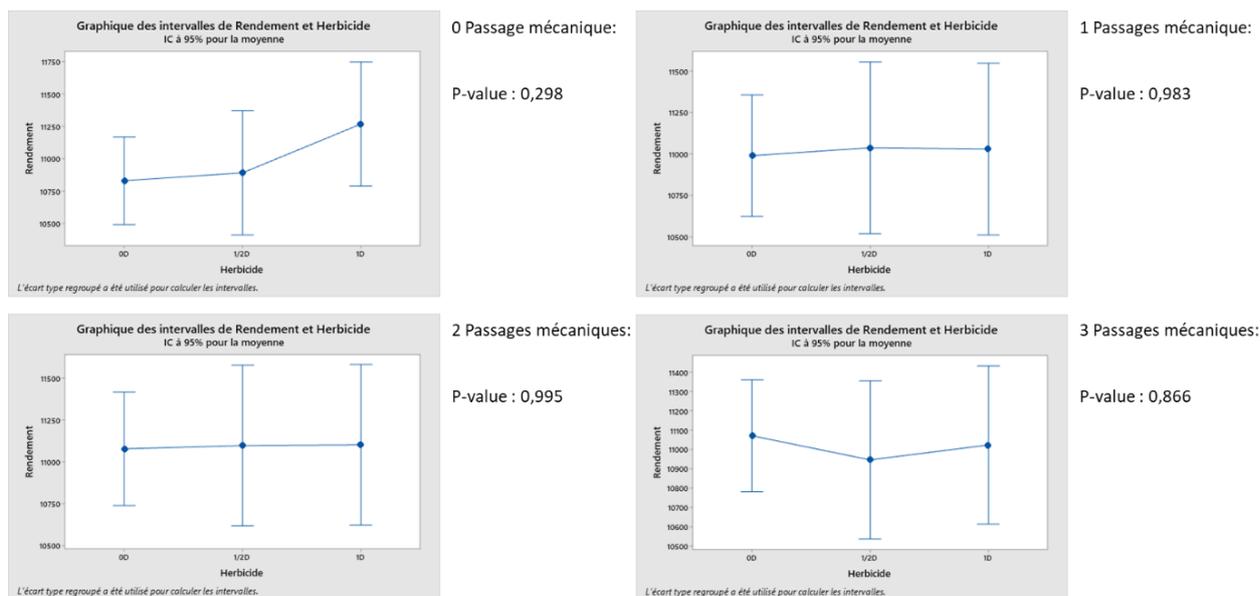


Figure 27. Efficacité de l'herbicide anti-graminées en fonction de l'utilisation de la herse étrille sur le rendement en grains. Essai désherbage 2018-2019.

En ce qui concerne l'utilisation de la herse étrille, les observations montrent à nouveau un intérêt marqué essentiellement au sein des parcelles sans désherbage chimique et ce, même si l'efficacité de ce dernier n'était pas optimale. Les tendances générées rejoignent les précédentes sur l'impact positif ou négatif que peut avoir l'utilisation d'outil de désherbage mécanique (figure 28 et figure 29).

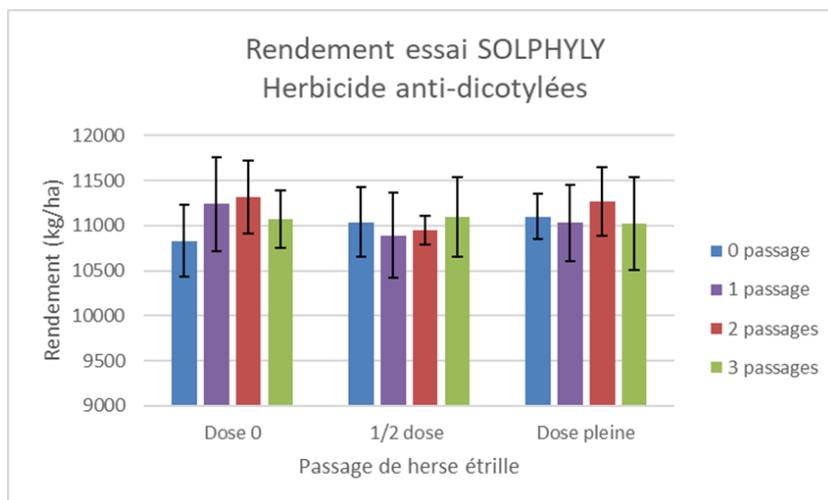


Figure 28 : Résultats rendement au sein des modalités concernées par l'utilisation de la herse étrille croisée à l'anti-dicotylées (en kg de grains par hectare), essai désherbage 2018-2019.

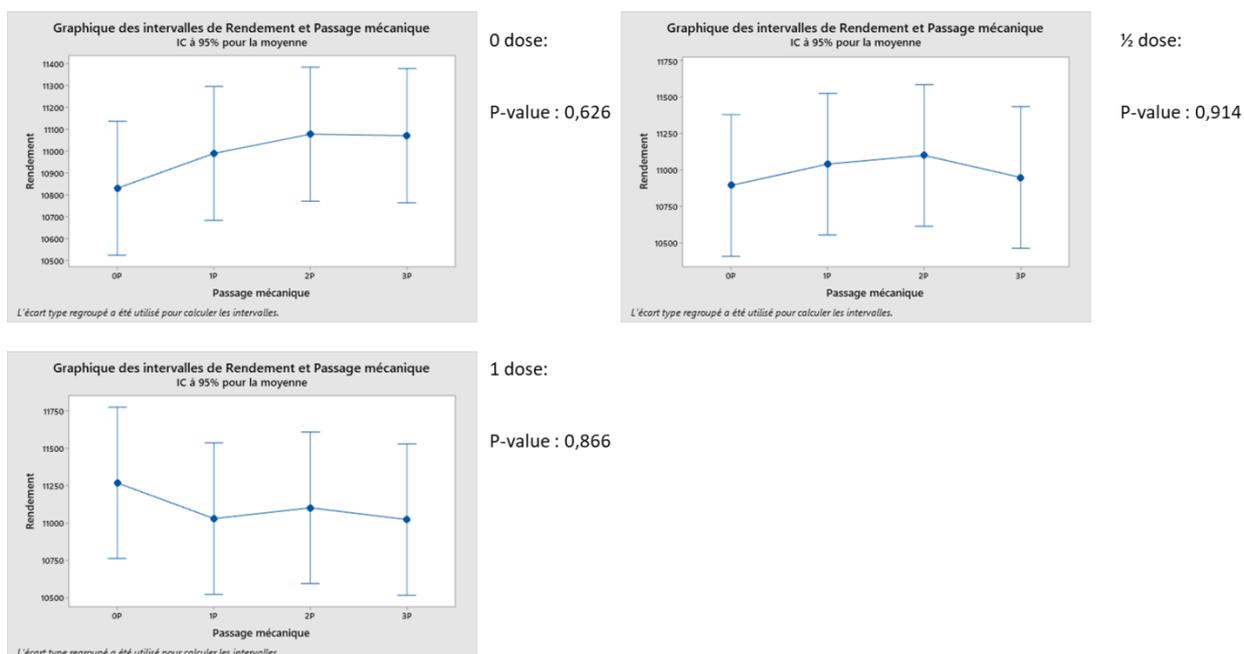


Figure 29 : Efficacité de l'utilisation de la herse étrille en fonction de l'utilisation de l'anti-dicotylées sur le rendement en grains. Essai désherbage 2018-2019.

Synthèse des observations de rendement : impact du désherbage mécanique et chimique sur le rendement de la culture de froment d'hiver

Les résultats mettent en avant l'intérêt positif que représente chaque technique pour la gestion des adventices et l'impact occasionné sur le rendement. Nous remarquons un effet positif pour chaque méthode, s'atténuant ou se complétant lorsque les deux techniques sont croisées (tableau 20).

Tableau 20. Impact des techniques de désherbage mécanique et/ou chimique sur le rendement moyen par rapport au témoin. Le rendement moyen des témoins (case blanche) est exprimé en kg de grains.ha⁻¹, tout comme les gains repris dans chacune des cases, propres à chaque modalité. Essai désherbage 2018-2019.

	Anti gram Axial			Anti dicot Biathlon duo		
	0	1/2	1	0	1/2	1
0 Passage	Témoin 10830	+ 608	+ 711	Témoin 10830	+ 207	+ 272
1 Passage	+ 408	+ 313	+ 682	+ 408	+ 61	+ 199
2 Passages	+ 491	+ 456	+ 810	+ 491	+ 116	+ 438
3 Passages	+ 241	+ 486	+ 510	+ 241	+ 267	+ 193

5.4. Discussions

Les résultats présentés pour cette partie du projet, en lien avec le désherbage des cultures par l'utilisation du désherbage mécanique, couplé ou non à un herbicide chimique font apparaître de nombreux enseignements. Toutefois, la réalisation de ces essais impose de nombreuses contraintes liées à l'expérimentation et donnent lieu à une variabilité spatiale des observations très importante.

Cette variabilité limite la facilité de traitement des données et suggère à revoir la méthode de traitement statistique. Une méthode plus adaptée se construit avec l'aide du service de statistique appliquée de la faculté de Gembloux afin d'analyser plus en profondeur et ressortir au mieux les impacts de ces techniques de désherbage.

Les résultats illustrent l'efficacité observée pour l'année culturale 2018-2019. Comme développé dans les précédentes parties, ces observations et interprétations seront affinées et complétées dans la poursuite de ce projet.

Il est également important de souligner les limites de ces résultats issus d'une expérimentation d'une seule année et réalisé dans des parcelles de culture conduites depuis de nombreuses années selon des règles de bonnes pratiques agricoles (ne présentant pas de stock semencier particulièrement important). Les conditions climatiques observées lors du printemps 2019 ont permis de réaliser les opérations de désherbage mécanique en respectant les règles de base. Ces règles concernent la praticabilité des parcelles, avoir des périodes sans précipitations et de préférence légèrement venteuse avant mais surtout dans les 24 à 48 heures après le passage d'outil et le tout en accord avec des stades végétatifs de la céréale entre le tallage et le 1^{er} nœud. Toutefois, ces conditions ne sont pas toujours présentes à l'image du printemps 2016 ou encore de l'automne 2019 où aucune céréale n'a pu être désherbée mécaniquement. Ces limites, qui peuvent donc survenir certaines saisons, mettent en évidence l'intérêt et la sécurité que peut représenter le désherbage chimique à demi dose couplé avec des possibilités limitées de désherbage mécanique ou à pleine dose lorsque les conditions rendent impossible les opérations mécaniques.

En ce qui concerne le passé de la majorité des terres agricoles dans nos régions, les pratiques de ces dernières décennies ont permis de gérer et de diminuer le stock semencier présent dans nos sols. Toutefois, les pressions en adventices sont toujours bien présentes et le seraient encore plus si les méthodes ne permettaient plus une gestion optimale de leur développement. Dans une telle évolution d'autres valeurs seraient certainement observées pour nos comptages, sans connaître l'impact sur l'efficacité des techniques.

6. Conclusions

L'année 2019-2020 constitue la deuxième des trois années du projet Sol-Phy-Ly qui ambitionne de contribuer à :

- l'évaluation des flux de produits phytopharmaceutiques (PPP) par lixiviation en plein champ dans les sites équipés de lysimètres;
- la mise au point de méthodes en laboratoire pour le dosage de matières actives (y compris métabolites);
- l'évaluation de l'impact des pratiques culturales (gestion des résidus de récolte) sur la dégradation des matières actives par le sol et leur flux vers les eaux souterraines;
- la proposition de recommandations en ce compris l'évaluation environnementale du glyphosate et
- la proposition d'alternatives.

Le partenaire Gembloux Agro-Bio Tech « Sol » a ainsi pu collecter et préparer les échantillons d'eau et de sol (prélevés à Gembloux et en Hesbaye) en vue de leur analyse par le partenaire CRA-W. En outre, il a assuré la coordination du projet et l'interprétation agronomique des résultats analytiques.

Enfin, le partenaire Gembloux Agro-Bio Tech « Phytotechnie » a mis en œuvre une deuxième expérimentation dédiée à la recherche d'alternatives au désherbage chimique des céréales et a assuré le suivi phytotechnique de la plateforme expérimentale Sol-Résidus.

Au cours de cette deuxième année, les résultats de l'expérimentation 'glyphosate' entamée en 2018 sur la plateforme Sol-Résidus de Gembloux Agro-Bio Tech ont pu être complètement interprétés. En outre, des observations menées sur une des parcelles situées en Hesbaye ont complétés ces travaux. Il en ressort (i) que le glyphosate et son métabolite, l'AMPA, sont très vite dégradés dans le sol et (ii) qu'ils ne sont pas entraînés en profondeur par l'eau de percolation.

En 2019, une expérimentation dédiée à la bentazone a été menée sur ce même site expérimental. Dans les conditions de cette expérimentation, aucune trace de cette matière active n'a été détectée dans l'eau récoltée à l'exutoire des lysimètres. Cependant, sur une des parcelles situées en Hesbaye, un traitement réalisé en 2017 a donné lieu à une faible concentration (19 ng.L^{-1}) dans l'eau à deux mètres de profondeur. En conclusion, dans un contexte de faible pluviométrie et de sol profond, l'usage de bentazone ne conduit pas à un dépassement de la norme de potabilité dans l'eau qui percole vers l'aquifère.

Le suivi de la concentration en glyphosate et bentazone dans le sol sur la plateforme expérimentale Sol-Résidus a livré des résultats contrastés en ce qui concerne l'impact du travail du sol (labour ou travail simplifié) et de la gestion des pailles de céréales (enfouissement ou exportation). A ce stade et vu l'ancienneté (2008) du dispositif, il n'est pas encore possible de déterminer un itinéraire agronomique plus favorable à la qualité de l'eau.

Les résultats enregistrés cette deuxième année ont à nouveau mis en évidence une certaine concordance entre les traitements réalisés et les résidus observés dans le sol et dans l'eau, confirmant ainsi la pertinence de l'outil lysimétrique en matière d'observation des flux de substances actives et, le cas échéant, de prévention de la contamination des eaux souterraines.

Enfin, en matière de désherbage des céréales, les résultats des expérimentations croisées 'chimique et/ou mécanique' ont mis en évidence un intérêt pour une combinaison des deux techniques (réduction de dose d'herbicide et traitement mécanique) dans les conditions 'sèches' du printemps 2019.

7. Programme d'activités 2020-2021

7.1. Workpackage 2 : « parcelles en Hesbaye »

Les contacts seront entretenus avec les agriculteurs exploitant ces parcelles afin d'enregistrer les traitements phytosanitaires réalisés. De plus, des échantillons de sol et d'eau seront prélevés aux moments opportuns en vue du dosage des substances actives et métabolites.

7.2. Workpackage 3 : « Sol-Résidus »

La culture de froment en place pour l'année culturale 2020, fera l'objet de divers traitements herbicides et fongicides (triazoles, SDHI). Ces matières actives seront suivies dans le sol au cours de l'année et recherchées dans l'eau au cours de l'hiver prochain.

Une CIPAN sera installée après le récolte de froment. Et betterave au printemps

7.3. Workpackage 4 : Développement de méthodes d'analyse et analyse des échantillons

Un suivi des PPP dans les sols de la parcelle sol-résidus et dans les parcelles de Hesbaye sera réalisé durant l'été, comme au cours des deux dernières années. Lors de l'hiver prochain, un suivi des teneurs en PPP dans les eaux de collectes des lysimètres sera également effectué.

Afin d'affiner les résultats présentés et de s'assurer de la validité de ceux-ci, les échantillons sur lesquels il y a des interrogations seront réanalysés. Cela nous permettra également d'avoir une idée de la stabilité au stockage des échantillons et donc de définir une durée de conservation.

Un développement envisagé est la réalisation de colonnes de sol non remaniés sur lesquelles serait apporté de la bentazone afin d'évaluer en laboratoire, en conditions contrôlées, les mouvements de la bentazone. En effet, sur les essais réalisés en plein champ, de la bentazone a été mesurée dans l'horizon 60-90 cm, 8 jours après épandage sans pluie. L'hypothèse est qu'elle s'est déplacée par diffusion dans l'eau liée du sol. Des essais en condition contrôlées permettraient de vérifier cette hypothèse.

A plus long terme, l'interdiction progressive des triazoles pousse les agriculteurs à se tourner vers de nouveaux fongicides. Les SDHI sont une de ces alternatives. C'est pourquoi nous envisageons de développer une nouvelle méthode permettant l'analyse de plusieurs SDHI, d'abord dans l'eau puis dans le sol. De plus les SDHI sont une classe de composés soulevant de nombreuses interrogations dans la société et pour laquelle il est important que nous ayons rapidement des données et des connaissances.

8. Bibliographie

Actualisation des données et des indicateurs pesticides en vue de la présentation dans les rapports sur l'état de l'environnement wallon Applied microbiology – Phytopathology (ELIM-ELI-UCL) Earth and Life Institute Université catholique de Louvain. 2015. 139 pages
[https://www.crphyto.be/sites/default/files/kcfinder/files/CRP_5_CORDER_ELIM_ELI_UCL_2015-1\(2\).pdf](https://www.crphyto.be/sites/default/files/kcfinder/files/CRP_5_CORDER_ELIM_ELI_UCL_2015-1(2).pdf)

Bento C., Yang X., Gort G., Xue S., van Dam R., Zomer P., Mol H., Ritsema C., Geissen V., 2016, Persistence of glyphosate and aminomethylphosphonic acid in loess soil under different combinations of temperature, soil moisture and light/darkness, Sci Total Environ 572: 301-311.

CORDER asbl, Comité Régional Phyto et Applied microbiology – Phytopathology (ELIM-ELI-UCL), 2017. Estimation quantitative des utilisations de produits phytopharmaceutiques par les différents secteurs d'activité. 169p.

Direction de l'Etat Environnemental, 2017. Rapport sur l'état de l'environnement wallon 2017. 368 p.
<http://etat.environnement.wallonie.be/home.html>

Ellegaard-Jensen, L., Horemans, B., Raes, B. et al., 2017. Groundwater contamination with 2,6-dichlorobenzamide (BAM) and perspectives for its microbial removal. Appl Microbiol Biotechnol 101: 5235. <https://doi.org/10.1007/s00253-017-8362-x>

EU SANTE/11813/2017 Analytical quality control and method validation procedures for pesticides residues analysis in food and feed.
https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/plant/docs/pesticides_mrl_guidelines_wrkdoc_2017-11813.pdf
(Access on September 20, 2018)

Gustafson D.I., 1989. Groundwater Ubiquity Score: a simple method for assessing pesticide leachability. Environ. Toxicol. Chem. 8, 339-357

SPW (2019). Etat des nappes d'eau souterraine de Wallonie. Edition : Service public de Wallonie, Belgique. Dépôt légal **D/2019/11802/08** <http://environnement.wallonie.be/de/eso/atlas/>



9. Résultats analytiques complets

9.1. Teneurs en glyphosate dans les sols des parcelles de l'essai SolRésidus

Tableau 1. Teneurs en glyphosate dans les parcelles de l'essai sol-résidus à l'automne 2018

date	horizon	NL R out		L R out		NL R in		L R in	
		glyphosate (mg.kg ⁻¹)	AMPA (mg.kg ⁻¹)						
16/08/18	0-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	0-10	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Application de glyphosate le 21/08/2018 (5L.ha ⁻¹ à 360 g.L ⁻¹)									
23/08/18	0-10	0.42	0.07	0.54	0.05	0.11	0.11	0.36	0.08
	10-20	0.07	<LOQ	0.12	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.22	0.06
	20-30	<LOQ	<LOQ	0.06	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.17	0.05
31/08/18	0-10	0.12	0.05	0.14	0.06	0.09	0.1	0.09	0.08
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.07
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
6/09/18	0-10	0.08	0.05	0.111	0.07	0.09	0.12	0.11	0.09
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.05
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	30-60	0.06	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
14/09/18	0-30	0.04	<LOQ	0.04	0.08	<LOQ	0.08	<LOQ	0.07
	30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
21/09/18	0-30	0.04	<LOQ	0.05	0.09	<LOQ	0.08	<LOQ	0.08
	30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
1/10/18	0-30	0.04	0.05	0.04	0.08	<LOQ	0.08	<LOQ	0.07
	30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ

Tableau 2. Teneurs en glyphosate dans les parcelles en non labour de l'essai SolRésidus au printemps 2019

date	horizon (cm)	NL R out		NL R in		date	horizon (cm)	NL R out		NL R in		
		glyphosate (mg.kg ⁻¹)	AMPA (mg.kg ⁻¹)	glyphosate (mg.kg ⁻¹)	AMPA (mg.kg ⁻¹)			glyphosate (mg.kg ⁻¹)	AMPA (mg.kg ⁻¹)	glyphosate (mg.kg ⁻¹)	AMPA (mg.kg ⁻¹)	
27/03/19	0-10	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.06	31/05/19	0-10	0.10	0.07	0.09	0.12	
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
Application de glyphosate le 28/03/2019 (5L.ha ⁻¹ à 360 g.L ⁻¹)							30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
28/03/19	0-10	0.54	0.06	0.56	0.13	6/06/19	0-10	0.14	0.11	0.08	0.11	
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
							30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
3/04/19	0-10	0.51	0.07	0.46	0.15	17/06/19	0-10	0.08	0.08	0.09	0.16	
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		10-20	0.05	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
							30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
10/04/19	0-10	0.5	0.15	0.42	0.22	25/06/19	0-10	0.09	0.12	0.07	0.17	
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.05	
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
	30-40	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ							
17/04/19	0-10	0.31	0.11	0.28	0.107	2/07/19	0-10	0.09	0.12	0.07	0.13	
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		10-20	0.05	<LOQ	0.05	0.05	
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
	30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
24/04/19	0-10	0.21	<LOQ	0.18	<LOQ	9/07/19	0-10	0.08	0.11	0.06	0.21	
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
	30-60	0.06	<LOQ	<LOQ	<LOQ							
29/04/19	0-10	0.27	<LOQ	0.18	<LOQ	16/07/19	0-10	0.09	0.12	<LOQ	0.11	
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
							30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
10/05/19	0-10	0.24	0.09	0.16	0.12	24/07/19	0-10	0.05	0.07	0.07	0.13	
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
							30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
16/05/19	0-10	0.10	0.08	0.18	0.08	1/08/19	0-10	<LOQ	0.06	<LOQ	0.11	
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
							30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
24/05/19	0-10	0.11	0.08	0.09	0.11							
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ							
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ							
	30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ							
								Glyphosate LOQ	0.04 mg.kg ⁻¹			
								AMPA LOQ	0.05 mg.kg ⁻¹			

9.2. Concentrations en PPP dans les sols des parcelles de l'essai SolRésidus

Tableau 3. Concentrations en PPP dans le sol de la parcelle Non Labour Résidus Out dans différents horizons au cours du temps

	LOD/LOQ ($\mu\text{g.kg}^{-1}$)	Chloridazon	Clothianidin	Desmedipham	Difenoconazole	Epoxiconazole	Ethofumesate	Flufenacet	Mesotrione	Metamitron	Metconazole	Nicosulfuron	Phenmedipham	Propiconazole	Terbuthylazine	
		3,5/5,8	1,2/2,0	0,4/0,6	0,8/1,7	1,6/2,7	0,7/1,2	0,8/1,3	3,5/5,6	0,5/0,8	0,3/0,5	0,4/0,7	0,5/0,8	0,3/0,6	0,3/0,5	
NLR OUT	29/10/18	0-30 cm	<LOQ	4.2	<LOQ	<LOQ	17.8	3.5	<LOQ	<LOQ	2.0	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.4	<LOQ
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	25/06/19	0-10 cm	<LOQ	6.0	0.7	3.2	31.3	4.2	85.0	27.3	6.3	<LOQ	13.7	2.9	3.2	198.0
		10-20 cm	<LOQ	2.7	<LOQ	<LOQ	23.8	2.9	7.2	5.9	2.5	<LOQ	1.4	2.4	1.1	17.8
		20-30 cm	6.6	<LOQ	<LOQ	<LOQ	13.8	1.9	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.9	2.3	0.6	1.9
	24/07/19	0-10 cm	<LOQ	6.1	<LOQ	3.5	30.6	3.4	25.6	<LOQ	4.8	<LOQ	4.6	2.1	3.3	41.0
		10-20 cm	<LOQ	5.9	<LOQ	1.7	26.9	2.2	2.1	<LOQ	1.3	<LOQ	<LOQ	1.9	1.2	3.1
		20-30 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	18.0	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.5	<LOQ	0.8
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	5.2	<LOQ	33.9	<LOQ	0.8	<LOQ	5.4	<LOQ	<LOQ	55.1
		60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	4.0	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.8	<LOQ	<LOQ	8.2
	30/08/19	0-10 cm	<LOQ	7.5	<LOQ	2.4	34.2	4.3	25.2	<LOQ	5.1	<LOQ	8.7	1.9	3.2	70.4
		10-20 cm	6.6	3.7	<LOQ	<LOQ	23.7	3.0	<LOQ	<LOQ	1.5	<LOQ	<LOQ	1.7	0.6	1.8
		20-30 cm	6.5	<LOQ	<LOQ	<LOQ	15.6	1.9	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.1	<LOQ	1.3
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.2	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	6.1
		60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.4	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	4.1
	26/09/19	0-10 cm	<LOQ	6.9	<LOQ	6.5	33.3	4.2	15.1	<LOQ	6.6	<LOQ	10.2	1.6	3.3	55.0
		10-20 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	23.1	3.3	<LOQ	<LOQ	2.7	<LOQ	<LOQ	2.0	0.6	<LOQ
		20-30 cm	6.1	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.6	<LOQ	<LOQ	1.3	<LOQ	<LOQ
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.6
		60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.7
2/12/19	0-30 cm	<LOQ	2.9	<LOQ	0.7	22.6	3.2	<LOQ	<LOQ	1.1	<LOQ	1.4	1.2	0.7	9.1	
	30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.7	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.5	
	60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
9/03/20	0-10 cm	<LOQ	4.6	<LOQ	2.2	27.1	2.9	1.5	<LOQ	<LOQ	0.5	1.3	2.1	2.2	9.2	
	10-20 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	20.5	2.7	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.9	0.8	0.6	
	20-30 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	9.9	1.2	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.6	<LOQ	
	30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
	60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	

Tableau 4. Concentrations en PPP dans le sol de la parcelle Labour Résidus Out dans différents horizons au cours du temps

	LOD/LOQ ($\mu\text{g.kg}^{-1}$)	Clothianidin	Desmedipham	Difenoconazole	Epoxiconazole	Ethofumesate	Flufenacet	Mesotrione	Metamitron	Metazachlore	Metconazole	Nicosulfuron	Phenmedipham	Propiconazole	Terbutylazine	
		1,2/2,0	0,4/0,6	0,8/1,7	1,6/2,7	0,7/1,2	0,8/1,3	3,5/5,6	0,5/0,8	0,2/0,4	0,3/0,5	0,4/0,7	0,5/0,8	0,3/0,6	0,3/0,5	
LR OUT	29/10/18	0-30 cm	2.9	<LOQ	<LOQ	23.1	4.2	<LOQ	<LOQ	2.0	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.4	<LOQ
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	4.4	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	25/06/19	0-10 cm	5.5	0.9	4.2	27.8	5.4	154.2	49.4	3.5	0.4	<LOQ	20.7	3.9	4.5	344.8
		10-20 cm	6.0	0.9	3.8	27.7	5.0	15.0	6.9	3.9	0.4	<LOQ	2.5	4.2	3.8	35.4
		20-30 cm	2.9	0.7	<LOQ	23.5	3.4	<LOQ	5.6	2.9	<LOQ	<LOQ	1.0	3.3	1.6	3.8
	24/07/19	0-10 cm	5.9	<LOQ	6.0	24.8	5.2	46.9	<LOQ	4.7	<LOQ	<LOQ	4.4	3.5	3.8	64.5
		10-20 cm	4.7	<LOQ	4.4	29.1	5.6	20.9	<LOQ	4.5	<LOQ	<LOQ	2.4	2.9	3.2	34.4
		20-30 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	35.0	2.4	3.2	<LOQ	1.8	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.8	1.0	5.6
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	8.7	<LOQ	19.0	<LOQ	0.9	<LOQ	<LOQ	1.7	0.8	<LOQ	28.0
	30/08/19	60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	7.8	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.9	<LOQ	<LOQ	10.2
		0-10 cm	3.5	<LOQ	3.1	30.5	5.0	34.2	<LOQ	4.3	<LOQ	<LOQ	8.0	2.9	2.6	86.2
		10-20 cm	4.5	<LOQ	4.0	28.3	5.4	2.0	<LOQ	3.4	<LOQ	<LOQ	1.5	2.8	2.5	5.5
		20-30 cm	2.8	<LOQ	<LOQ	31.6	3.3	<LOQ	<LOQ	1.9	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.5	0.8	4.0
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	4.8	<LOQ	3.1	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	7.7
	26/09/19	60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.9
		0-10 cm	4.9	<LOQ	2.6	25.5	4.2	34.6	<LOQ	5.0	<LOQ	<LOQ	9.0	2.8	2.8	85.8
		10-20 cm	4.1	<LOQ	2.0	29.8	3.5	9.3	<LOQ	4.1	<LOQ	<LOQ	2.7	2.3	2.4	29.7
		20-30 cm	2.3	<LOQ	<LOQ	29.9	3.4	<LOQ	<LOQ	3.2	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.3	1.1	1.3
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	4.0	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.6
	2/12/19	60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.0	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	3.0
0-30 cm		3.2	<LOQ	2.1	26.8	3.4	<LOQ	<LOQ	1.1	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.9	1.0	9.3	
30-60 cm		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.5	
9/03/20	60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.7	
	0-10 cm	3.0	<LOQ	<LOQ	21.8	3.1	<LOQ	<LOQ	2.5	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.3	1.5	2.5	
	10-20 cm	2.6	<LOQ	<LOQ	20.4	4.1	1.7	<LOQ	3.5	<LOQ	0.6	0.7	2.9	2.7	9.7	
	20-30 cm	3.4	<LOQ	<LOQ	21.4	4.3	<LOQ	<LOQ	2.7	<LOQ	<LOQ	0.7	<LOQ	1.3	4.9	
	30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.5		

Tableau 5. Concentrations en PPP dans le sol de la parcelle Non Labour Résidus In dans différents horizons au cours du temps

		Chloridazon	Clothianidin	Desmedipham	Difenoconazole	Epoxiconazole	Ethofumesate	Flufenacet	Mesotrione	Metamitron	Nicosulfuron	Phenmedipham	Propiconazole	Terbutylazine	
LOD/LOQ (µg.kg ⁻¹)		3,5/5,8	1,2/2,0	0,4/0,6	0,8/1,7	1,6/2,7	0,7/1,2	0,8/1,3	3,5/5,6	0,5/0,8	0,4/0,7	0,5/0,8	0,3/0,6	0,3/0,5	
NLR IN	29/10/18	0-30 cm	<LOQ	2.1	<LOQ	<LOQ	16.0	3.4	<LOQ	<LOQ	1.5	<LOQ	<LOQ	1.2	<LOQ
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	4.1	1.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	25/06/19	0-10 cm	<LOQ	6.1	0.8	3.8	27.7	3.9	64.9	30.4	6.9	11.7	3.9	3.9	140.8
		10-20 cm	<LOQ	3.1	<LOQ	<LOQ	22.7	2.7	<LOQ	6.1	2.5	0.8	2.9	1.4	1.7
		20-30 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	14.3	1.6	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.9	2.0	<LOQ	3.0
	24/07/19	0-10 cm	<LOQ	3.5	<LOQ	2.9	28.3	2.6	15.2	<LOQ	4.0	3.8	1.9	2.8	32.7
		10-20 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	24.8	1.4	<LOQ	<LOQ	1.0	<LOQ	1.4	<LOQ	1.8
		20-30 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	11.5	1.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.3	<LOQ	<LOQ
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.9	<LOQ	8.7	<LOQ	<LOQ	1.6	<LOQ	<LOQ	15.7
	30/08/19	60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.6	<LOQ	<LOQ	0.8	<LOQ	<LOQ	3.7
		0-10 cm	<LOQ	5.5	<LOQ	<LOQ	25.8	3.2	2.0	<LOQ	3.3	6.6	1.6	1.9	19.8
		10-20 cm	5.8	3.1	<LOQ	<LOQ	14.5	2.2	<LOQ	<LOQ	0.8	<LOQ	1.2	<LOQ	0.9
		20-30 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	6.4	<LOQ	2.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.3	<LOQ	6.0
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.8
	26/09/19	60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.3
		0-10 cm	<LOQ	5.2	<LOQ	<LOQ	26.2	3.4	3.9	<LOQ	4.5	6.2	1.7	2.4	35.0
		10-20 cm	<LOQ	2.8	<LOQ	<LOQ	16.2	2.5	<LOQ	<LOQ	2.1	<LOQ	1.6	<LOQ	<LOQ
		20-30 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	8.8	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.6	<LOQ	1.1	<LOQ	<LOQ
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	4/12/19	60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
		0-30 cm	<LOQ	3.5	<LOQ	<LOQ	15.5	2.1	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.2	<LOQ	3.0
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	9/03/20	60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
		0-10 cm	<LOQ	2.4	<LOQ	<LOQ	14.6	1.8	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.9	1.4	1.5	6.0
10-20 cm		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	12.0	1.8	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.2	0.6	0.4	
20-30 cm		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	8.0	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.2	
30-60 cm		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.2	
60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.3		

Tableau 6. Concentrations en PPP dans le sol de la parcelle Labour Résidus In dans différents horizons au cours du temps

		Chloridazon	Clothianidin	Desmedipham	Difenoconazole	Epoxiconazole	Ethofumesate	Flufenacet	Mesotrione	Metamitron	Metazachlore	Nicosulfuron	Phenmedipham	Propiconazole	Terbutylazine	
		LOD/LOQ ($\mu\text{g.kg}^{-1}$)	3,5/5,8	1,2/2,0	0,4/0,6	0,8/1,7	1,6/2,7	0,7/1,2	0,8/1,3	3,5/5,6	0,5/0,8	0,2/0,4	0,4/0,7	0,5/0,8	0,3/0,6	0,3/0,5
LR IN	29/10/18	0-30 cm	<LOQ	2.9	<LOQ	<LOQ	20.2	3.7	<LOQ	<LOQ	2.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.3	0.9
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	3.7	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	25/06/19	0-10 cm	<LOQ	5.5	<LOQ	2.7	22.1	4.3	138.4	32.5	4.2	0.4	18.6	3.0	2.1	289.6
		10-20 cm	7.1	4.4	0.7	1.9	21.9	3.1	30.4	10.4	2.4	<LOQ	3.4	2.9	1.7	62.5
		20-30 cm	<LOQ	3.0	<LOQ	<LOQ	23.0	1.5	2.0	6.1	<LOQ	<LOQ	1.0	1.7	0.8	6.5
	24/07/19	0-10 cm	<LOQ	2.8	<LOQ	3.6	19.5	3.2	64.3	<LOQ	3.7	<LOQ	5.6	2.6	2.5	92.1
		10-20 cm	<LOQ	3.5	<LOQ	3.2	22.6	3.3	25.2	<LOQ	2.8	<LOQ	2.1	2.1	1.8	38.4
		20-30 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	24.4	1.7	1.1	<LOQ	1.3	<LOQ	<LOQ	1.4	0.5	2.0
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	3.5	<LOQ	15.5	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.5	<LOQ	<LOQ	23.5
	30/08/19	60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	13.7	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.7	<LOQ	<LOQ	18.8
		0-10 cm	<LOQ	3.9	<LOQ	2.1	20.5	3.3	17.9	<LOQ	3.4	<LOQ	3.9	2.1	1.7	67.4
		10-20 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	21.4	2.6	10.5	<LOQ	2.7	<LOQ	3.0	1.8	1.1	19.7
		20-30 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	21.6	1.3	<LOQ	<LOQ	0.8	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.5
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	3.6	<LOQ	9.6	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.1	<LOQ	<LOQ	19.2
	26/09/19	60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.8	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	5.0
		0-10 cm	<LOQ	4.0	<LOQ	3.0	20.2	2.9	36.9	<LOQ	4.6	<LOQ	8.3	2.3	2.2	97.8
		10-20 cm	<LOQ	2.7	<LOQ	2.0	21.6	3.1	1.6	<LOQ	3.2	<LOQ	0.9	1.8	1.4	3.3
		20-30 cm	<LOQ	1.6	<LOQ	<LOQ	25.0	2.6	<LOQ	<LOQ	2.9	<LOQ	<LOQ	1.6	1.4	0.6
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.7	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	3.1
	4/12/19	60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.0	<LOQ	1.6	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.8
		0-30 cm	<LOQ	1.6	<LOQ	<LOQ	17.3	2.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	1.2	<LOQ	5.7
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	4.8	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.5
	9/03/20	60-90 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
		0-10 cm	<LOQ	2.8	<LOQ	<LOQ	19.1	3.2	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.1	1.7	4.1
		10-20 cm	<LOQ	3.3	<LOQ	<LOQ	21.1	3.4	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	2.5	2.0	8.8
		20-30 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	16.8	1.4	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.7	4.4
		30-60 cm	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ

9.3. Teneurs en PPP dans les sols des parcelles de Hesbaye

Tableau 7. Concentrations en PPP de la parcelle Bovenistier

		Bovenistier															
		16/10/2018				19/07/2019				21/10/2019				2/12/2019			
concentration ($\mu\text{g.kg}^{-1}$)	LOD/LOQ	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m ⁻²	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m ⁻²	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m ⁻²	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m ⁻²
2,6 dichlorobenzamide	0,6/1,0	2.1	1.6	1.0	2.0	2.4	1.2	<LOQ	1.5	1.8	<LOQ	<LOQ	0.7	1.4	1.1	<LOQ	1.1
Clomazone	0,9/1,5	5.3	7.9	7.5	9.1	2.8	<LOQ	<LOQ	1.1	2.3	<LOQ	<LOQ	0.9	1.8	<LOQ	<LOQ	0.7
Clothianidin	1,2/2,0	1.7	<LOQ	<LOQ	0.7	2.1	<LOQ	<LOQ	0.8	<LOQ	<LOQ	<LOQ		<LOQ	<LOQ	<LOQ	
Difenoconazole	0,8/1,7	<LOQ	<LOQ	<LOQ		2.5	<LOQ	<LOQ	1.0	4.7	<LOQ	<LOQ	1.9	4.0	0.5	<LOQ	1.9
Dimethenamid-p	0,6/1,0	<LOQ	<LOQ	<LOQ		8.5	2.3	<LOQ	4.5	1.6	<LOQ	<LOQ	0.7	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
Epoxiconazole	1,6/2,7	10.3	5.8	4.8	8.9	11.1	<LOQ	<LOQ	4.5	11.6	<LOQ	<LOQ	4.7	8.8	<LOQ	<LOQ	3.6
Ethofumesate	0,7/1,2	6.7	8.9	7.6	10.1	11.5	3.8	<LOQ	6.4	7.3	<LOQ	<LOQ	3.0	3.5	<LOQ	<LOQ	1.4
Metamitron	0,5/0,8	<LOQ	<LOQ	<LOQ		8.0	3.8	<LOQ	4.9	5.0	1.7	1.3	3.4	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
Metolachlor	0,4/0,6	18.9	29.7	29.3	34.2	38.9	10.2	1.8	21.2	13.7	1.2	<LOQ	6.1	7.0	0.9	<LOQ	3.2
Phenmedipham	0,5/0,8	<LOQ	<LOQ	<LOQ		9.3	4.9	1.1	6.5	4.2	0.8	<LOQ	2.1	1.9	<LOQ	<LOQ	0.8

Tableau 8. Concentrations en PPP de la parcelle Chemin de fer

		Chemin de fer															
		16/10/2018				19/07/2019				21/10/2019				2/12/2019			
concentration ($\mu\text{g.kg}^{-1}$)	LOD/LOQ	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m ⁻²	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m ⁻²	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m ⁻²	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m ⁻²
2,6 dichlorobenzamide	0,6/1,0	0.8	<LOQ	<LOQ	0.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ		1.9	<LOQ	<LOQ	0.8	2.0	<LOQ	<LOQ	0.8
Clomazone	0,9/1,5	3.4	<LOQ	<LOQ	1.4	6.1	3.1	<LOQ	3.9	3.5	<LOQ	<LOQ	1.4	2.8	<LOQ	<LOQ	1.1
Clothianidin	1,2/2,0	2.6	<LOQ	<LOQ	1.0	4.6	3.2	<LOQ	3.3	5.6	<LOQ	<LOQ	2.3	5.3	<LOQ	<LOQ	2.2
Desmedipham	0,4/0,6	1.9	1.6	0.9	1.9	1.2	<LOQ	<LOQ	0.5	<LOQ	<LOQ	<LOQ		<LOQ	<LOQ	<LOQ	
Difenoconazole	0,8/1,7	3.2	6.7	2.6	5.5	24.8	10.9	3.3	16.4	11.8	<LOQ	<LOQ	4.8	20.5	<LOQ	<LOQ	8.3
Dimethenamid-p	0,6/1,0	<LOQ	<LOQ	<LOQ		<LOQ	<LOQ	<LOQ		<LOQ	<LOQ	<LOQ		<LOQ	<LOQ	<LOQ	
Epoxiconazole	1,6/2,7	17.0	10.4	4.7	13.7	18.1	6.6	<LOQ	10.3	13.1	<LOQ	<LOQ	5.3	13.0	<LOQ	<LOQ	5.3
Ethofumesate	0,7/1,2	6.5	2.8	3.7	5.6	5.2	1.4	<LOQ	2.8	4.7	<LOQ	<LOQ	1.9	3.8	<LOQ	<LOQ	1.5
Flufenacet	0,8/1,3	<LOQ	<LOQ	<LOQ		16.5	7.5	4.2	12.0	3.7	<LOQ	<LOQ	1.5	4.3	<LOQ	<LOQ	1.7
Metamitron	0,5/0,8	7.2	3.7	7.6	8.0	3.6	1.0	<LOQ	1.9	4.5	<LOQ	<LOQ	1.8	1.7	<LOQ	<LOQ	0.7
Metolachlor	0,4/0,6	29.4	8.6	12.8	21.5	12.5	4.2	0.00	6.9	9.2	1.2	<LOQ	4.3	7.1	1.2	<LOQ	3.4
Phenmedipham	0,5/0,8	2.1	<LOQ	<LOQ	0.9	3.1	1.6	0.9	2.4	1.7	<LOQ	<LOQ	0.7	1.2	<LOQ	<LOQ	0.5

Tableau 9. Concentrations en PPP de la parcelle Sole 4

		Sole 4																			
		29/10/2018				27/03/2019				19/07/2019				21/10/2019				2/12/2019			
concentration ($\mu\text{g.kg}^{-1}$)	LOD/LOQ	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m^{-2}	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m^{-2}	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m^{-2}	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m^{-2}	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m^{-2}
2,6 dichlorobenzamide	0,6/1,0	1.4	<LOQ	<LOQ	0.6	<LOQ	<LOQ	<LOQ		1.4	<LOQ	<LOQ	0.6	<LOQ	<LOQ	<LOQ		1.3	<LOQ	<LOQ	0.5
Clothianidin	1,2/2,0	6.4	<LOQ	<LOQ	2.6	<LOQ	<LOQ	<LOQ		4.7	<LOQ	<LOQ	1.9	4.4	<LOQ	<LOQ	1.8	3.8	<LOQ	<LOQ	1.5
Difenoconazole	0,8/1,7	2.7	3.7	<LOQ	2.8	4.8	<LOQ	<LOQ	2.0	5.7	2.6	<LOQ	3.5	3.1	<LOQ	<LOQ	1.3	2.8	<LOQ	<LOQ	1.1
Epoxiconazole	1,6/2,7	19.0	7.2	2.9	12.2	15.5	<LOQ	2.9	7.6	16.4	6.7	<LOQ	9.7	11.2	<LOQ	<LOQ	4.5	9.4	<LOQ	<LOQ	3.8
Ethofumesate	0,7/1,2	5.0	2.2	1.3	3.6	4.6	<LOQ	<LOQ	1.9	4.5	1.8	<LOQ	2.6	6.4	<LOQ	<LOQ	2.6	2.6	<LOQ	<LOQ	1.0
Metamitron	0,5/0,8	2.3	<LOQ	<LOQ	0.9	1.3	<LOQ	<LOQ	0.5	1.8	<LOQ	<LOQ	0.7	2.8	<LOQ	<LOQ	1.1	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
Metolachlor	0,4/0,6	0.9	<LOQ	<LOQ	0.4	0.9	<LOQ	<LOQ	0.3	7.0	3.0	<LOQ	4.2	2.4	<LOQ	<LOQ	1.0	1.7	<LOQ	<LOQ	0.7
Phenmedipham	0,5/0,8	<LOQ	<LOQ	<LOQ		1.7	<LOQ	<LOQ	0.7	2.5	1.6	0.9	2.1	5.5	<LOQ	<LOQ	2.2	1.9	<LOQ	<LOQ	0.8
Propiconazole	0,3/0,6	7.7	1.9	0.7	4.3	5.1	0.8	0.6	2.7	5.8	2.3	0.7	3.7	3.5	0.8	<LOQ	1.8	2.3	<LOQ	<LOQ	0.9
Terbuthylazine	0,3/0,5	1.1	0.6	<LOQ	0.7	0.7	<LOQ	<LOQ	0.3	0.9	0.6	<LOQ	0.6	<LOQ	<LOQ	<LOQ		<LOQ	<LOQ	<LOQ	

Tableau 10. Concentrations en PPP dans l'eau du lysimètre de la parcelle Sole 4

		Sole 4											LOQ ($\mu\text{g.L}^{-1}$)	
		6/12/19	18/12/19	31/12/19	16/01/20	3/02/20	17/02/20	2/03/20	9/03/20	16/03/20	25/03/20	8/04/20		
Conc. $\mu\text{g.L}^{-1}$	Metazachlor ESA	0.674	0.900	0.550	0.363	0.341	0.263	0.157	0.141	0.093	0.0822	0.170	0.051	
	Metolachlor ESA	0.651	0.643	0.687	0.671	0.665	0.727	0.663	0.657	0.621	0.5948	0.601	0.050	
	Chloridazon	0.006	<LOQ	0.006	<LOQ	0.006	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.006	0.01	0.006
	Desphenyl-chloridazon	19.044	19.940	19.015	20.880	24.306	16.266	15.204	17.290	20.447	24.677	23.723	0.021	
	Epoxiconazole	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.002	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.020	
	Nicosulfuron	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.017	0.015
Volume d'eau à la sortie du lysimètre (L)		26.8	18.46	21.1	12.98	13.48	26.8	26.8	21.2	46.8	11.38	3.48		

Tableau 11. Concentrations en PPP de la parcelle Haute Bova

		Haute Bova																				
		29/10/2018				17/04/2019					19/07/2019				21/10/2019				2/12/2019			
concentration (µg.kg ⁻¹)	LOD/LOQ	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m ⁻²	0-10 cm	10-20 cm	20-30 cm	30-60 cm	mg.m ⁻²	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m ⁻²	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m ⁻²	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm	mg.m ⁻²
Clothianidin	1,2/2,0	7.4	<LOQ	<LOQ		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		8.8	<LOQ	<LOQ	3.6	5.0	<LOQ	<LOQ	2.0	5.2	<LOQ	<LOQ	2.1
Difenoconazole	0,8/1,7	10.7	6.4	<LOQ	7.2	11.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ		8.7	<LOQ	<LOQ	3.5	6.5	<LOQ	<LOQ	2.6	3.9	<LOQ	<LOQ	1.6
Epoxiconazole	1,6/2,7	16.3	4.5	3.2	10.1	29.6	7.6	<LOQ	<LOQ	6.0	19.8	<LOQ	<LOQ	8.0	19.7	<LOQ	<LOQ	8.0	17.8	<LOQ	<LOQ	7.2
Ethofumesate	0,7/1,2	2.8	<LOQ	<LOQ	1.1	3.3	1.2	<LOQ	<LOQ	0.8	1.9	<LOQ	0.00	0.8	1.6	<LOQ	<LOQ	0.7	1.3	<LOQ	<LOQ	0.5
Metamitron	0,5/0,8	1.7	<LOQ	<LOQ	0.7	1.5	<LOQ	<LOQ	<LOQ		1.6	<LOQ	<LOQ	0.7	3.3	1.3	1.2	2.5	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
Metolachlor	0,4/0,6	2.7	1.0	0.7	1.9	3.3	0.6	<LOQ	<LOQ	0.6	1.2	<LOQ	<LOQ	0.5	1.3	<LOQ	<LOQ	0.5	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
Phenmedipham	0,5/0,8	1.0	<LOQ	<LOQ	0.4	3.6	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.5	2.5	0.9	0.9	1.8	1.7	<LOQ	<LOQ	0.7	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
Propiconazole	0,3/0,6	1.4	<LOQ	<LOQ	0.6	1.8	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.2	0.7	<LOQ	<LOQ	0.3	<LOQ	<LOQ	<LOQ		1.3	<LOQ	<LOQ	0.5